

Herstellung und Charakterisierung von hochgefüllten und geschäumten Flachfolien auf Basis nachwachsender polymerer Rohstoffe

Masterarbeit

von

Markus Piontek

erstellt und eingereicht am

Institut für Kunststoffverarbeitung
an der Montanuniversität Leoben

unter Mitarbeit

der Polymer Competence Center Leoben GmbH



Betreuer: Dipl.-Ing. Stephan Laske

Begutachtung: em.O.Univ.Prof.Dr.-Ing. Günter Langecker

Leoben, Februar 2008

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

AFFIDAVIT

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

26.02.2008

Datum

M. Piontek

Unterschrift



Stv. Vorstand: Ass.Prof.Dr. Walter Friesenbichler, Franz-Josef-Straße 18, A-8700 Leoben

DIPLOMARBEIT

für Herrn Markus Piontek

Thema: Herstellung und Charakterisierung von hochgefüllten und geschäumten Flachfolien auf Basis nachwachsender polymerer Rohstoffe

Im Hinblick auf polymeres Kopierpapier sollen in dieser Arbeit hochgefüllte bzw. geschäumte Folien auf Basis von Polymilchsäure (Poly Lactic Acid, PLA) hergestellt werden. Dabei soll durch Variation der Füllstoffe bzw. Anteile, Folien mit einem bestimmten Eigenschaftsprofil produziert werden. Diese Folien bilden in weiterer Folge die Basis für den Aufbau einer Mehrschichtfolie. Als Referenz dienen dabei die thermischen, mechanischen, optischen und haptischen Eigenschaften von Kopierpapier.

Basierend auf vorgefertigten Masterbatches soll untersucht werden, welche Füllstofftypen bzw. -anteile sich für diesen Einsatzzweck eignen. Weiters soll eine Gruppe von Folien verstreckt werden, um den Einfluss des Verstreckens auf die Folieneigenschaften zu ermitteln. Die Charakterisierung der Folien umfasst dabei mikroskopische, thermische, mechanische und optische Verfahren.

Beginn: Dezember 2007

em.O.Univ.Prof.Dr.-Ing. G. R. Langecker

Ass.Prof.Dipl.-Ing.Dr.mont. W. Friesenbichler

Danksagung

Für das Zustandekommen und die Durchsicht dieser Arbeit sowie für die kritischen Anmerkungen bei der Korrektur möchte ich dem emeritierten Vorstand des Instituts für Kunststoffverarbeitung, em.O.Univ.Prof. Dr.-Ing. Günter R. Langecker und dem stellvertretenden Institutsvorstand Ass.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Walter Friesenbichler herzlich danken.

Für seine Geduld, sein Wohlwollen und seine Unterstützung spreche ich dem Betreuer dieser Arbeit, Dipl.-Ing. Stephan Laske, der mir stets mit Rat und Tat zur Seite stand, meinen größten Dank aus.

Weiters bedanken möchte ich mich bei den Vertretern der beiden Partnerfirmen Frau Dipl.-Ing Goldhalm und Herrn Ing. Drexler, Mondi Business Paper Holding AG sowie Herrn Dipl.-Ing Hersche und Herrn Dr. Burkhalter, Omya AG.

Für die Hilfe bei der Durchführung sämtlicher Prüfungen danke ich dem Mitarbeiter der Polymer Competence Center Leoben GmbH, Herrn Alexander Lovas.

Zu sehr großem Dank verpflichtet bin ich Herrn Dipl.-Ing Dr.mont. Gernot Wallner, Mitarbeiter des Instituts für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe, für die Hilfe bei Auswertung und Interpretation der Prüfungsergebnisse.

Den Mitarbeitern des Instituts für Kunststoffverarbeitung möchte ich für ihre Unterstützung und ihr herzliches Entgegenkommen danken.

Die vorliegende Forschungsarbeit wurde an der Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL) durchgeführt.

Kurzfassung

Im Hinblick auf polymeres Kopierpapier werden in dieser Diplomarbeit hochgefüllte bzw. geschäumte Folien auf Basis von Biopolymeren hergestellt und charakterisiert. Als Basismaterialien dienen dabei die PLA-Polymere Biomer L9000 (Biomer, Deutschland) und Bio-Flex 482CF (FKUR, Deutschland) sowie daraus hergestellte 70% CaCO₃-Masterbatches. Die Masterbatches werden mit den Kreidetypen OFM 230-AV und OFM 707-AV von der Firma OMYA AG (Schweiz) hergestellt. Für das Schäumen wird ein chemisches Treibmittel auf Basis von Polypropylen, TRACEL PP3215, der Firma Tramaco GmbH (Deutschland) verwendet.

Zuerst werden an der Castfolien-Anlage am Institut für Kunststoffverarbeitung mit unterschiedlichen Füllgraden hochgefüllte und geschäumte Folien mit einer Dicke von 100µm bzw. 300µm hergestellt. Um den Einfluss des Verstreckens auf die Folie charakterisieren zu können, werden die 300µm Folien simultan, biaxial bei der Firma Brückner Maschinenbau GmbH (Deutschland) verstreckt.

Die unverstreckten und verstreckten Folien dieser ersten Serie werden am Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe mittels Zugversuchen, dynamisch-mechanischen-, mikroskopischen-, spektroskopischen- und DSC-Analysen charakterisiert. Die Überprüfung hinsichtlich ihrer Dickenverteilung erfolgt am Institut für Kunststoffverarbeitung. Bei der Firma Mondi Bussines Paper Holding AG (Österreich) werden die für die Papierindustrie typischen Charakterisierungsmethoden, wie Bestimmung der Steifigkeit, Doppelfalzzahl, Weißgrade, Opazität, Messung der Oberflächenrauigkeit und der Temperaturbeständigkeit durchgeführt.

Es zeigt sich, dass die mechanischen Eigenschaften sehr stark vom Füllgrad und Typ der Kreide und des Treibmittels abhängen, während die optischen Eigenschaften davon weitgehend unabhängig sind. Der Vergleich der Ergebnisse der Castfolien mit jenen von Kopierpapier zeigt, dass die mechanischen Eigenschaften schon im Bereich von herkömmlichem Kopierpapier liegen. Die thermischen, optischen und haptischen Eigenschaften sind schon sehr viel versprechend, müssen jedoch noch prozess- und werkstofftechnisch optimiert werden.

Abstract

In this thesis highly filled and foamed films respectively based on biopolymers are produced and characterized with regard to polymer reprographic paper.

Base materials are the PLA-Polymers Biomer L9000 (Biomer, Germany) and Bio-Flex 482CF (FKUR, Germany) as well as compounded 70% CaCO₃-masterbatches. The masterbatches are produced with the calcium carbonat OFM 230-AV and OFM 707-AV from OMYA AG (Switzerland). For the foaming a chemical foaming agent on the base of polypropylene, TRACEL PP3215, from Tramaco GmbH (Germany) is used.

At first the highly filled and foamed films respectively with a thickness of 100µm and 300µm and different filling degree are extruded on the cast film line at the Institute of Polymer Processing. In order to characterize the influence of stretching, the 300µm films are simultan, biaxial stretched at Brückner Maschinenbau GmbH (Germany).

The unstretched and stretched films of this first serie are characterized via tensile test, dynamic-mechanical-, microscopical-, spectroscopical- and DSC-analyses at the Institute of Materials Science and Testing of Plastics. The examination concerning the thickness is carried out at the Institute of Polymer Processing. The paper industry specific methods of characterization, like appointment of stiffness, dual beading number, degree of whiteness, haze, surface roughness and temperature resistance are arranged at Mondi Bussines Paper Holding AG (Austria).

It turned out that mechanical properties are highly dependeing on the filling degree, the type of calcium carbonat and the foaming agent, but optical properties are thereof widely independent. The property comparison of these cast films with reprographic paper shows that the mechanical properties are in the same range. The thermal, optical, and haptical properties are satisfying, but process- and material related attributes have to be optimized.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Herstellung von Papier	3
2.1.1	Die Papiermaschine	3
2.2	Laserdruckprozess	5
2.3	Biopolymere	7
2.4	PLA (Polylactic Acid)	8
2.4.1	Herstellung von PLA	8
2.4.2	Abbau von PLA	10
2.5	Einfluss von Zusatzstoffen auf das Polymer	11
2.5.1	Calciumcarbonat (CaCO ₃)	12
2.6	Extrusion von Flachfolien	13
2.6.1	Einschneckenextruder	14
2.6.2	Breitschlitzdüse	17
2.6.3	Chill Roll – Anlage	18
2.7	Biaxiales Verstrecken von Kunststofffolien	19
2.7.1	Biaxialer Streckrahmen	20
3	Eingesetzte Untersuchungsmethoden	23
3.1	Messung der Foliendicke	23
3.2	Messung der Dichte	23
3.3	IR – Spektroskopie	23
3.4	Differenzial Scanning Caloremetrie (DSC)	25
3.5	Dynamisch Mechanische Analyse (DMA)	26
3.6	Auflichtmikroskopie	27
3.7	Konfokalmikroskopie	27

3.8	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	28
3.9	Zugversuch	29
4	Experimentelle Untersuchungen.....	32
4.1	Verwendete PLA – Typen	32
4.2	Kreidecompounds	33
4.3	Verwendetes Treibmittel.....	34
4.4	Hergestellte Polymermischungen.....	35
4.5	Extrudieren der Folie	36
4.6	Verstrecken der Folie	38
4.7	Verwendete Geräte	40
5	Ergebnisse.....	42
5.1	Dickenverteilung über die Breite der Folien.....	42
5.2	Dichte der Folien	45
5.3	IR-Spektroskopie.....	49
5.4	Differenzial Scanning Caloremetrie (DSC)	53
5.5	Dynamisch Mechanische Analyse (DMA)	56
5.6	Auflichtmikroskopie	58
5.7	Konfokalmikroskopie	63
5.8	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	67
5.9	Zugprüfung.....	70
5.10	Charakterisierungsergebnisse Mondi Business Paper	78
6	Zusammenfassung und Ausblick	81
7	Verwendete Zeichen und Abkürzungen	83
8	Literaturverzeichnis	85
9	Anhang	93

1 Einleitung

Im Hinblick auf die Abhängigkeit der Papierindustrie von Holz und Wasser muss in Zukunft und vor allem in den wald- und wasserarmen Regionen, wie z.B. im arabischen Raum, über Alternativen nachgedacht werden. Hierfür würde sich synthetisches Papier auf Basis von nachwachsenden, polymeren Rohstoffen sehr gut eignen.

Solche Biopolymere sind meist Polyester aus nachwachsenden Rohstoffen und können auf herkömmlichen Folienanlagen verarbeitet werden, ohne dass aufwändige Anpassungen an Schnecken, Düsen oder Abzügen vorgenommen werden müssen (Biomer GmbH, [25]).

Diese Folien auf Basis nachwachsender Rohstoffe sind zwar biologisch abbaubar bzw. kompostierbar, werden aber auf Grund des sehr guten Heizwertes vermutlich zur Energiegewinnung thermisch recycelt.

Um das umfangreiche geforderte Eigenschaftsprofil wie z.B. Optik, Haptik, Steifigkeit und Temperaturbeständigkeit erreichen zu können, ist es erforderlich, das synthetische Papier aus einer Mehrschichtfolie herzustellen. Für die Deckschicht kommen als Füllstoff beschichtete und unbeschichtete Kreidesorten mit größerem Durchmesser ($5\mu\text{m}$) zum Einsatz. Diese sollen die geforderten Oberflächeneigenschaften (z.B. Haptik, Rauigkeit, Saugfähigkeit), Steifigkeit und thermische Beständigkeit realisieren. Die Folien der Mittelschicht werden geschäumt und mit einem feinkörnigeren Kreidety ($1,6\mu\text{m}$) versehen. Durch das Schäumen soll die Dichte der Folie reduziert werden. Die Kreide dient dabei als Nukleierungsmittel für den Schäumprozess und soll die Steifigkeit der Folie erhalten.

Das genaue Eigenschaftsprofil, das von einem synthetischen Papier gefordert wird, kann in Tabelle 1 nachgelesen werden.

Tabelle 1: Eigenschaftsprofil von synthetischem Papier

Bedruckbarkeit	Die Folie soll mittels Laserdruckverfahren bedruckbar sein.
Thermische Beständigkeit	Es soll bis 200°C kein Aufschmelzen eintreten.
Ökobilanz	Synthetisches Papier soll eine bessere Ökobilanz als natürliches Papier aufweisen.
Konfektionierbarkeit	Die Folie soll in genormten Abmessungen herstellbar sein. (z.B. Din A4)
Saugfähigkeit	Die Folie soll keinen Wasserdampf aufnehmen.
Geringste Orientierungen	Es sollen keine unzulässigen Verformungen auf Grund von Rückstellungen auftreten.
Steifigkeit	Die Folie soll sich nicht einrollen oder abknicken.
Elektrische bzw. elektrostatische Eigenschaften	Es sollen keine Staubpartikel an der Oberfläche haften bleiben. Die aktivierte Oberfläche soll aber eine gute Farbaufnahme garantieren.
Opazität	Die Oberfläche der Folie soll weiß, glanzlos und undurchsichtig sein.

In dieser Diplomarbeit werden daher hochgefüllte sowie geschäumte Folien unterschiedlicher Dicke auf Basis von Biopolymeren hergestellt und auf ihre Eignung als Deck- bzw. Kernschicht untersucht. Die Auswahl der zu verarbeitenden Biopolymere erfolgte bereits in einer Bakkalaureatsarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung (Plank M., [1]).

Da durch biaxiales Verstrecken von gefüllten Folien eine Dichtereduktion möglich ist und ein identes mechanisches Eigenschaftsprofil in alle Richtungen der Folie erreicht wird, wurden sowohl unverstreckte als auch verstreckte Folien untersucht.

Die Folienmuster werden am Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe mikroskopischen, spektroskopischen, thermischen und mechanischen Prüfungen unterzogen (siehe Kapitel 1).

Bei der Firma Mondi Business Paper Holding AG wurden die für Papier charakteristischen Untersuchungen wie Doppelfalzzahl, Steifigkeit, Weißgrade und Rauigkeiten durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Prüfungen können in Kapitel 5.10 nachgeschlagen werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Herstellung von Papier

Der Name "Papier" ist ursprünglich von dem Produkt der Papyrusstaude abgeleitet, aus dem man im Altertum (Ägypten) und in der Antike (Griechen, Römer) Schriftrollen hergestellt hat. Bis in das Zeitalter der elektronischen Datenverarbeitung und der digitalen Medien bleibt die elementare Bedeutung des Papiers erhalten.

Das grundlegende Verfahren zur Papierherstellung hat sich in den letzten 2000 Jahren nicht geändert. Es besteht aus dem Aufbrechen des Rohmaterials in Wasser zur Gewinnung einer Suspension aus einzelnen Fasern und der Herstellung von filzartigen Blättern durch das Aufbringen dieser Suspension auf einer geeigneten porösen Oberfläche, durch die das überschüssige Wasser ablaufen kann.

Bevor die Faserstoffsuspension zur Herstellung von Papier der Papiermaschine zugeführt wird, ist eine Stoffaufbereitung erforderlich. Sie umfasst einen breiten Bereich, der mit der Aufbereitung der Faserstoffe, Hilfsstoffe und Papierhilfsmittel beginnt und vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine endet. Dazu gehören die Faserstoffbehandlung durch Mahlung sowie die Zufuhr von Füllstoffen und Hilfsstoffen. Sie bestimmen die Grundeigenschaften und die Qualitätsmerkmale eines Papiers. Die endgültige Zusammenstellung der fertigen Faserstoffsuspension erfolgt in der Ganzstoffbütte, in die auch die erforderlichen Füll- und Hilfsstoffe gegeben werden. Aus der Ganzstoffbütte wird die Papiermaschine mit der fertigen Fertigstoffsuspension für die Papiererzeugung versorgt (Kilian-Druck, [2]).

2.1.1 Die Papiermaschine

Die Papierentstehung erfolgt in der Papiermaschine, die aus mehreren Einzelementen besteht. Im Kern dieser Maschine stehen der Stoffauflauf, die Siebpartie, die Pressenpartie, die Trockenpartie mit anschließender Kühlung, das Glättwerk und die Aufrollung.

In Abbildung 1 ist eine Papiermaschine schematisch dargestellt.

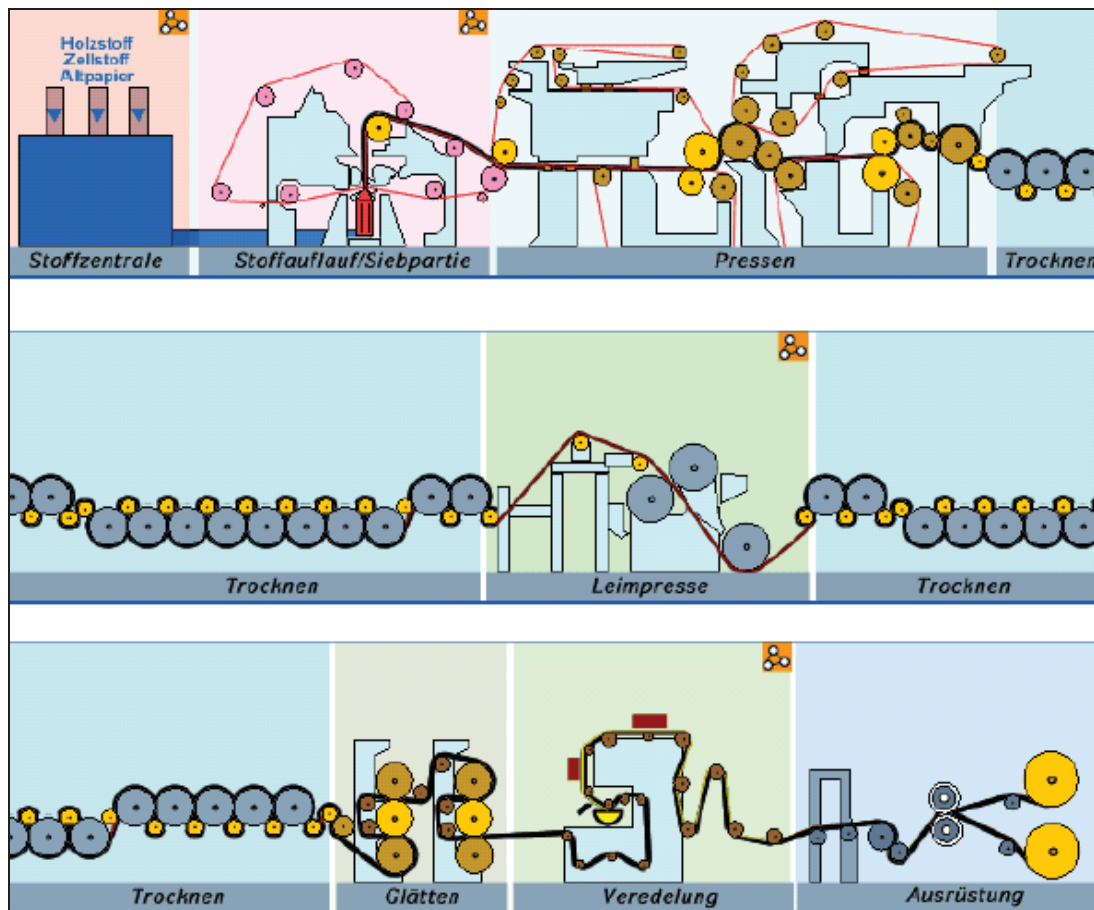


Abbildung 1: Schematische Darstellung einer Papiermaschine [3]

Die fertig gemischte Fasersuspension wird zunächst im **Stoffauflauf** mit den so genannten Brustwalzen auf ein Förderband gegeben. Eine flache Wanne unter dem Band fängt einen großen Teil des abtropfenden Wassers auf. Dieses Wasser setzt man in einem kontinuierlichen Prozess der Fasersuspension wieder zu, um die darin noch enthaltenen Fasern zu nutzen. Die Ausbreitung der nassen Fasersuspension auf dem Band nach beiden Seiten wird durch Gummibänder begrenzt, die auf beiden Seiten des Bandes mitlaufen. Saugpumpen unter dem Band beschleunigen die Trocknung des Papiers.

In der unmittelbar anschließenden **Siebpartie** wird das Band quer zur Laufrichtung gerüttelt, um das Verfilzen der Fasern zu unterstützen. Während das Papier über das Band läuft, bewegt es sich unter einem rotierenden Zylinder (Eggoutteur, Vorpresswalze) hindurch. Die Oberfläche dieses Zylinders ist mit Drahtgeflecht oder einzelnen Drähten bedeckt, die dem Papier ein Velinmuster oder eine Eggouttierrippung aufdrücken. Bei einigen Modellen enthält die Zylinderoberfläche zusätzlich Wörter oder Muster aus Draht, die in das Papier eingedrückt werden und

als Wasserzeichen erscheinen. Wasserzeichen geben Auskunft über die Papierqualität und den Hersteller. Bei handgeschöpften Papieren befinden sich die Muster der Wasserzeichen auf der Oberfläche des Siebes.

In der **Pressenpartie** führt man das Rohprodukt zunächst zwischen zwei mit Filz (so genannte Nassfilze) bespannten Gautschwalzen aus Stahl, Granit oder Hartgummi hindurch. Diese Rollen pressen Wasser aus dem Papiergewebe und verfestigen die Fasern so weit, dass die Papierbahn stark genug ist, um ohne die Unterstützung des Förderbandes weiter durch die Maschine zu laufen. Die Funktion der Walzen ist im Prinzip die gleiche, wie die der Filze beim Gautschen handgeschöpfter Papiere. Von diesen Gautschwalzen gelangt das Papier weiter auf glatte Metall- oder auch Presswalzen. Hier wird das Papier beidseitig vorgeglättet und ist danach vollständig ausgeformt.

In der **Trockenpartie** wird das Papier über eine Reihe beheizter Walzen geführt. Im nächsten Arbeitsschritt wird das Papier zwischen glatten Kühlwalzen wieder abgekühlt und anschließend im Glättwerk gepresst, wobei die so genannte maschinenglatte Oberfläche entsteht.

In der darauf folgenden Aufrollung schneiden Rotationsmesser das Papier in längere Abschnitte, die dann auf einen Stahlkern (den so genannten Tambour) gewickelt werden. Ein Teil des Papiers bleibt auf der Rolle und wird später für Zeitungsrotationsdruckmaschinen oder Rollenoffsetdruck verwendet (Kilian-Druck, [2]).

Papiere für besondere Zwecke müssen zusätzlich noch weiterbehandelt werden.

2.2 Laserdruckprozess

Der Laserdrucker gehört zu der Klasse der Non-Impact-Drucker, d.h. der Ausdruck findet berührungslos statt. Herzstück ist eine mit einem Photoleiter beschichtete Bildtrommel oder ein Endlosband. Die Informationen werden vom PC digital zum Laserdrucker übertragen. Dann wird die Bildtrommel, auch bekannt als Photo- oder OPC-Trommel, von der Reinigungseinheit negativ aufgeladen. Der Laser wird mit Hilfe des rotierenden Umlenkspiegels auf die Stellen auf der Trommel gelenkt, wo später der Toner aufgetragen werden soll.

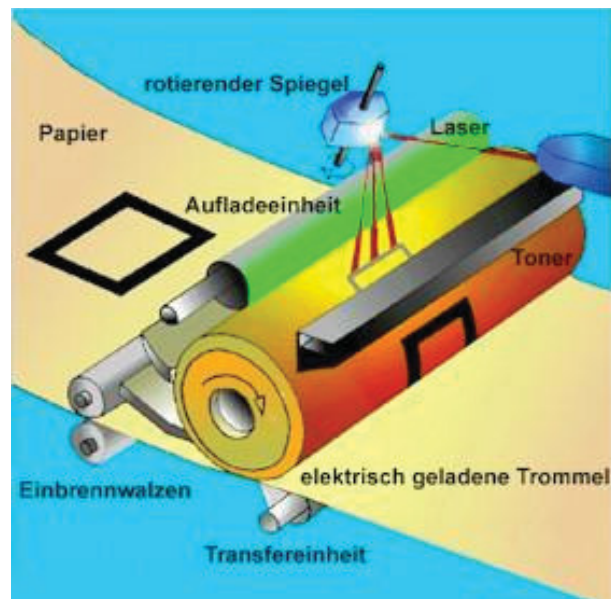


Abbildung 2: OPC-Trommel und Laserdiode [4]

Durch den Laser werden die getroffenen Stellen neutralisiert. Die Bildtrommel dreht sich und die vorher neutralisierten Stellen kommen an dem Toner vorbei. Die Tonerrolle enthält negativ geladene Farbteilchen, die nun an den neutralisierten Stellen haften. Der noch negativ geladene Teil der Bildtrommel stößt den Toner ab. Das Papier wird jetzt positiv geladen und zieht den Toner an. Damit der Toner nicht verwischt, wird das Papier durch die Fixierwalzen geführt und der Toner wird durch die relativ hohe Temperatur (ca. 200°C) eingebrannt. Die Bildtrommel wird jetzt durch die Reinigungseinheit entladen und der überschüssige Toner entfernt (Stachel M., [4]).

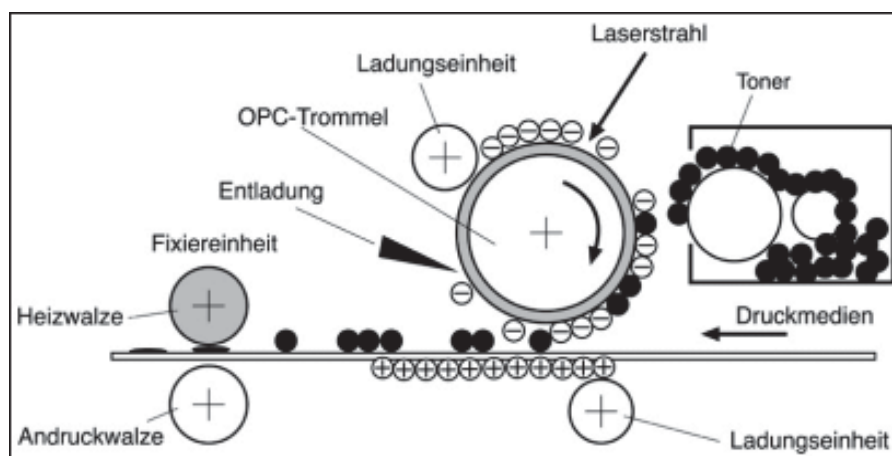


Abbildung 3: Funktionsweise eines Laserdruckers [5]

2.3 Biopolymere

In den letzten Jahren sind biologisch abbaubare Polymere mehr denn je in das Licht des Forschungsinteresses gerückt. Einerseits um problematische, synthetische Stoffe zu ersetzen oder spezifische, neue Anforderungen zu erfüllen, andererseits um das Abfallproblem zu verringern. Durch diese Vorteile beschäftigen sich zahlreiche Institute und Unternehmungen mit der Forschung an natürlichen und synthetischen, biologisch abbaubaren Polymeren. Am häufigsten werden Biopolymere in der Verpackungsindustrie für Agrarfolien und in der Medizintechnik eingesetzt.

Als Biopolymere gelten grundsätzlich entweder Polymere, die der Natur entstammen oder synthetisch hergestellte, biologisch abbaubare Polymere. Die auf Stärkebasis basierenden Biopolymere bestehen mehrheitlich aus Mais und verschiedenen Alkoholen. Da die mechanischen Eigenschaften gegenüber herkömmlichen Thermoplasten unzureichend sind, werden diese kaum für technische Anwendungen eingesetzt. Es gilt hier, bestehende Rezepturen qualitativ zu verbessern und neue zu entwickeln.

Dem gegenüber gibt es Biopolymere auf Esterbasis, die durchaus bemerkenswerte mechanische Eigenschaften aufweisen, aber aufgrund der Kostensituation für eine breite Anwendung nicht in Frage kommen. Die gebräuchlichsten Biopolymere bestehen aus modifizierter Stärke oder Cellulose bzw. deren Derivate, sowie Polymilchsäure (PLA), Polyhydroxybutyraten (PHB) oder Proteinen.

Unabhängig von den Ausgangsstoffen des Polymers kann Biopolymer für seine biologische Abbaubarkeit stehen oder aber für seine Herstellung aus biogenen Rohstoffen. Aus diesem Grund können biologisch abbaubare Polymere aus nachwachsenden (pflanzlichen und tierischen) und aus fossilen Rohstoffen hergestellt werden. In Abbildung 4 ist die Einteilung biologisch abbaubarer Polymere dargestellt (z.B. Wilhelm H., [6]).

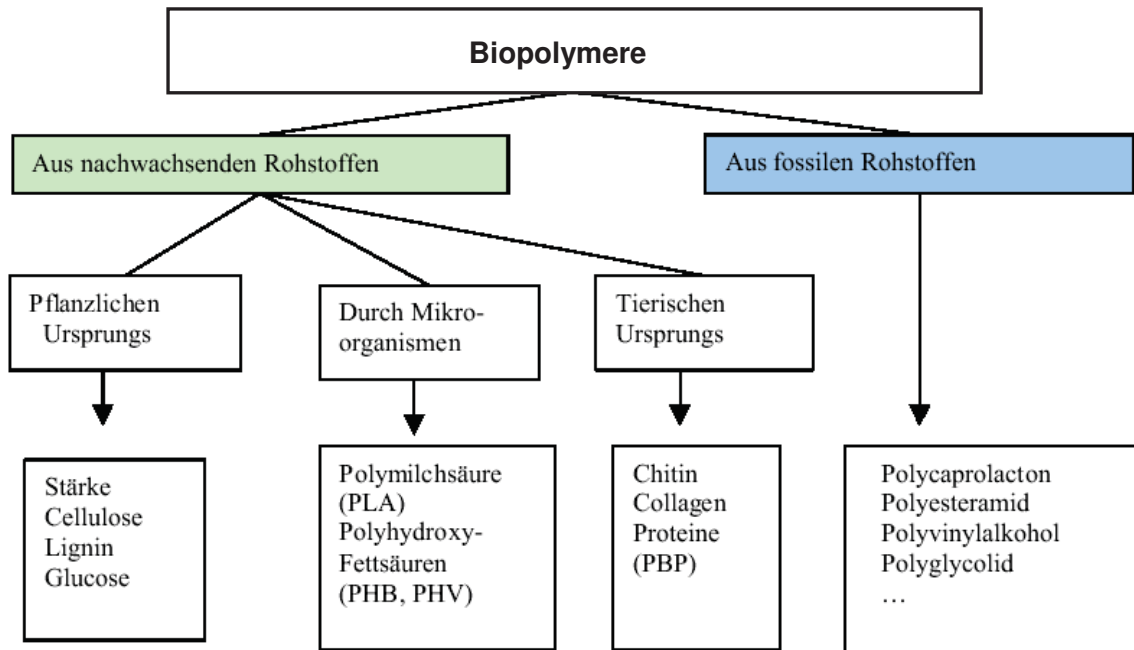


Abbildung 4: Einteilung von biologisch abbaubaren Polymeren [6]

2.4 PLA (Polylactic Acid)

Biopolymere

PLA wird aus dem natürlichen Rohstoff Milchsäure über unterschiedliche Synthesewege erzeugt. Da es jahrzehntelang aus der medizinischen Anwendung bekannt ist und das thermische, chemische und mechanische Verhalten sowie das Abbauverhalten weitgehend erforscht sind, werden dem PLA gute technologische und wirtschaftliche Chancen eingeräumt (Jacobsen S., [7]).

Hochmolekulare Polymilchsäure hat thermoplastische Eigenschaften. Sie ist glänzend, farblos und fest mit einer Glasübergangstemperatur von 60°C. Die mechanischen Eigenschaften sind abhängig von dem Molekulargewicht, der stereochemischen Anordnung der Kette und dem Grad der Orientierung im kristallinen Material (Thoms Ch., [8]).

2.4.1 Herstellung von PLA

Grundstoff für die PLA – Produktion ist die Milchsäure, die in zwei optischen Isomeren vorkommt (Abbildung 5).

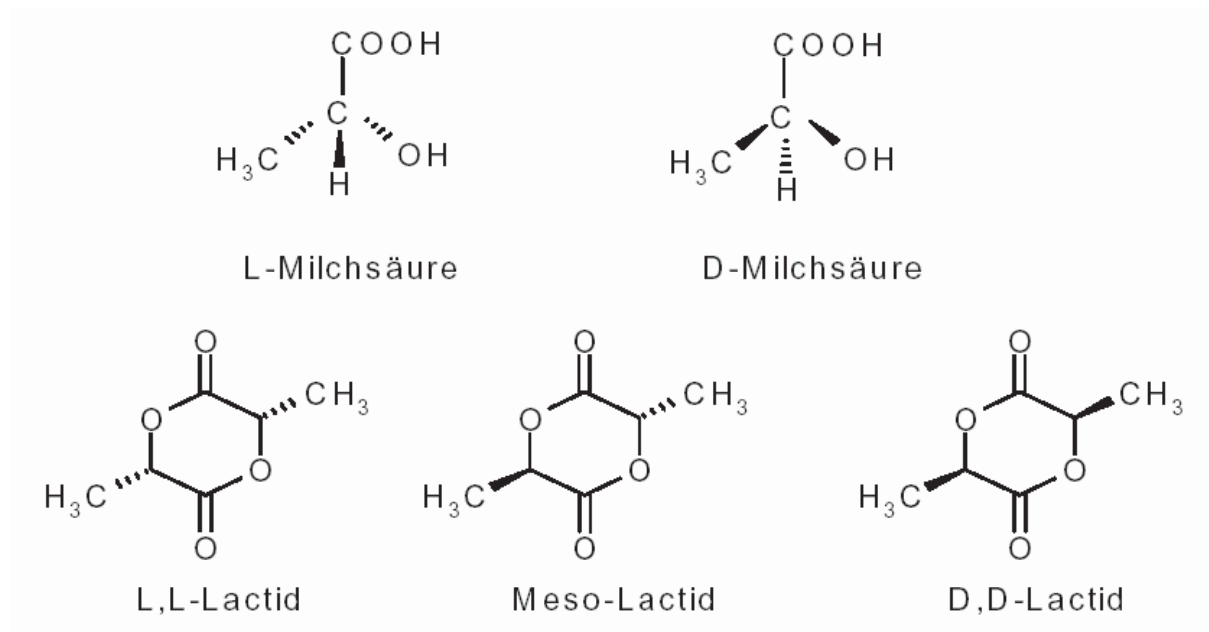


Abbildung 5: Milchsäure–Isomere und daraus resultierende Lactid–Dimere [8]

Wird Milchsäure auf natürlichem, fermentativem Weg erzeugt, so werden spezifisch-optisch aktive Formen der Milchsäure entstehen. Homofermentative Lactobakterien generieren dabei ausschließlich L(+) Milchsäure, heterofermentative Lactobakterien hauptsächlich D(-) Milchsäure. Dagegen ist durch synthetische Produktion erzeugte Milchsäure immer optisch inaktiv. Heute werden nur noch geringe Mengen synthetisch hergestellt, da die Nachfrage an natürlich hergestellter Milchsäure steigt und kostengünstiger ist.

PLA kann auf zwei Arten hergestellt werden:

1. Polykondensationsreaktion:

Über die Polykondensationsreaktion kann direkt aus Milchsäure ein Polymer hergestellt werden. Die heute verwendeten Polykondensationsverfahren basieren auf der Polymerisation im Lösungsmittel, wobei dieses die Aufnahme und den Abtransport des entstehenden Wassers übernimmt. Dabei entstehen hochmolekulare reine Polymere, die nach der Rekristallisation aus dem Lösungsmittel weder Katalysatorreste noch Fremdstoffe enthalten und damit für alle denkbaren Einsatzmöglichkeiten Verwendung finden können (Jacobsen S., [7]).

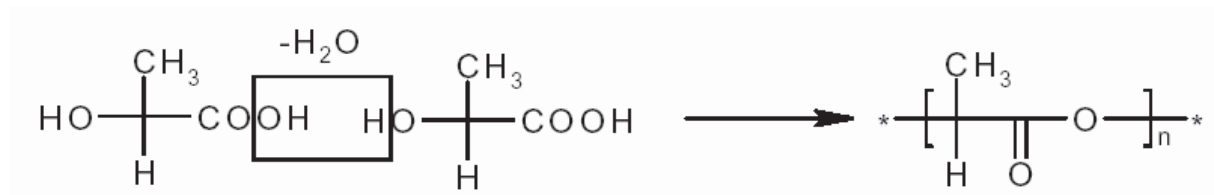


Abbildung 6: Reaktionsmechanismus der Polykondensation [8]

Dieses Verfahren wird aus Kostengründen nur in Chemieanlagen angewendet, wo das Lösungsmittel durch vorhandene Synergien bestehend ist. Ohne Lösungsmittel wäre die Reaktionszeit zu lange und man würde ein zu geringes Molekulargewicht erreichen.

2. Ringöffnungspolymerisation:

Aufgrund der optischen Isomerie der Milchsäure können aus den zwei Milchsäure-Isomeren drei Arten von Lactid-Dimeren dargestellt werden (Abbildung 2). Zwei L-Milchsäuren bilden das L,L-Lactid, zwei D-Milchsäuren das D,D-Lactid, eine L- und eine D-Milchsäure das Meso-Lactid. Diese Lactide können über eine Ringöffnungspolymerisation in PLA umgewandelt werden. Die so erzeugten Polymere besitzen Eigenschaften, die zum Teil, wie schon bei den Polykondensaten, von der Zusammensetzung des Polymeres aus den verschiedenen optischen Isomeren abhängen. So ist reines Poly-L-Lactid, wie auch reines Poly-D-Lactid, ein teilkristallines Polymer, das mit geringen Anteilen der jeweils anderen Milchsäure seine Kristallisationsfähigkeit zunehmend verliert. Polylactid aus reinem Meso-Lactid ist dagegen ein rein amorpher Werkstoff (Jacobsen S., [7]).

Die Ringöffnungspolymerisation hat gegenüber der Polykondensationsreaktion den Vorteil, dass kein Wasser oder sonstiger niedermolekularer Anteil während des Polymerisationsprozesses entfernt werden muss. Daher hat es sich allgemein durchgesetzt, die Ringöffnungspolymerisation in Masse durchzuführen.

2.4.2 Abbau von PLA

Polymilchsäure wird abgebaut, indem Wassermoleküle eindringen und die Esterbindung hydrolytisch spalten. Die entstehenden Moleküle werden dann von

Mikroorganismen zu Wasser und Kohlendioxid zersetzt. Der Abbau von hochkristalliner Polymilchsäure kann Monate bis Jahre dauern, der Abbau von amorpher jedoch bloß einige Wochen.

2.5 Einfluss von Zusatzstoffen auf das Polymer

In der Kunststoffindustrie werden Konzentrate von Pigmenten oder Additiven in einer Polymermatrix unter dem Begriff Masterbatch (MB) zusammengefasst. Diese liegen überwiegend als Granulat vor. Je nach Pigmenttyp unterscheidet man Weiß-, Schwarz-, Bunt- und Additivmasterbatch. Sie dienen zur staubfreien, rezepturgetreuen und einfachen Zugabe von Pigmenten und Additiven in Polymeren und Compounds.

Das Aufbereiten von Masterbatch ist eine sehr anspruchsvolle Compoundieraufgabe, da meist hohe Pigment- / Additiv- Anteile in ein Basispolymer eingearbeitet werden müssen. Hierfür eignen sich besonders zweiwellige, gleichsinnig drehende Compounder oder Buss-Kokneter.

Für die Kunststoffverarbeiter gibt es zwei Gründe, Polymeren mineralische Rohstoffe zuzusetzen (Fa. Omya, [9]):

1. Verbesserung des Verarbeitungsverhaltens und Modifizierung spezifischer Fertigteileigenschaften

In diesen Fällen ist der Zusatz als funktioneller Füllstoff bzw. als mineralischer Modifizier zu bezeichnen.

Typische Beispiele sind die Verwendung von Calciumcarbonat in PE-Folien für Babywindeln, wodurch sich Atmungsaktivität erzielen lässt sowie der Einsatz in PVC-Fensterprofilen, wo Calciumcarbonat die Zähigkeit, Steifigkeit sowie das Extrusionsverhalten verbessert.

2. Reduzierung der Materialkosten

Steht die Kostenreduzierung im Vordergrund, sollte der Zusatz als Füllstoff bezeichnet werden, da lediglich ein bestimmtes Volumen des Polymers durch preiswerteres Material ersetzt wird. Ein typisches Beispiel ist die Verwendung von Calciumcarbonat in PVC-Kabelrezepturen.

Die wichtigsten Mineralien für Thermoplastverarbeitung sind Calciumcarbonat, Talkum, Kaolin, Glimmer und Wollastonit. In bedeutenden Mengen werden diese Mineralien hauptsächlich in Polyvinylchlorid (PVC), Polypropylen (PP), Polyethylen (PE) und Polyamid (PA) eingesetzt.

Die Verwendung von Mineralien in Kunststoffen führt im Allgemeinen zu folgenden Eigenschaftsveränderungen (Fa. Omya, [9]):

- Erhöhung der Dichte
- Erhöhung des Elastizitätsmoduls
- Zu- oder Abnahme der Schlagzähigkeit je nach Form der Teilchen und ihrer Haftung an der Polymermatrix
- Erhöhung der Oberflächenhärte der Fertigteile
- Bessere Wärmeformbeständigkeit
- Geringere Schwindung

Bei Einsatz von mineralischen Zusatzstoffen sind zahlreiche unterschiedliche Gesichtspunkte zu beachten:

- Dispergierbarkeit in der Kunststoffschmelze
- Eigenfarbe des Materials
- Verschleißwirkung in den Verarbeitungsmaschinen
- Arbeitsschutzprobleme (Staub)
- Kosten

2.5.1 Calciumcarbonat (CaCO_3)

Gemahlenes, natürliches Calciumcarbonat in unbeschichteter oder oberflächenbehandelter Ausführung ist das bedeutendste Mineral für die Kunststoffindustrie. Calciumcarbonat zeichnet sich durch folgende Eigenschaften aus (Fa. Omya, [9]):

- Hohe chemische Reinheit, die einen negativen katalytischen Einfluss auf die Alterung von Polymeren ausschließt
- Hoher Weißgrad
- Niedriger Brechungsindex, der auch Pastell- und Weißtöne ermöglicht
- Geringe Abrisivität, was zur Schonung der Maschinenteile beiträgt
- Gute Dispergierbarkeit (speziell der oberflächenbeschichteten Qualitäten)

- Lebensmittelrechtliche Zulassung auch in Kunststoffverpackungen, da CaCO_3 ungiftig, geruchs- und geschmacklos ist
- Geringer Preis

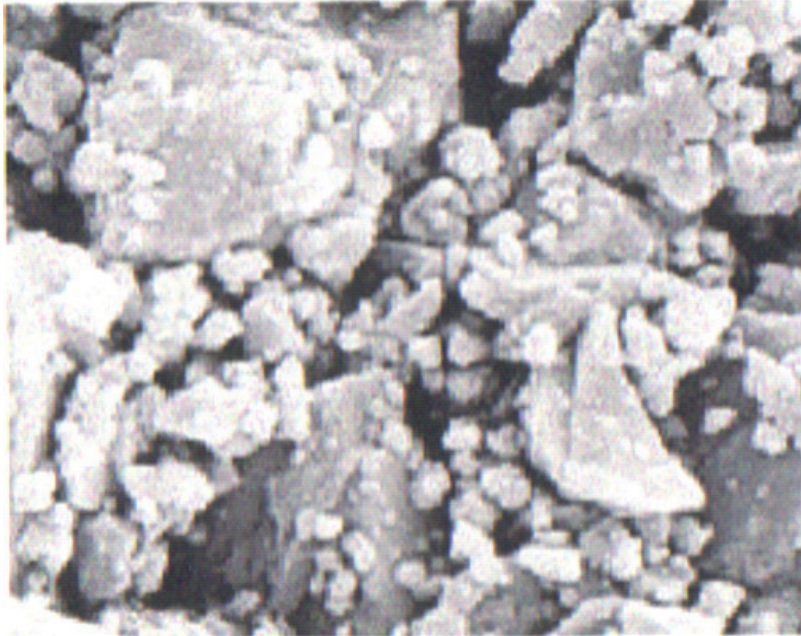


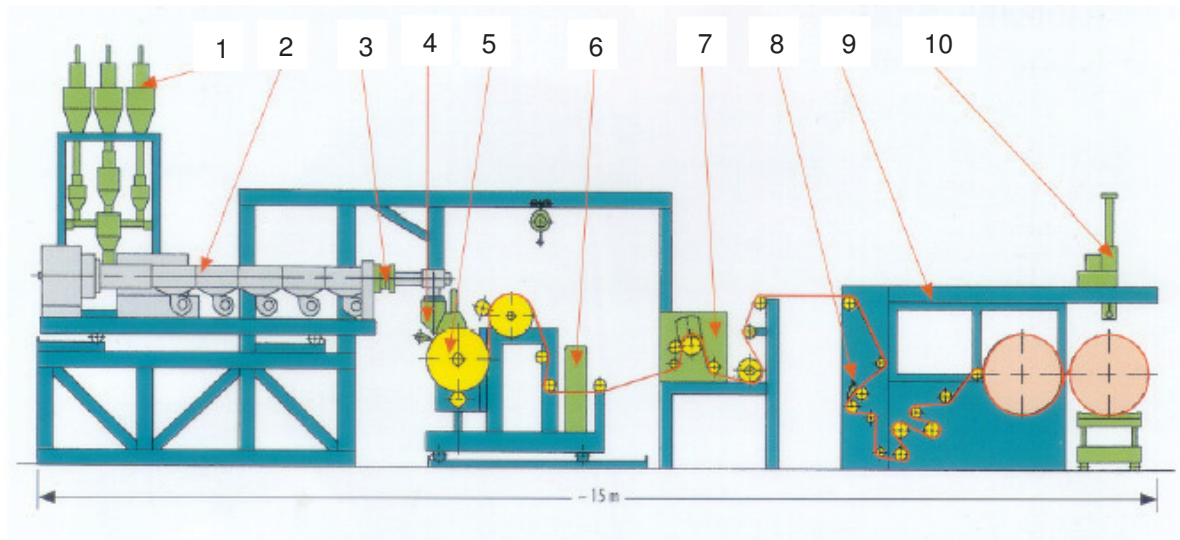
Abbildung 7: REM-Aufnahme von CaCO_3 (5000-fache Vergrößerung) [9]:

2.6 Extrusion von Flachfolien

Bei der Flachfolienherstellung wird die Kunststoffschmelze auf stark gekühlte Walzen extrudiert und über mehrere Führungswalzen der Aufwicklung zugeführt.

Auf Flachfolienanlagen produziert man hauptsächlich Verpackungsfolien aus Polypropylen und Polyethylen. Im Gegensatz zur Tafelextrusion wird die Kunststoffschmelze nicht horizontal, sondern schräg nach unten aus der Breitschlitzdüse gedrückt. Sie trifft auf die erste der beiden gekühlten Walzen und wird von einem so genannten Luftmesser mit Kaltluft an die Walze gepresst. Um den Kühleffekt der Walzen voll auszunutzen, führt man die Folie mit großem Umschlingungswinkel um die Walzen. Weil der Lippenspalt der Breitschlitzdüse wegen der hohen Drücke nicht beliebig klein eingestellt werden kann, müssen zur Fertigung dünner Folien die Walzen schneller laufen als beim Normalbetrieb. In diesem Fall wird die Folie schon bei der Herstellung in Maschinenrichtung verstreckt. Nach der letzten Kühlwalze erfolgt die Dickenmessung und die

Randbeschneidung. Bei großen Anlagen werden die Randstreifen gemahlen und dem Extruder wieder zugefügt (z.B. Schwarz O., [10]).



1	Gravimetrische Dosierung und Extruderregelung	6	Dickenmeßgerät
2	Extruder	7	Nachkühlwalze
3	Schmelzefilter	8	Randstreifenschnitt
4	Automatische Düse, Airknife und Vakuumbox	9	Wickler
5	Kühlwalzeneinheit	10	Wickelwellenhandlingsystem

Abbildung 8: Gesamtaufbau einer Flachfolienextrusionsanlage [11]

2.6.1 Einschneckenextruder

In der gesamten Extrusionstechnik nehmen Einschneckenextruder eine vorrangige Stellung ein. Es gibt jedoch zwei wichtige Anwendungsbereiche, in denen überwiegend Doppelschneckenextruder eingesetzt werden, weil sie dort verfahrenstechnische Vorteile besitzen: Bei der Aufbereitung und Compoundierung (gleichläufige Doppelschnecken für gute Mischwirkung und hohen Massendurchsätzen) und bei der PVC-Verarbeitung (gegenläufige Doppelschnecken für engeres Verweilzeitspektrum und gute Temperaturbeherrschung bei hohen Durchsätzen) (z.B. Wortberg J., [12]).

Einschneckenextruder werden in der Kunststoffverarbeitung wegen ihres einfachen konstruktiven Aufbaus und ihrer Vielseitigkeit am häufigsten verwendet. In diesen Maschinen wird die Förderung im Feststoffbereich durch die Reibung der verdichteten Extrusionsmasse auf den Oberflächen von Zylinder und Schnecke

bewirkt (reibungbedingte Förderung), im Schmelzbereich hingegen durch das Mitschleppen der Schmelze an der bewegten Oberfläche der Schnecke (Schleppströmungspumpe, hydrodynamische Förderung). Die Drehzahlen liegen im Bereich von 30 bis 300 min^{-1} . Bei der Extrusion von Polyolefinen werden so genannte Schnellläuferextruder mit Drehzahlen zwischen 100 und 1000 min^{-1} eingesetzt. Um einen stationären Zustand bei einem optimalen Temperaturverlauf zu gewährleisten, wird der Wärmeübergang an der Zylinderwand durch Heiz- und Kühlelemente geregelt. Dadurch kann das vorgegebene Temperaturprofil in allen Zonen konstant gehalten werden (Langecker G.R., [13]).

Die wesentlichen Anforderungen, die durch Einschneckenextruder erfüllt werden müssen, sind im Einzelnen (z.B. Wortberg J., [12]):

- Hoher und pulsationsfreier Massedurchsatz, möglichst unabhängig vom Gegendruck.
- Thermisch und stofflich homogene Schmelze für ein breites Spektrum an Rohstoffen und Betriebspunkten (Durchsätze und Schmelzetemperatur).
- Geringst mögliche Materialveränderung durch Abbau oder Vernetzung, d.h. kontrollierte Scherung und gute Beherrschung der Schmelzetemperatur.
- Niedrige, spezifische – auf den Massedurchsatz bezogene – Investitions- und Betriebskosten durch kostengünstige Konstruktion, geringen Energieverbrauch und geringen Wartungsbedarf.
- Gute Einführung in das betriebliche Umfeld durch kompakte Bauform und minimierte Belastung der Umgebung mit Abwärme, Lärm und elektromagnetischen Störungen.
- Einfache Bedienung und gutes Verhalten beim Anfahren und beim Betriebspunktwechsel.

Bei konventionellen Extrudern werden in der Regel Dreizonenschnecken eingesetzt. Sie bestehen aus Eingangszone, Aufschmelzzone und Meteringzone. Je nach Thermoplastart erfüllen sie jedoch nicht immer alle Anforderungen bezüglich der thermischen und mechanischen Homogenität der Schmelze, da aus dem

Feststoffkeil in der Aufschmelzzone sich unkontrolliert Feststoffinseln ablösen können. In diesen Fällen werden daher zusätzliche Scher- und Mischteile eingesetzt (Langecker G.R., [13]).

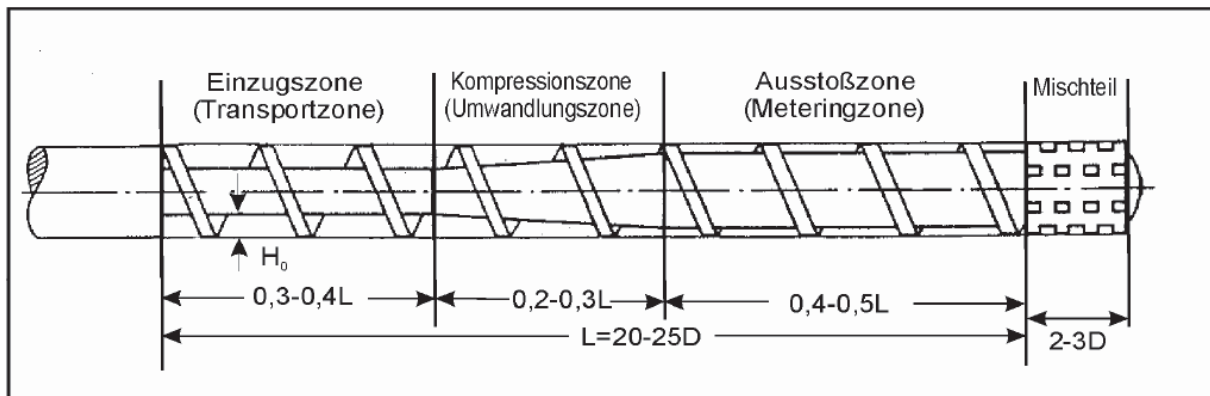


Abbildung 9: konventionelle Dreizonenschnecke mit Mischteil [13]

In Tabelle 2 sind die physikalischen Zonen eines Einschneckenextruders und ihre Aufgaben dargestellt.

Tabelle 2: Physikalische Zonen eines Einschneckenextruders [13]

Zone	Aufgabe
Feststoffförderzone (Einzugszone)	Feststoffeinzug aus dem Trichter Druckaufbau Lufteinschlüsse zum Trichter zurückführen
Erster Aufschmelzpunkt	
Verzögerungszone (Delayzone)	Schmelze dringt in das Feststoffbett ein.
Aufschmelzzone	Schmelzefilm ist so dick, dass er von der aktiven Flanke abgeschabt wird. An der aktiven Flanke entsteht ein Schmelzepool. Feststoffanteil nimmt ab – Schmelzeanteil nimmt zu, bis letztlich nur noch Schmelze vorliegt.
Meteringzone (Ausstoßzone)	Druckaufbau Homogenisierung der Schmelze

2.6.2 Breitschlitzdüse

Breitschlitzdüsen haben die Aufgabe, den eintretenden runden Schmelzestrang in eine rechteckige, ebene Schmelzebahn umzuformen. Zur symmetrischen Verteilung der Schmelze über die gesamte Düsenbreite dienen rheologisch optimierte Fließkanäle. Durchflussunterschiede im Betrieb werden korrigiert durch (Laske S., [11]):

- Lokale Änderungen der Austrittslippenspaltweite über eine Verformung der flexiblen Lippe mittels Druckschrauben.
- Eine lokale verbiegbare Profilleiste im Werkzeuginneren, dem Staubalken. Der Einfluss ist allerdings größer und gröber.
- Eine Veränderung des Werkzeugtemperaturprofils über die Breite – ist aber nur begrenzt sinnvoll.

Moderne Chill-Roll-Anlagen sind mit so genannten Automatikdüsen ausgestattet. Dabei führen über der Düsenbreite in regelmäßigen Abständen angebrachte Stellglieder die Feinjustierung der Flexlippe automatisch durch. Für den Betrieb einer Automatikdüse ist eine Inline – Dickenmessung notwendig.

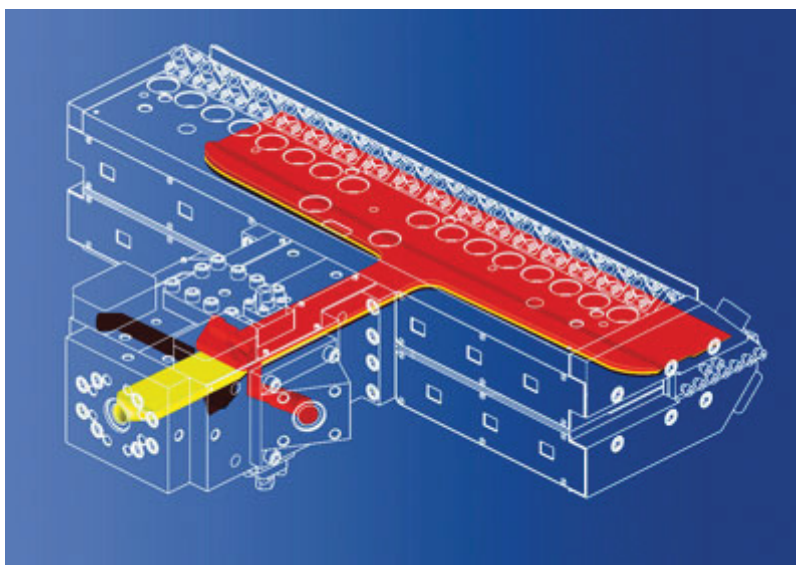


Abbildung 10: Schematische Darstellung einer Breitschlitzdüse [15]

2.6.3 Chill Roll – Anlage

Das Abziehen und Abkühlen des Schmelzefilms (Abbildung 8) von der Breitschlitzdüse mittels der Chill-Roll hat wesentlichen Einfluss auf das Eigenschaftsprofil der Flachfolie. Je nach Rohstoff, Folienabmessungen und Geschwindigkeitsbereich werden unterschiedliche Konzepte, vor allem hinsichtlich der Walzendurchmesser und der Anzahl der Nachkühlwalzen, eingesetzt. Für die Optimierung des Angießpunktes ist die Chill-Roll-Einheit längsverfahrbar und höhenverstellbar. Neben den üblichen hochglanzpolierten Walzen werden für die Angießwalze mit zunehmender Abzugsgeschwindigkeit mattierte, verchromte Walzenoberflächen eingesetzt.

Um einen guten Kontakt zwischen Folie und Walzenoberfläche zu erzielen, werden in den meisten Fällen ein Luftmesser (Airknife) und eine Saugraket (Vakuumbbox) als Anlegehilfen verwendet.

Beim **Airknife** drückt der aus einer Luftschlitzdüse (Spaltweite z.B. 0,5 mm) austretende Luftstrahl die Folie gegen die Kühlwalze und bewirkt dadurch einen guten Wärmeübergang.

In modernen Flachfolienanlagen wird eine sog. Doppelkammer – **Vakuumbbox** eingesetzt. Die erste Kammer saugt mit hoher Luftgeschwindigkeit den Großteil der durch die Walzenrotation bedingt eingeschleppten Luftmenge ab. Die zweite Kammer saugt die restliche Menge ab und stabilisiert die Schmelzebahn, sodass höhere Abzugsgeschwindigkeiten erreicht werden können.

Eine Folie mit ausgezeichneten mechanischen und optischen Eigenschaften und mit kleinster Dickentoleranz muss auch optimal aufgewickelt werden, um eine qualitativ hochwertige Folienrolle zu erhalten. Prinzipiell unterscheidet man folgende Arten von Wickler:

- Kontaktwickler mit angetriebener Kontaktwalze
- Zentralwickler mit zentral angetriebener Wickelwelle

Der **Kontaktwickler** ist der am häufigsten verwendete Wickler im Bereich Blasfolie. Dabei wird die angetriebene meist gummierte oder auch verchromte Kontaktwalze pneumatisch oder mechanisch gegen die Folienrolle gedrückt. Von Vorteil beim Kontaktwickler ist die unkomplizierte Bedienbarkeit und die einfache, stabile Bauweise. Nachteilig ist, dass spannungsarme Wickler nicht hergestellt werden.

Für eine Wicklung der zugempfindlichen Flachfolien werden daher meist **Zentralwickler** mit wahlweiser Spalt- oder Kontaktwicklung eingesetzt. Beim Zentralwickler wird die Wickelwelle direkt mittels AC-Servoantrieb oder Gleichstrommotoren angetrieben, wobei die Zugkraft mit steigendem Wickeldurchmesser D , d.h. bei abnehmender Motordrehzahl n , entweder konstant bleibt oder hyperpolisch abfällt (Miethlinger J.,[16]).

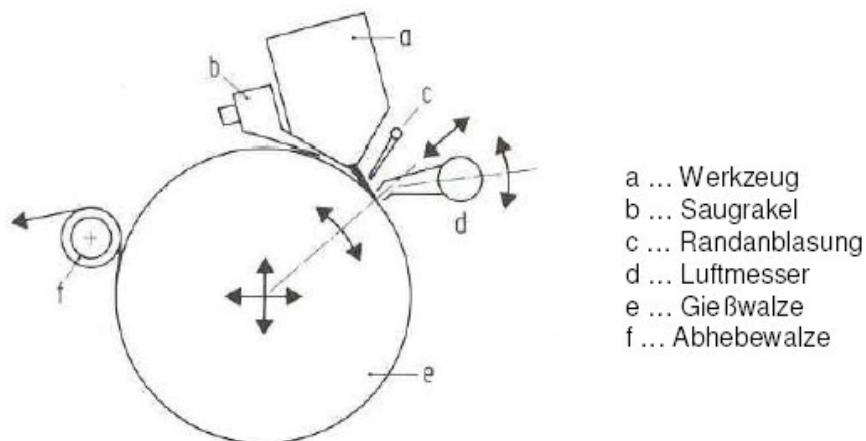


Abbildung 11: Schematische Darstellung einer Chill Roll [11]

2.7 Biaxiales Verstrecken von Kunststofffolien

Durch das Verstrecken können die mechanischen Eigenschaften von PP-Folien wesentlich verbessert werden. Dies wurde schon vor langer Zeit erkannt und zur Herstellung synthetischer Fasern für die Textilindustrie genutzt. Schon in den dreißiger Jahren wurden diese Erkenntnisse auf flächige Produkte übertragen und zur Herstellung biaxial verstrecker, glasklarer Polystyrolfolien genutzt. Den industriellen Durchbruch schafften biaxial verstreckte Flachfolien schließlich in den sechziger und siebziger Jahren mit der Substitution des Zellophans durch Polypropylen und des Zelluloseacetats durch Polyester. Biaxial orientierte Polypropylenfolien zeichnen sich gegenüber nicht orientierten Polypropylenfolien durch eine Reihe verbesserter Folieneigenschaften aus. Zu nennen sind hier vor allem eine höhere Festigkeit, verbesserte Barriereigenschaften sowie eine ausgezeichnete Transparenz (Rattenberger S., [17]).

Das biaxiale Verstrecken von gefüllten Flachfolien dient in erster Linie dem Erreichen derselben mechanischen Eigenschaften in Abzugsrichtung (MD) und quer dazu (CD). Weiters wird durch die Auftrennung der Haftung zwischen Füllstoff und Polymermatrix eine rauere, strukturiertere Oberfläche erzeugt. Dieses Aufbrechen der Füllstoff-Polymerhaftung und das Vergrößern der Schaumblasen bei geschäumten Polymerfolien senkt natürlich die Dichte des Materials. Dadurch kann bei Ein- und Mehrschichtfolien erheblich an Material eingespart werden. Gleichzeitig ist eine Thermofixierung des Polymers durch einen Weiterheizofen nach der Verstreckung möglich.

Von großem Vorteil ist, dass durch eine neue simultane Recktechnologie – LISIM[®] (Linear Motor Simultaneous Stretching Technologie) – der Firma Brücker Maschinenbau GmbH das biaxiale Verstrecken inline in den Extrusionsprozess eingebaut werden kann.

2.7.1 Biaxialer Streckrahmen

Dieser biaxiale Laborstreckrahmen vom Typ Karo IV der Firma Brücker Maschinenbau GmbH wurde speziell für das Verstrecken von Polymeren bei höheren Temperaturen entwickelt. Diese Apparatur besteht im Wesentlichen aus einer Verstreckeinheit, einem Weiterheizofen und dem Verstreckofen (Abbildung 12).

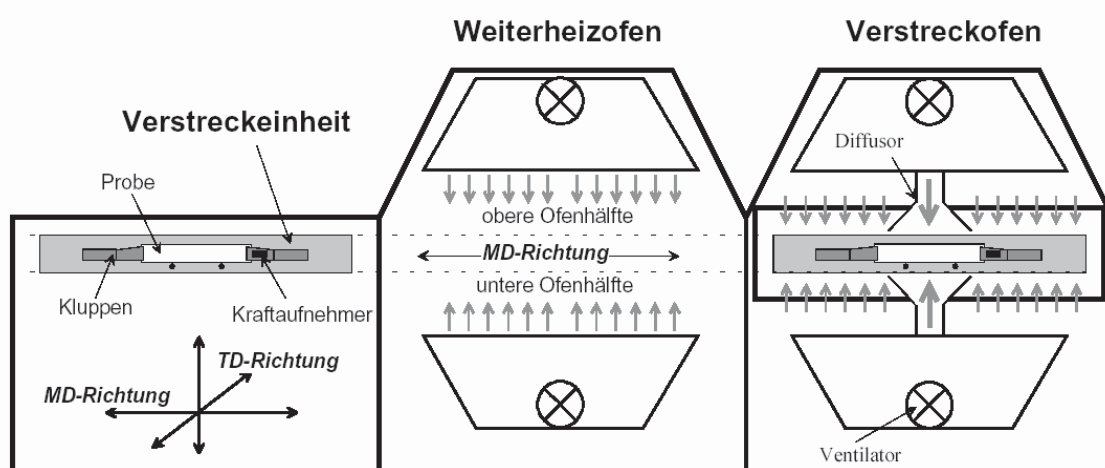


Abbildung 12: Schematische Darstellung des biaxialen Laborstreckrahmens KARO IV [17]

Das Einlegen der Folienprobe in die Verstreckereinheit erfolgt außerhalb der Öfen. Dabei wird eine quadratische Kunststoffprobe (85mm x 85mm) horizontal in die Versteckmechanik eingelegt und mit den so genannten Kluppen fest gespannt (Abbildung 13). Bei diesen pneumatischen Spannbacken wird der Druck nicht mittels Druckluft, sondern mittels Stickstoff aufgebracht.



Abbildung 13: Einlegen der Folienprobe in den Verstreckrahmen [18]

Der Verstreckschlitten mit der eingespannten Probe fährt nun in den Verstreckofen, indem die Probe einem voreingestellten Aufheizprogramm ausgesetzt wird. Es muss darauf geachtet werden, dass die zu verstreckende Probe über die Glasübergangstemperatur aufgeheizt wird.

Nach der Aufheizzeit wird der Probekörper durch Auseinanderfahren der Kluppen biaxial verstreckt. Die Querbewegung von jeweils fünf gegenüberliegenden Kluppen wird durch ein auf Schienen gelagertes, auffahrendes Scherengitter realisiert. Dadurch wird die simultane Bewegung benachbarter wie auch gegenüberliegender Klemmen erreicht. Die Längsverstreckung wird in ähnlicher Weise umgesetzt. Die für die Verstreckung in Längsrichtung verantwortliche Mechanik bewegt sich auf Führungsschienen, die senkrecht zu denen für die Querverstreckung angeordnet sind. Die Haltekluppen in dieser Längsrichtung werden ebenfalls durch ein Scherengitter bewegt (Rattenberger S., [17]).

Nach Beendigung des Streckvorganges fährt der Schlitten wieder in die Ausgangsposition und die verstreckte Folie kann aus den Haltekluppen entnommen werden (Abbildung 14).

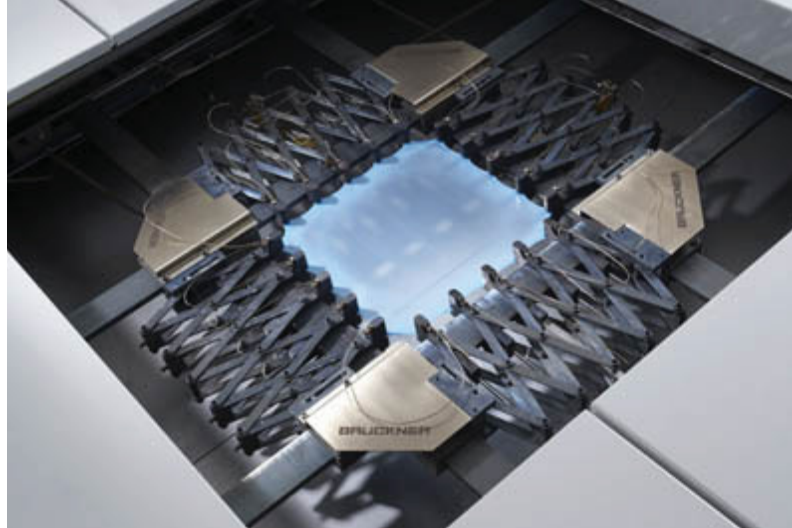


Abbildung 14: Folie nach dem Verstrecken [18]

Optional kann die Versteckeinheit mit der verstreckten Probe in den Weiterheizofen geführt und dort thermofixiert werden, d.h., die Folie wird eine gewisse Zeit einer bestimmten Temperatur ausgesetzt, um so definierte Folieneigenschaften zu erlangen.

3 Eingesetzte Untersuchungsmethoden

3.1 Messung der Foliendicke

Bei den unverstreckten Folien wurde auf einem Raster von 11 Messpunkten über eine Breite von 150mm und 5 Messpunkten über eine Länge von 60mm die Dicke mittels Mikrometerschraube gemessen. Dies ergab 55 Messpunkte pro Folie. Die 5 Längenmesspunkte wurden gemittelt und somit konnte die Dickenverteilung über die Breite der Folie in einem zweidimensionalen Diagramm aufgetragen werden.

Da für das Verstrecken der Folien nur ein Quadrat von 85mm x 85mm aus der ca. 160mm breiten Folienbahn entnommen wurde, konnte die Dickenverteilung der Folie nicht über die gesamte Breite dargestellt werden. Hier wurde an dem verstreckten Folienstück (120mm x 120mm) auf einem Raster von 7 Messpunkten über eine Breite von 90mm und 3 Messpunkten über eine Länge von 20mm mittels Mikrometerschraube die Dicke gemessen. Die mittlere Foliendicke wird nun anhand des Mittelwerts der 21 Messungen dargestellt.

3.2 Messung der Dichte

Aufgrund der schlechten Verteilung der Füllstoffe über die Breite der Folie wurden aus den Folienbahnen über die Breite je fünf Quadrate mit den Abmessungen von 20mm x 20mm mittels Teppichmesser herausgeschnitten. Dies garantiert eine durchschnittliche Dichte der gesamten Folie. Bei jedem Quadrat wurde an den vier Eckpunkten und in der Mitte die Dicke mittels Mikrometerschraube gemessen. Nach dem Wiegen der Quadrate mittels einer Laborwaage konnte nun aus der Masse und dem gemittelten Volumen die Dichte berechnet werden.

3.3 IR – Spektroskopie

Die IR-Spektroskopie untersucht die Wechselwirkung zwischen der elektromagnetischen Strahlung und dem Molekül im infraroten Wellenlängenbereich. Eine vorbereitete, geeignete Probe wird durchstrahlt und ein Spektrum aufgenommen. Die IR-Strahlung ändert Schwingungs- und Rotationsenergien von

Molekülen bzw. Molekülteilen. Im Gegensatz zur Strahlung im sichtbaren und ultravioletten Bereich, wo die Wechselwirkung mit den Elektronen der äußersten Orbitale stattfindet, ist bei der IR-Strahlung die Wechselwirkung mit der elektrischen Komponente des elektromagnetischen Wechselfelds von Bedeutung. Diese Wechselwirkung tritt nur auf, wenn im Molekül bewegte elektrische Ladung zur Verfügung steht, d.h., wenn das Molekül entweder ein veränderbares oder ein induzierbares Dipolmoment aufweist. Dies nennt man IR-Aktivität. Moleküle können allerdings auch symmetrisch zum Symmetriezentrum schwingen. Dadurch entsteht keine Änderung des Dipolmoments (IR-Inaktivität) und diese Schwingung ist im IR-Spektrum nicht sichtbar.

Dipolare Moleküle oder Molekülgruppen sind dadurch gekennzeichnet, dass die positive und die negative Ladung nicht gleichmäßig verteilt ist. Elektromagnetische Strahlung entsprechender Frequenz kann nur dann von einem Molekül absorbiert werden, wenn mit der anzuregenden Schwingung der betreffenden Atomgruppe eine Dipolmomentänderung verbunden ist. Dann ist die Erfassung durch IR-Spektroskopie möglich (Mattausch H. I., [19]).

Bei den Folienproben wurden sowohl Vorderseite als auch Rückseite gemessen.

Alle ATR-Spektren wurden mittels der Messsoftware einer Glättung (Smooth) und einer Korrektur der Basislinie (Baseline-Correction) unterzogen, damit ein besserer Spektrenvergleich möglich wurde. Die Glättung reduziert das Untergrundrauschen so weit wie möglich. Die Interpretation der verschiedenen Peaks wurde unter Zuhilfenahme von Fachliteratur ausgearbeitet.

Die Prüfparameter dieser Untersuchung sind in der nachfolgenden Tabelle angeführt.

Tabelle 3: Prüfparameter der IR-spektroskopischen Untersuchung

Modus	Wellenzahlbereich [cm^{-1}]	Auflösung [cm^{-1}]	gemessene Proben	Anpresskraft [N]
ATR	650 – 4000	4	2	100

3.4 Differenzial Scanning Caloremetrie (DSC)

Das Differential Scanning Calorimeter (DSC) ist eine computergestützte Analyseeinheit für die Ermittlung von Phasenumwandlungen und/oder Reaktionen in Abhängigkeit von der Temperatur. Darüber hinaus ermöglicht diese Anlage die Ermittlung einer Vielfalt grundlegender Werkstoffparameter wie spezifischer Wärme, Schmelztemperaturen, Übergangsenthalpien, Phasendiagramme, Kristallisationstemperaturen, Kristallinitätsgrad, Glasübergangstemperaturen, Zersetzungseffekte und Reinheit.

Durch die Methode der Dynamischen-Differenz-Kalorimetrie wird die Differenz des Wärmestroms zur oder von der Probe und einer Referenzsubstanz als Funktion der Temperatur gemessen, während die Probe und das Referenzmaterial einem geregelten Temperatur-Programm unterworfen werden. Dazu werden in einem kleinen zylindrischen Ofen zwei Tiegel untergebracht und nach einem vom Prüfer vorgegebenen Temperatur-Zeit-Regime aufgeheizt, wobei sich in einem Tiegel eine inerte Referenzprobe, zumeist Al_2O_3 , und im zweiten Tiegel die zu untersuchende Probe befindet.

Als Ergebnis wird ein für die Probe charakteristischer Kurvenverlauf ermittelt, der Informationen über Solidus- und Liquidustemperatur enthält. Die Programmierung von Aufheiz- und Abkühlrampe und die Anwendung unter inerter Schützgasatmosphäre zur Vermeidung störender chemischer Reaktionen ermöglichen eine hohe Messgenauigkeit und gewährleisten die Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit der Messungen (RWTH Aachen, [20]).

Tabelle 4 und Tabelle 5 zeigen die Versuchsparameter der DSC-Messungen beider Grundpolymere.

Die Anfangs- und Endtemperaturen wurden jeweils eine Minute gehalten.

Tabelle 4: Prozessparameter der DSC für Biomer L9000

	Anfangs- temperatur [°C]	Heizrate [K/min]	Kühlrate [K/min]	Endtemperatur [°C]
1. Aufheizen	-50	10	---	220
1. Abkühlen	220	---	10	25
2. Aufheizen	25	10	---	400
2. Abkühlen	400	---	10	25

Tabelle 5: Prozessparameter der DSC für Bio-Flex 482CF

	Anfangs- temperatur [°C]	Heizrate [K/min]	Kühlrate [K/min]	Endtemperatur [°C]
1. Aufheizen	-50	10	---	200
1. Abkühlen	220	---	10	25
2. Aufheizen	25	10	---	400
2. Abkühlen	400	---	10	25

3.5 Dynamisch Mechanische Analyse (DMA)

Bei der Dynamisch Mechanischen Analyse wird eine Probe mechanisch deformiert und das Antwortsignal der Probe erfasst. Die Deformation erfolgt sinusförmig unter vorgegebener Kraft oder Deformation. Das Messsignal wird als Funktion der Temperatur, der Zeit oder der Frequenz aufgezeichnet. Zur Auswertung wird meist der Speicher- und der Verlustmodul sowie die Dämpfung ($\tan\delta$) als Funktion der Temperatur betrachtet (Beledzki A. K., [21]).

Tabelle 6 zeigt die Prozessparameter für die Dynamisch Mechanische Analyse.

Tabelle 6: Prüfparameter für die Dynamisch Mechanische Analyse

Temperaturbereich [°C]	Heizrate [K/min]	Frequenz [Hz]	Kühlmittel
-50 bis 200	3	1	Stickstoff

3.6 Auflichtmikroskopie

Schon mit einem einfachen Auflichtmikroskop kann man nicht nur Kleinteile und Oberflächenstrukturen beobachten, sondern unter Zuhilfenahme von Objektmikrometer und Messschraubenokular auch ausmessen. Für bestimmte Messaufgaben werden darüber hinaus besondere Auflichtmikroskope, wie z.B. Lichtschnittmikroskope, Messmikroskope u. a. eingesetzt. Primär erfassen diese Messungen Längen, darauf aufbauend lassen sich aber Flächen, Winkel und andere Kenngrößen der Messobjekte bestimmen. Auflichtmikroskope sind im Allgemeinen mit Hell- und Dunkelfeldeinrichtungen ausgestattet. So ist fast immer die Ausleuchtung eines Objekts mit gutem visuellem Kontrast möglich (FH Leipzig, [22]).

Die Auflichtmikroskopie wurde mit einer 40-fachen Vergrößerung durchgeführt. Bei jedem Folientyp wurden an drei Messstellen, links, in der Mitte und rechts aus Sicht der Abzugsrichtung, mikroskopische Aufnahmen gemacht.

3.7 Konfokalmikroskopie

Ein Konfokalmikroskop ist eine Variante des Lichtmikroskopes, hauptsächlich des Fluoreszenzmikroskops, mit dem virtuelle optische Schnitte durch ein Objekt erzeugt werden können. Diese Schnittbilder können anschließend durch geeignete Software zu einer räumlichen Darstellung zusammengesetzt werden.

In einem normalen Lichtmikroskop ist das Bild eine Überlagerung aus einer scharfen Abbildung der Punkte in der Fokalebene und einer unscharfen Abbildung der Punkte

außerhalb dieser. In einem Konfokalmikroskop wird das Anregungslicht in die Probe hineinfokussiert, Licht aus diesem Fokus wird nun in der Regel durch das gleiche Objektiv auf eine Lochblende abgebildet und gelangt von dort auf einen Detektor (meist ein Photomultiplier oder eine Lawinenfotodiode (englisch Avalanche photodiode, APD)). Anregungs- und Detektionsfokus liegen konfokal, also übereinander.

Optische Information, die nicht aus der Fokalebene kommt, wird somit zweifach unterdrückt: Erstens wird sie nicht "abgefragt", da die Beleuchtungsintensität außerhalb des Fokus zu schwach ist, und zweitens wird Licht von außerhalb der Fokalebene nicht auf die Lochblende fokussiert, sondern erscheint dort als Scheibchen, sodass es fast komplett geblockt wird. Dies ist in der Abbildung für einen Punkt hinter der Fokalebene dargestellt (gestrichelte Linie). Da man lediglich Licht aus einem Punkt der Probe erhält, ist es notwendig, die Probe abzurastern und das Bild am Computer zusammensetzen (WIKIPEDIA, [23]).

Bei den Folien dieser Arbeit wurde ein Flächenbereich von 1mm x 1mm mit 200 x 200 pt mikroskopiert. Es wurden jeweils am linken Rand, in der Mitte und am rechten Rand – bezogen auf die Abzugsrichtung – der Folienbahn lichtmikroskopische Messungen durchgeführt.

3.8 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Für die Analyse der Oberflächentopographien wird das Rasterelektronenmikroskop (REM) verwendet. Es ist säulenförmig aufgebaut und wird für die Mikroskopierung evakuiert. Im oberen Teil der Säule treten aus einer Kathode kontinuierlich Elektronen (Primärelektronen) aus, die mittels einer Anode beschleunigt werden. Über ein zweifaches Linsen/Blendensystem werden die Elektronen zu einem Elektronenstrahl gebündelt. Ablenkspulen führen den Strahl über die Oberfläche der Probe. Synchron wird der Elektronenschreibstrahl einer Bildröhre über den Bildschirm geführt. So werden Probe und Bildschirm synchron „abgerastert“. Die auftreffenden Elektronen werden zum Teil am Probenmaterial gestreut (Rückstreuielektronen RE) und zum Teil absorbiert. Die absorbierten Elektronen stoßen plastisch mit Elektronen aus dem Atomverband zusammen und verlieren dabei ihre gesamte kinetische Energie. Dadurch wird zum einen das zugehörige

Atom in einen höher angeregten Zustand versetzt und zum anderen das gestoßene Elektron aus dem Kristallverband emittiert. Diese Elektronen werden Sekundärelektronen (SE) genannt. Für die Bilderzeugung kann über Detektoren der Strom der RE- oder SE-Elektronen gemessen werden. Dieser Strom wird für die Steuerung der Helligkeit der Bildschirmpunkte verwendet. Derart entsteht auf dem Bildschirm eine Abbildung der Proben topographie (RWTH Aachen, [20]).

Es wurden 20-fache, 50-fache, 200-fache und 500-fache Vergrößerungen der Folien angefertigt und jeweils am linken Rand, in der Mitte und am rechten Rand – bezogen auf die Abzugsrichtung – der Folienbahn konfokalmikroskopische Messungen durchgeführt.

3.9 Zugversuch

Der Zugversuch ist der wichtigste Versuch der mechanischen Werkstoffprüfung. Er dient zur Ermittlung des Werkstoffverhaltens bei einachsiger, gleichmäßig über den Querschnitt verteilter Zugbeanspruchung. Damit lassen sich Werkstoffkenngrößen bestimmen, die die Grundlage für die Dimensionierung statisch beanspruchter Bauteile bilden. Dazu wird eine Zugprobe gleichmäßig und stoßfrei bis zum Bruch gereckt.

Die Kennwerte werden an Proben mit kreisförmigem, quadratischem oder rechteckigem Querschnitt ermittelt. Um die Bruchdehnungswerte vergleichen zu können, müssen bestimmte Messlängenverhältnisse eingehalten werden.

Aus den im Versuch erfassten Kraft- und Dehnungswerten erhält man das Kraft-Dehnungs-Diagramm. Dieses zeigt jedoch nur das Verhalten einer bestimmten Probe bei Belastung, ergibt aber keinen Kennwert für den Werkstoff. Um von den Probenabmessungen unabhängige Werkstoffkennwerte zu erhalten, bezieht man die gemessene Kraft auf den Probenquerschnitt und die Dehnung auf die Probenlänge und gelangt somit zum Spannungs-Dehnungs-Diagramm. Aus der Steigung des anfangs linearen Bereichs der Kurve kann man nun den Elastizitätsmodul des Werkstoffs berechnen (Kunz M., [24]).

Bei den unverstreckten Folien wurden 9 Prüfungen pro Folientyp durchgeführt. Da nur 10 Proben pro Folientyp verstreckt wurden, konnten bei den verstreckten Folien

nur 6 Zugprüfungen pro Folienprobe durchgeführt werden. Die unverstreckten Folien wurden in Abzugsrichtung (MD) geprüft, die verstreckten in (MD) und quer (CD) zur Verarbeitungsrichtung.

Um die Spannungs-Dehnungs-Diagramme in Kapitel 5.9 anschaulich darstellen zu können, wurden alle neun oder sechs Spannungs-Dehnungs-Kurven pro Folientyp zu einer Kurve gemittelt.

Die Prüfkörperabmessungen und Prüfparameter sind den Tabelle 7 und Tabelle 8 dargestellt.

Tabelle 7: Abmessungen der Zugprüfkörper

Breite des Prüfkörpers [mm]	Länge des Prüfkörpers [mm]	Dicke des Prüfkörpers [μm]
15	40	Bei jeder Probe an 3 Stellen über die Breite gemessen

Tabelle 8: Prüfparameter für die Zugprüfung

Geschwindigkeit [mm/min]	Messpunkte pro Sekunde (unverstreckt)	Messpunkte pro Sekunde (verstreckt)	Temperatur [$^{\circ}\text{C}$]
50	10	50	23

Die Bestimmung des Elastizitätsmoduls nach DIN 53457 war bei den hergestellten Folien dieser Arbeit nicht möglich, da diese Norm besagt, dass der Modul zwischen einer Dehnung von 0,05% und 0,5% ermittelt werden muss. Da die gefüllten Folien jedoch sehr spröde sind, sind in diesem Dehnungsbereich zu wenige Messpunkte gegeben, um einen linearen Bereich darzustellen. Bei den ungefüllten Folien kam es bei der Zugprüfung in diesem Dehnungsbereich zu einem Fließen des Werkstoffs, wodurch es wiederum nicht möglich war, den E-Modul zu bestimmen.

Aus diesen Gründen wurde der E-Modul im Bereich einer Dehnung von 0,1% und 1% ermittelt. Hierzu wurden die Spannungs-Dehnungs-Kurven zu einer Kurve gemittelt und im Bereich der Dehnung von 0,1% und 1% durch die Messpunkte eine Ausgleichsgerade gelegt. Die Steigung dieser Geraden repräsentiert nun den Elastizitätsmodul der Folie (Abbildung 15).

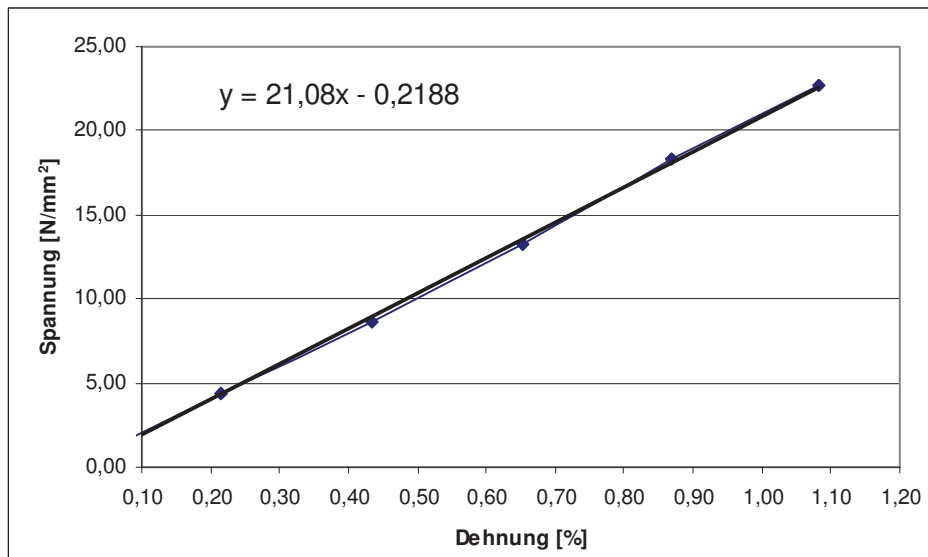


Abbildung 15: Linearer Teil der Spannungs-Dehnungs-Kurve zur Bestimmung des Elastizitätsmodul

4 Experimentelle Untersuchungen

4.1 Verwendete PLA – Typen

Für die in dieser Arbeit hergestellten Folien wurden in einer Bakkalaureatsarbeit am Institut für Kunststoffverarbeitung (Plank M., [1]) verschiedene Biopolymere charakterisiert. Aufgrund der für die Folien relevanten Eigenschaften und der kommerziellen Verfügbarkeit in Mitteleuropa wurden zwei Werkstoffe auf Basis von Milchsäure (PLA) ausgewählt. Als Basismaterialien werden Biomer L9000 (Biomer, Deutschland) und Bio-Flex 482CF (FKUR, Deutschland) verwendet.

Die Biomer Formulierungen Biomer® Lnnn (PLLA) basieren auf Poly-L-Lactat, das durch Polymerisation von natürlicher L-Milchsäure gewonnen wird. Chemisch ist PLLA ein alpha Hydroxyester. Solche Polyester hydrolysieren leicht. Die Hydrolyse (der Abbau) erfolgt schnell unter feuchten und warmen Bedingungen (Kompost!) (Biomer GmbH, [25]).

Bio-Flex Foliencompounds sind innovative PLA / Copolyester Blends. Die gute Verarbeitbarkeit dieser biologisch abbaubaren Blends ist auf die hervorragend eingestellte Kompatibilität der Polymerkomponenten PLA und Copolyester zurückzuführen. Bio-Flex 482CF basiert auf überwiegend nachwachsenden Rohstoffen. Folien aus Bio-Flex 482CF weisen eine ausgezeichnete Steifigkeit bei einer gleichzeitig hohen Dehnung aus (FKUR Kunststoff GmbH, [27]).

Ein Ausschnitt der Materialdaten der beiden Polymere ist in nachfolgender Tabelle 9 ersichtlich. Die Datenblätter der beiden Materialien können im Anhang eingesehen werden.

Tabelle 9: Materialdaten der verwendeten Biopolymere [25], [27]

	Biomer L9000	Bio-Flex 482CF
T_G [°C]	50 - 60	50 - 60
T_M [°C]	170	158
ρ [g/cm ³]	1,25	1,38
E-Modul [N/mm ²]	3600	2675

4.2 Kreidecompounds

Die Compounds der Polymermischungen werden von der Firma Omya AG in der Schweiz mittels eines Buss-Ko-Kneters MDK 46 hergestellt und mit einem Anteil von 70gw% Kreide geliefert. Sie werden durch Zugabe von reinem Polymer auf die in Tabelle 13 und Tabelle 14 angeführten Gewichtsprozent verdünnt.

Für die Herstellung der Masterbatches aus Biomer L9000 wird eine sehr grobkörnige, beschichtete bzw. unbeschichtete Kreidesorte verwendet. Die große Körnung der Kreide soll in der Deckfolie für eine Rauigkeit sorgen um so eine bessere Toneraufnahme beim Kopierprozess zu gewährleisten. Die beschichteten und unbeschichteten Typen wurden gewählt, um ein Optimum für die Verarbeitung zu finden. Es zeigte sich, dass das unbeschichtete Masterbatch schlechter zu verarbeiten ist als das beschichtete. Beim unbeschichteten Batch konnten Verdünnungen von 30, 40 und 50 Gewichtsprozent verarbeitet werden. Beim beschichteten Batch konnten zusätzlich zu den 30, 40 und 50 Gewichtsprozent auch noch Verdünnungen von 60 Gewichtsprozent extrudiert werden.

Da Bio-Flex 482CF geschäumt wird, muss eine feinkörnige Kreide eingesetzt werden, welche auf 15gw% und 50gw% Füllstoffanteil verdünnt wird. Diese feinen Körner dienen als Nukleierungspunkte für das Treibmittel und erhöhen die Steifigkeit der Folie. Aufgabe der geschäumten Kernschicht ist es vor allem, die Dichte zu reduzieren und Material einzusparen.

Tabelle 10 zeigt die verwendeten Masterbatches.

Tabelle 10: Verwendete Masterbatches

Biopolymer	Masterbatch (70gw% Füllstoffanteil)	
	Biomer L9000	OFM 230 AV 5 µm beschichtet
Bio-Flex 482CF	OFM 707 AV 1,6 µm	---

Tabelle 11 zeigt die Prozessparameter für das Compoundieren der Masterbatches bei der Firma Omya.

Tabelle 11: Prozessparameter für das Compoundieren der Masterbatches

Geometrie	Schneckendurchmesser	46 mm
	Schneckenlänge [L/D]	11
	Austragsschneckendurchmesser	70 mm
	Austragsschneckenlänge [L/D]	6
Temperaturen	Knetergehäuse	160 °C
	Kneterwelle	120 °C
	Austragswelle	170 °C
	Düse	180 °C
Drehzahlen	Kneter	160 upm
	Austragsschnecke	45 upm
	Austrag	15 kg/h

4.3 Verwendetes Treibmittel

Ein Treibmittel auf PLA – Basis kann nicht verwendet werden, da ein solches nicht kommerziell verfügbar ist. Zum Schäumen von Bio-Flex 482CF wurde daher TRACEL PP3215, ein Treibmittel auf Basis von Polypropylen, der Firma Tramaco GmbH (Pinneberg, D) verwendet.

Die Materialdaten dieses Schäummittels finden Sie in der nachfolgenden Tabelle.

Tabelle 12: Materialdaten des verwendeten Treibmittels TRACEL PP3215 [29]

Lieferform	Wirkstoffgehalt [%]	empfohlene Dosierung [%]	Zersetzungstemperatur/-bereich	Besonderheiten
Weißes Granulat	30	1,5 – 2,5	135 - 220	endotherm; feinste Schaumstruktur; gute Verträglichkeit mit PP

4.4 Hergestellte Polymermischungen

Mittels der Basismaterialien, den Kreidecompounds und des Treibmittels wurden die in Tabelle 13 und Tabelle 14 angeführten Polymermischungen hergestellt und an der Castfolienanlage des Instituts für Kunststoffverarbeitung extrudiert.

Tabelle 13: Hergestellte Polymermischungen für die unverstreckten Folien

Basismaterial	Füllstoff [gw%]	Treibmittel [gw%]	100µm
Biomer L9000	-	-	+
Biomer L9000	30 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	40 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	50 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	60 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	30 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Biomer L9000	40 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Biomer L9000	50 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Bio-Flex 482CF	-	-	+
Bio-Flex 482CF	-	1 (TRACEL PP3215)	+
Bio-Flex 482CF	-	1,5 (TRACEL PP3215)	+
Bio-Flex 482CF	-	2 (TRACEL PP3215)	+
Bio-Flex 482CF	15 (OFM 707-AV)	-	+
Bio-Flex 482CF	15 (OFM 707-AV)	1 (TRACEL PP3215)	+
Bio-Flex 482CF	50 (OFM 707-AV)	-	+

Tabelle 14: Hergestellte Polymermischungen für die verstreckten Folien

Basismaterial	Füllstoff [gw%]	Treibmittel [TM%]	300µm
Biomer L9000	-	-	+
Biomer L9000	30 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	40 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	50 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	60 (OFM 230-AV beschichtet)	-	+
Biomer L9000	30 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Biomer L9000	40 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Biomer L9000	50 (OFM 230-AV unbeschichtet)	-	+
Bio-Flex 482CF	-	-	+
Bio-Flex 482CF	-	1 (TRACEL PP3215)	+
Bio-Flex 482CF	15 (OFM 707-AV)	-	+
Bio-Flex 482CF	15 (OFM 707-AV)	1 (TRACEL PP3215)	+

4.5 Extrudieren der Folie

Alle Folien wurden mit der Flachfolien-Coextrusions-Anlage der Firma Collin AG extrudiert. Da zu diesem Zeitpunkt noch nicht die gesamte Anlage geliefert war, konnten die Folien dieser Arbeit nur mit einem TEACH-LINE Extruder vom Typ E20 T-H SCD15 hergestellt werden. Dieser Extruder verfügt über eine Dreizonenschnecke ohne Scher- und Mischteil. Weiters war kein Schmelzefilter vorhanden. Der Anguss der Flachfolien an die Chill Roll erfolgte horizontal und die fertigen Folienbahnen wurden mittels Umfangswicklung auf Kartonhülsen aufgewickelt.

Der Randbeschnitt war nur bei einigen 100µm starken Folien möglich. Bei den zu verstreckenden Folienbahnen (300µm stark) war ein Randbeschnitt nicht möglich.

In Tabelle 15 sind alle Einstellung des Extruders und der Chill Roll, welche für die Herstellung aller Folienbahnen gewählt wurden, angeführt.

Tabelle 15: Extrusionseinstellungen für die Herstellung der Folien

Nr.	Material	Füllstoff	Folienstärke [µm]	Extrudertemperaturen [°C]				Düsentemperaturen [°C]			Massetemp. [°C]	Chill Roll [°C]	Druck [bar]	Drehzahlen [U/min]	
				Zone 1	Zone 2	Zone 3	Zone 4	Zone 5	Zone 6	Zone 7				Extruder	Chill Roll
Verstreckte Folien															
1	Biomer 9000		100	90	210	210	210	200	200	200	195	40	50	50	2,0
2	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (30gw%) unbeschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	197	40	75	50	2,5
3	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (40gw%) unbeschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	198	40	76	50	2,5
4	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (50gw%) unbeschichtet	100	90	210	220	210	200	200	200	197	40	74	50	3,0
5	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (30gw%) beschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	197	40	77	50	2,0
6	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (40gw%) beschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	195	40	79	50	2,3
7	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (50gw%) beschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	196	40	88	50	2,7
8	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (60gw%) beschichtet	100	70	180	220	210	200	200	200	196	40	94	50	2,8
9	FKUR 482 CF		100	90	175	185	195	205	205	205	183	40	70	50	1,7
10	FKUR 482 CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	100	60	140	20	220	220	220	220	208	40	94	70	2,6
11	FKUR 482 CF	TRACEL PP3215 (1,5gw%)	100	60	140	20	220	220	220	220	208	40	83	60	2,9
12	FKUR 482 CF	TRACEL PP3215 (2gw%)	100	60	140	20	220	220	220	220	208	40	92	60	3,2
13	FKUR 482 CF	Omyafilm 707-AV (15gw%)	100	80	175	185	195	205	205	205	192	40	94	60	1,6
14	FKUR 482 CF	Omyafilm 707-AV (15gw%) TRACEL PP3215 (1gw%)	100	70	140	200	210	220	220	220	204	40	64	50	1,7
15	FKUR 482 CF	Omyafilm 707-AV (50gw%)	100	90	175	185	195	205	205	205	191	40	116	50	2,0
Unverstreckte Folien															
1	Biomer 9000		300	70	190	210	220	200	200	200	201	40	29	80	0,9
2	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (30gw%) unbeschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	202	40	18	80	0,9
3	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (40gw%) unbeschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	203	40	20	80	1,0
4	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (50gw%) unbeschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	203	40	20	80	1,1
5	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (30gw%) beschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	202	40	21	80	1,0
6	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (40gw%) beschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	203	40	21	80	1,0
7	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (50gw%) beschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	202	40	23	80	1,1
8	Biomer 9000	Omyafilm 230-AV (60gw%) beschichtet	300	80	210	210	220	200	200	200	204	40	24	80	1,1
9	FKUR 482 CF		300	80	175	185	195	205	205	205	190	40	38	80	0,9
10	FKUR 482 CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	300	60	140	200	220	220	220	220	209	40	29	80	1,1
11	FKUR 482 CF	Omyafilm 707-AV (15gw%)	300	80	175	185	195	205	205	205	191	40	31	80	0,9
12	FKUR 482 CF	Omyafilm 707-AV (15gw%) TRACEL PP3215 (1gw%)	300	60	150	200	220	220	220	220	209	40	25	80	1,1

4.6 Verstrecken der Folie

Die Folien wurden auf der Laboratory Stretching Machine Karo IV bei der Firma Brückner Maschinenbau GmbH verstreckt. Für das Verstrecken aller Folien dieser Arbeit wurden die in Tabelle 16 angeführten Parameter verwendet.

Bei der Festlegung der Ofentemperatur wurde von der Glasübergangstemperatur der beiden Materialien Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF ausgegangen. Diese liegt bei beiden Materialien zwischen 50°C und 70°C. Um eine Durchwärmung der gesamten Folie zu gewährleisten, wurde eine Ofentemperatur von 85°C gewählt. Bei der Temperierzeit, Verstreckrate und Verstreckgeschwindigkeit wurden die Standardbedingungen eingehalten.

Tabelle 16: Prozessparameter für das Verstrecken der Folien

Dicke der Folie [μm]	Ofentemp. [°C]	Kluppentemp. [°C]	Temperierzeit [s]	Verstreckrate [%]	Verstreckgeschw. [%/s]
300	85	74	30	1,7 / 1,7	50

Um die biaxiale Verstreckung gut zu veranschaulichen, wurde auf eine Folie ein Raster aufgebracht und verstreckt. Bei der verstreckten Folie ist kaum eine Verzerrung des Rasters zu erkennen (Abbildung 16).

Die in Abbildung 16 erkennbaren Wellen in der Folie entstehen durch innere Spannungen in der Folie. Diese würden durch eine Behandlung im Weiterheizofen verringert werden, wodurch die Folie ihre ursprüngliche Glätte behält. Auf die Thermofixierung wurde aber verzichtet, da dies die Dauer jedes einzelnen Versuchs mehr als verdoppelt, aber keinen wesentlichen Einfluss auf die Eigenschaften hat.

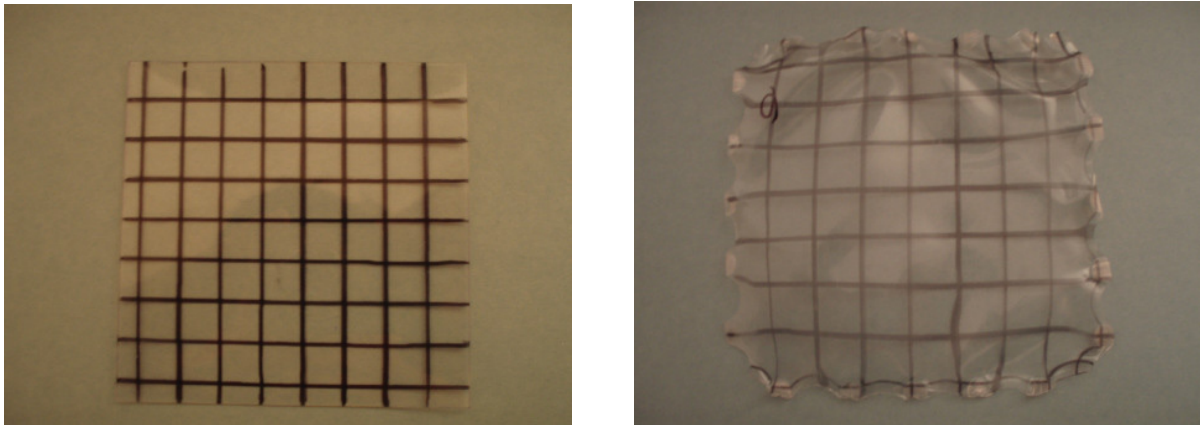


Abbildung 16: Folie vor sowie nach dem Verstreckvorgang

Abbildung 17 und Abbildung 18 zeigen die Spannungs-Dehnungs-Diagramme der biaxialen Verstreckung der Folien aus Biomer L9000 mit 30gw% OFM 230-AV beschichtet. Hier kann man sehr gut erkennen, dass in beide Richtungen um den Faktor 1,7 verstreckt wurde. Alle weiteren Spannungs-Dehnungs-Diagramme können im Anhang eingesehen werden.

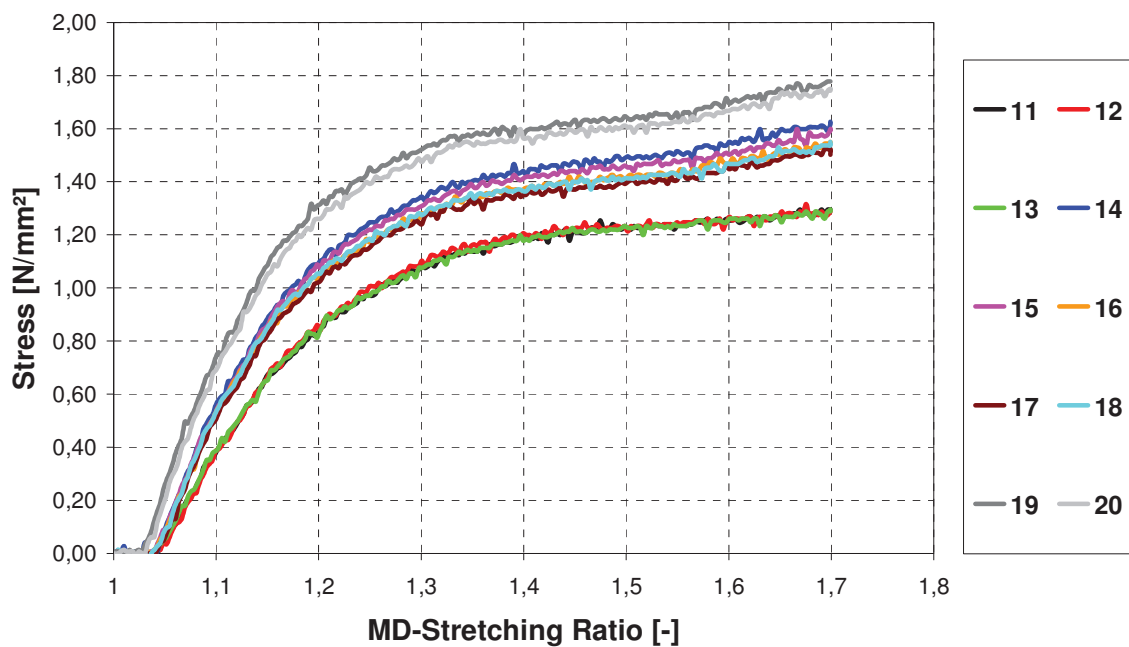


Abbildung 17: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Verstreckung in Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000 +30gw% 230-AV besch.)

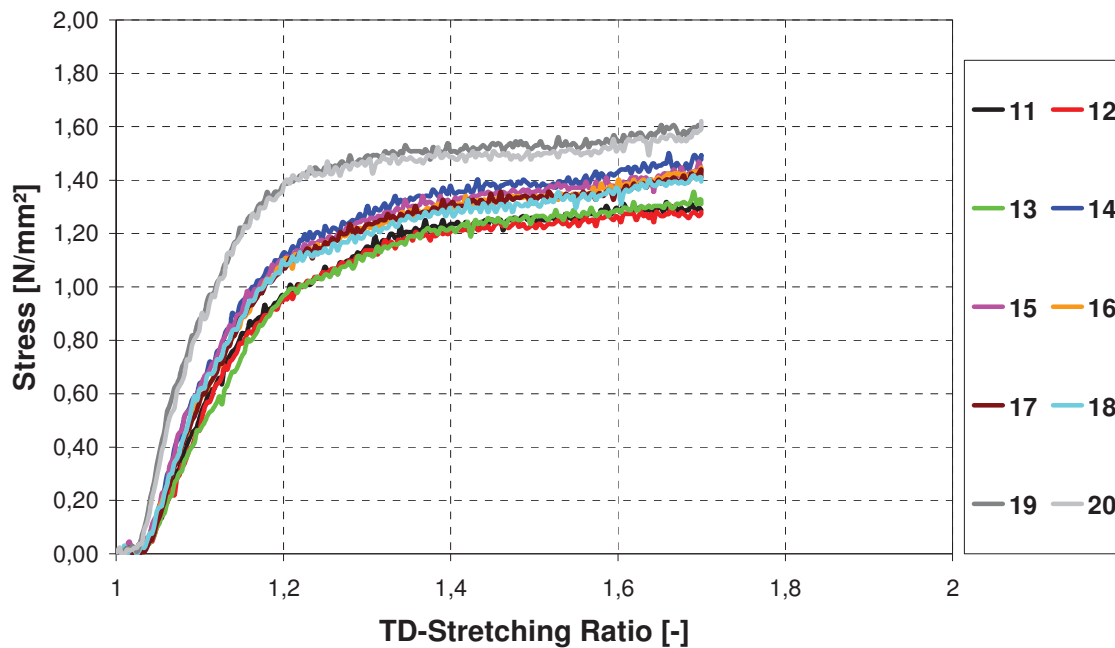


Abbildung 18: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Verstreckung quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000 +30gw% 230-AV besch.)

4.7 Verwendete Geräte

Für die Herstellung der Flachfolien:

- TEACH-LINE Extruder vom Typ E20 T-H SCD15 (Dr. COLLIN GmbH; Ebersberg, D)
- Breitschlitzdüse 250 mm verstellbar (Dr. COLLIN GmbH; Ebersberg, D)
- CHILL ROLL vom Typ 136-350 (Dr. COLLIN GmbH; Ebersberg, D)

Für das Verstrecken der Folien:

- Laboratory Stretching Machine Karo IV (Brückner Maschinenbau GmbH, Siegsdorf, D)

Für das Abwiegen der Folienproben:

- Waage Sartorius Fast Factory Spezial Version 4000 3245 (SATORIUS AG; Göttingen, D)

Für das Messen der Foliendicke:

- Digitale Bügelmessschraube vom Typ IP54 (Preisser Messtechnik GmbH, Gammertingen, D)

Für die IR – Spektroskopie:

- FTIR Spektrometer vom Typ Spectrum One mit der Universal-Einheit (Perkin Elmer Instruments GmbH; Überlingen, D)

Für die Differenzial Scanning Caloremetrie (DSC):

- Mettler Toledo DSC vom Typ 822^e (Mettler-Toledo GmbH; Giessen, D)

Für die Dynamisch Mechanische Analyse (DMA):

- Mettler Toledo DMA vom Typ 861^e (Mettler-Toledo GmbH; Giessen, D)

Für die lichtmikroskopischen Aufnahmen:

- Stereolichtmikroskop vom Typ OLYMPUS SZX12 (Olympus Austria GmbH; Wien, A)

Für die Konfokalmikroskopie:

- Konfokalmikroskop vom Typ MikroProf® MPR 1080 (Fries Research & Technologie GmbH; Bergisch Gladbach, D)

Für die Rasterelektronenmikroskopie (REM):

- Rasterelektronenmikroskop vom Typ DSM 962 mit Si(Li) Szintillator LAB6 (Carl Zeiss AG; Oberkochen, D)

Für den Zugversuch:

- Zugprüfmaschine INSTRON vom Typ 5405 mit Kraftmessdose 1 kN und Folienklipps (Instron Structural Testing Systems GmbH; Darmstadt, D)

5 Ergebnisse

5.1 Dickenverteilung über die Breite der Folien

Aufgrund der verwendeten Schnecke ohne Scher- und Mischteil in Kombination mit der geforderten Foliendicke traten große Dickenunterschiede der Folien in Verarbeitungsrichtung auf und die Füllstoffe konnten nicht homogen in der Folie verteilt werden.

Diese schwankende Foliendicke wirkt sich jedoch nicht negativ auf die Ergebnisse der durchgeführten Charakterisierungsmethoden aus.

Für die graphische Darstellung der Dickenverteilungen ist nur ein Auszug der Ergebnisse angegeben. Die restlichen Kurven sind im Anhang ersichtlich.

Tabelle 17: Durchschnittliche Dicken der unverstreckten Folien

Material	Füllstoff	Ø Folienstärke [µm]
Biomer L9000		77,80
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	109,00
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	96,78
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	97,76
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	105,05
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	102,65
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	100,82
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	98,05
Bio-Flex 482CF		92,24
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	97,02
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1,5gw%)	101,15
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (2gw%)	100,07
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	105,89
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%) TRACEL PP3215 (1gw%)	103,35
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (50gw%)	91,18

Wenn Abbildung 19 und Abbildung 20 betrachtet wird, ist zu sehen, dass sich die Dickenregulierung über die Breite der Folien durch Verstellen der Breitschlitzdüse sich als sehr schwierig gestaltet. Wenn man eine der acht Stellschrauben lockert

oder festzieht, verstellen sich die anderen sieben nach dem Hebelprinzip. Um eine optimale Dickenverteilung zu erreichen, ist sehr viel Erfahrung vonnöten. Problematisch ist auch, dass man für jede Materialmischung eine neue Feinjustierung der Düse durchführen muss.

Weiters ist auch sehr gut zu erkennen, dass auf Grund der geringeren Viskosität die Verarbeitung von den beiden reinen Materialien viel schwieriger ist, als jene der Compounds.

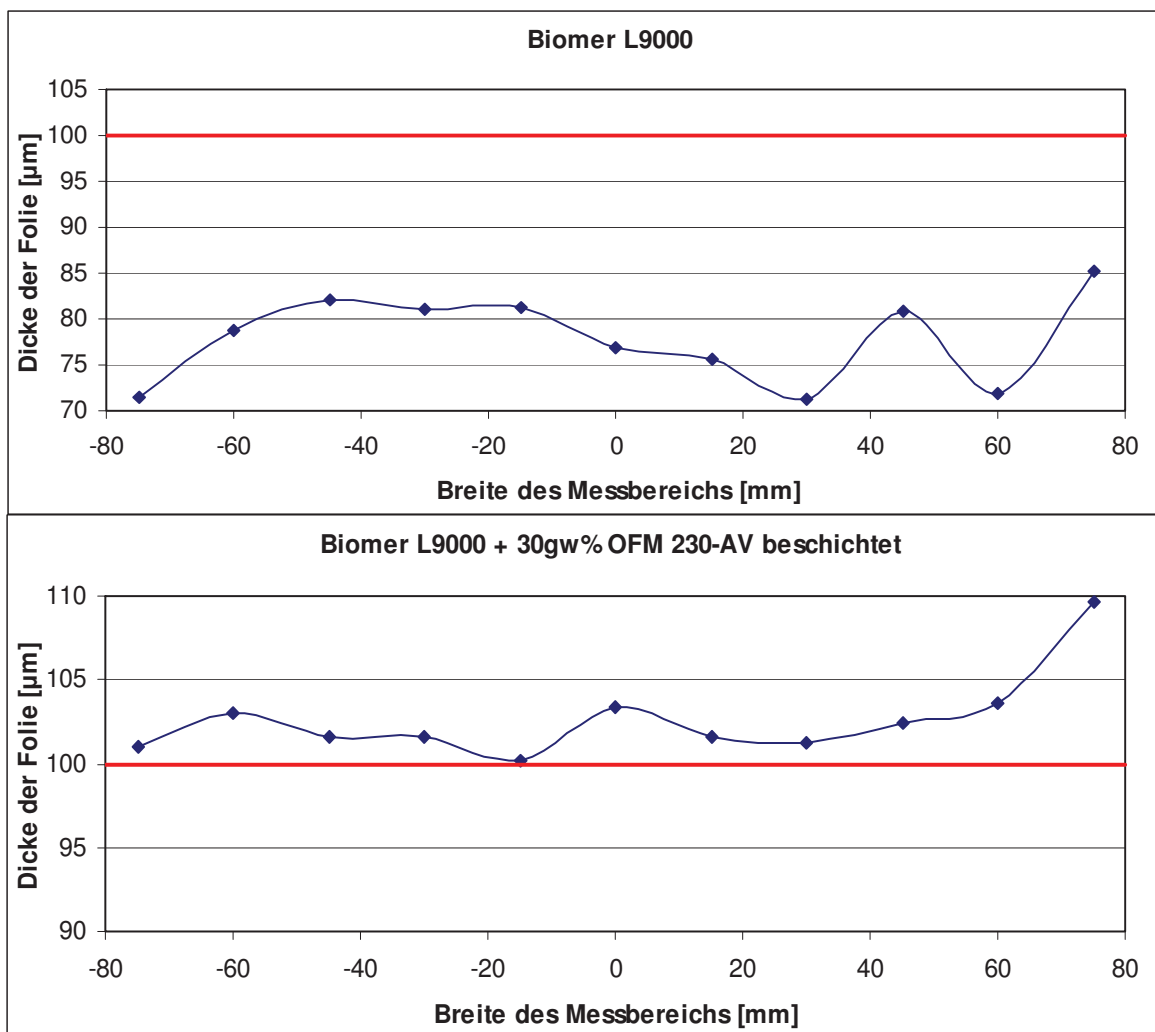


Abbildung 19: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Biomer L9000 und Biomer L9000 + 30gw% OFM 230-AV beschichtet

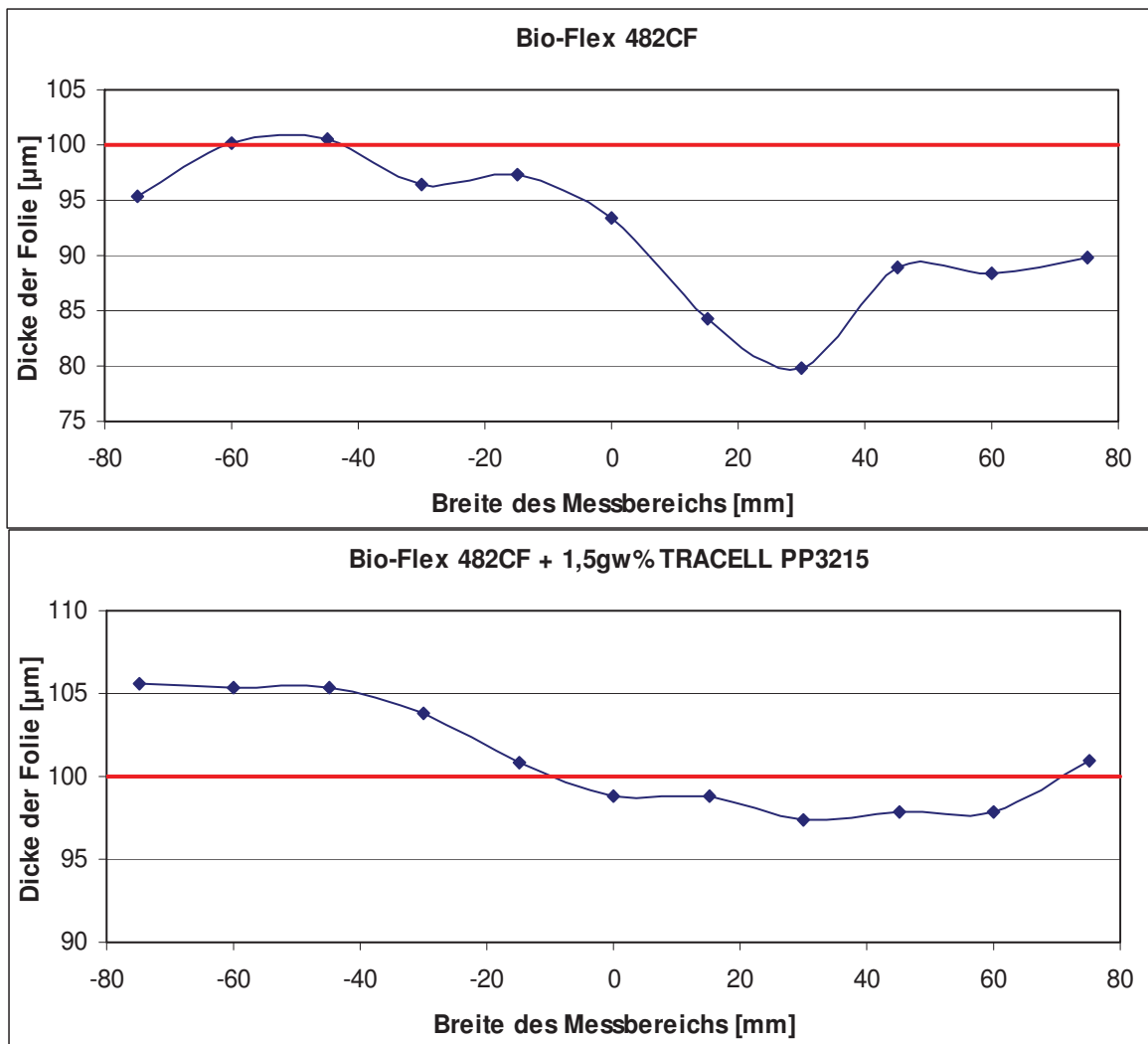


Abbildung 20: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF und Bio-Flex 482CF + 1,5gw% TRACEL PP3215

Da vor dem Verstrecken der Folien der genaue Verstreckungsgrad noch nicht bekannt war, wurden einheitlich 300µm starke Folien extrudiert. Der Streckgrad wurde direkt vor Ort bei Brückner empirisch an den Folien ermittelt. Der maximale Verstreckgrad von 1,7, bei dem die Probefolien nicht zerstört wurden, konnte für die gesamte Durchführung herangezogen werden. Dadurch war ein Verstrecken der Folien auf eine Dicke von 100µm nicht möglich. Die Foliendicke reduziert sich von 300µm entsprechend dem gewählten Verstreckgrad von 1,7.

In Tabelle 18 ist ersichtlich, dass die Foliendicken sehr stark schwanken. Dies ist darauf zurückzuführen, dass der verwendete Beistellextruder für die Herstellung von Folien mit einer Stärke von 300µm nicht unbedingt geeignet ist, da man an der

oberen Leistungsgrenze fährt und es dadurch zu sehr großen Dickenunterschieden in Verarbeitungsrichtung kommt.

Eine Darstellung der Dickenverteilung über die gesamte Breite der Folie wurde bei den verstreckten Folienmuster nicht durchgeführt, da für das Verstrecken nur eine kleine quadratische Probe (85mm x 85mm) aus den Folienbahnen entnommen wurde.

Tabelle 18: Durchschnittliche Dicken der verstreckten Folien

Material	Füllstoff	Ø Folienstärke [µm]
Biomer L9000		127,86
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	134,86
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	139,43
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	163,00
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	210,19
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	145,90
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	143,33
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	156,81
Bio-Flex 482CF		123,57
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	179,57
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	126,10
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%) TRACELL PP3215 (1gw%)	200,62

5.2 Dichte der Folien

Angestrebt wird, dass die Folien aus Bio-Flex 482CF, welche im späteren Verbund als Mittelschicht fungieren, eine wesentlich geringere Dichte als die Folien aus Biomer L9000 (Deckschicht) aufweisen. Der spätere Dreischichtverbund sollte eine Gesamtdichte von ca. $0,8 \text{ g/cm}^3$ aufweisen, welches der Dichte eines handelsüblichen Kopierpapiers entspricht. Da bei der Deckschicht aus hochgefülltem Biomer L9000 eine Dichte unter $1,2 \text{ g/cm}^3$ kaum realisierbar ist, muss die Schicht aus geschäumten Bio-Flex 482CF die Dichte des Verbundes senken.

Wenn die beiden nachfolgenden Tabellen (Tabelle 19 und Tabelle 20) betrachtet werden, kann die Dichte von Bio-Flex 482CF durch Schäumen deutlich unter 1 g/cm^3 gesenkt werden.

Tabelle 19: Dichtewerte der unverstreckten Folien

Material	Füllstoff	Dichte [g/cm ³]
Biomer L9000		1,22
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	1,22
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	1,18
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	1,13
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	1,17
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	1,18
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	1,12
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	1,03
Bio-Flex 482CF		1,24
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	1,09
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1,5gw%)	0,89
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (2gw%)	0,79
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	1,30
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%) TRACEL PP3215 (1gw%)	1,22
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (50gw%)	1,54

Tabelle 20: Dichtewerte der verstreckten Folien

Material	Füllstoff	Dichte [g/cm ³]
Biomer L9000		1,20
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	1,21
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	1,22
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	1,13
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	0,93
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	1,18
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	1,21
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	1,11
Bio-Flex 482CF		1,22
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	0,76
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	1,32
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%) TRACEL PP3215 (1gw%)	0,75

Durch das Einarbeiten von Kreidepartikel in Polymere wird in der Regel die Gesamtdichte gesteigert, da die Kreide eine höhere Dichte als das Grundpolymer aufweist. Betrachtet man die Abhängigkeit der Dichte vom Füllgrad an Kreidepartikeln bei den hergestellten Folien mit dem Grundpolymer Biomer L9000 in Abbildung 21 und Abbildung 22, so ist zu erkennen, dass die Dichte mit steigendem Füllgrad abnimmt. Dies lässt sich durch die Größe der verwendeten Kreidepartikel erklären. Mit steigendem Füllgrad kann die Polymermatrix diese großen

Kreidepartikel nicht mehr umhüllen und es kommt zu einem unerwünschten Aufreißen zwischen Polymermatrix und Kreide. Es entstehen kleine Löcher in der Folie. Bei Folien mit beschichteter Kreide tritt diese Lochbildung erst bei höheren Füllgraden auf.

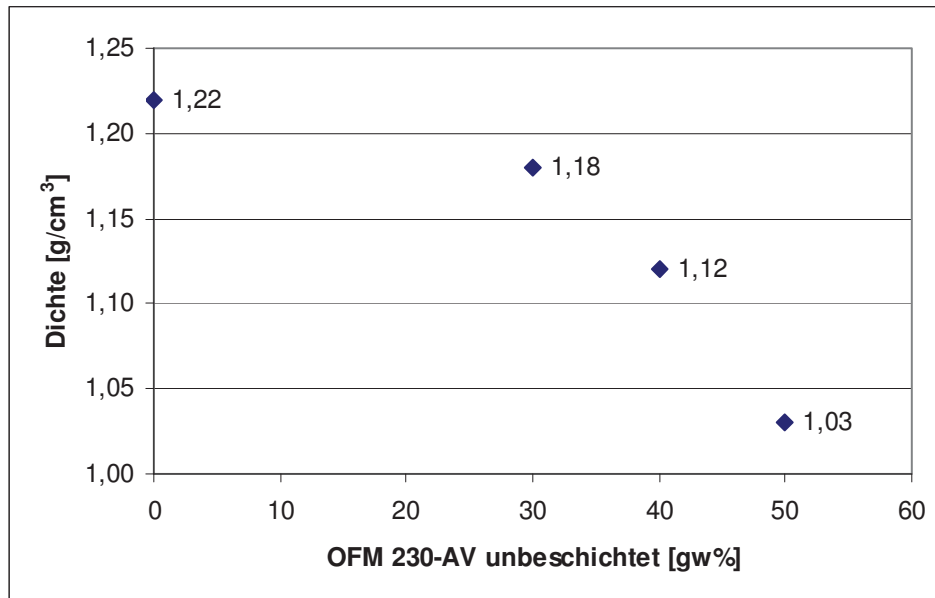


Abbildung 21: Dichte in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads bei unverstreckten Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit OFM 230-AV unbeschichtet.

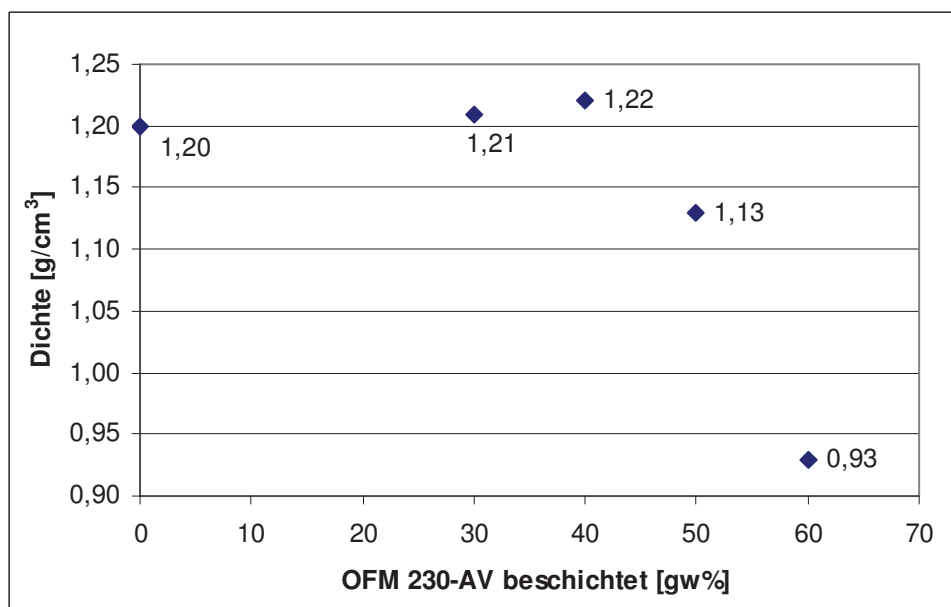


Abbildung 22: Dichte in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads bei verstreckten Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit OFM 230-AV beschichtet.

Abbildung 23 zeigt die Abhängigkeit der Dichte vom Treibmittelfüllgrad. Dieser Verlauf ist zu erwarten, da durch das Schäumen Bläschen in der Folie entstehen und somit die Dichte gesenkt wird. Ab einem Füllgrad von 1,5gw% sind diese Blasen durch die schlechte Verteilung des Schäummittels über die Breite der Folie (hohe Schaumkonzentration in der Mitte der Folie) aufgerissen und es kam zu einer Lochbildung. Dieser Effekt ist anhand der Auflichtmikroskopiebilder sehr gut zu erkennen, aber nicht wünschenswert. Idealerweise sollten, homogen über die gesamte Folie, feine, geschlossene Bläschen eingebracht werden.

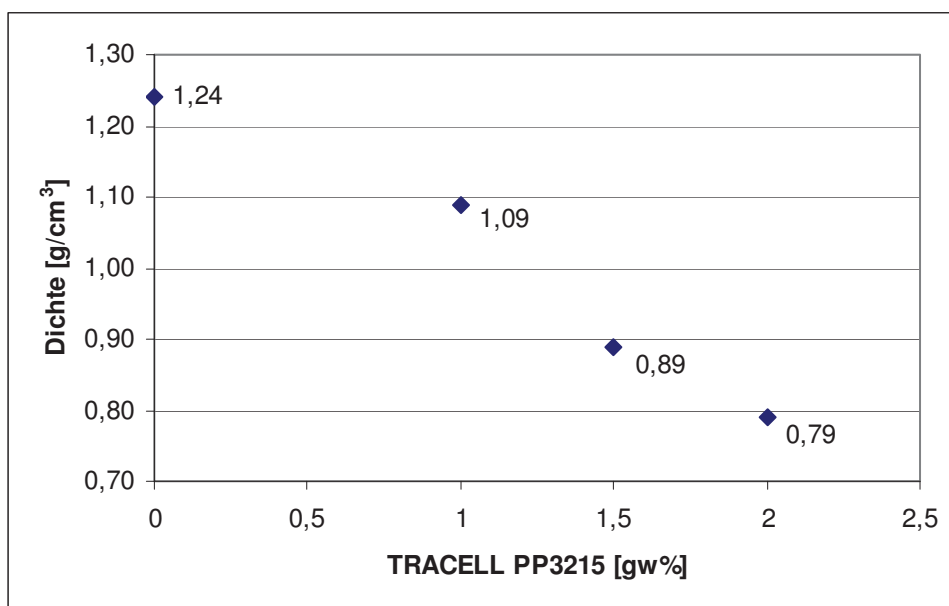


Abbildung 23: Dichte in Abhängigkeit des Treibmittelfüllgrads bei unverstreckten Folie Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP3215.

Das nachfolgende Diagramm (Abbildung 24) veranschaulicht sehr gut, dass der Verstreckvorgang beim reinen Polymer und bei Kreidecomounds keinen Einfluss auf die Dichte hat, obwohl Vakuolen erwartet wurden.

Durch Verstrecken geschäumter Polymeren wird die Dichte wesentlich gesenkt. Durch den Verstreckvorgang werden die Schaumblasen vergrößert und somit sinkt die Dichte der Folienprobe. Um diesen gewünschten Effekt zu erreichen, ist es sinnvoll, geschäumte Folien biaxial zu verstrecken.

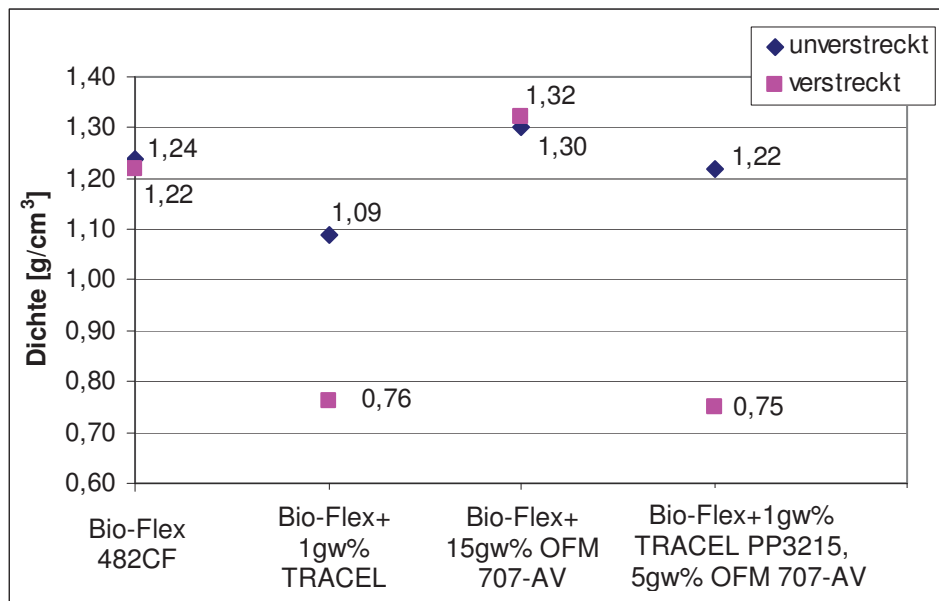


Abbildung 24: Dichte in Abhängigkeit des Treibmittel- und Kreidefüllgrads bei unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP3215 und OFM 707-AV

5.3 IR-Spektroskopie

IR-spektroskopische Untersuchungen wurden lediglich an den Folien aus Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF vorgenommen, wobei als Referenzspektrum jenes von PLA verwendet werden konnte. Anhand der Abbildung 25 und Abbildung 26 kann sehr gut erkannt werden, welche einzelnen Gruppen des PLA bei welcher Wellenlänge schwingen.

Betrachtet man das IR-Spektrum von Biomer L9000 (Abbildung 27) und vergleicht es mit dem Referenzspektrum von PLA, so ist zu erkennen, dass diese beiden Spektren nahezu identisch sind. Dies führt zum Schluss, dass es sich bei Biomer L9000 um reines PLA handelt und erklärt die Transparenz, die schwierige Verarbeitbarkeit im Extruder sowie das spröde Materialverhalten.

Bei der Betrachtung des IR-Spektrum von Bio-Flex 482CF (Abbildung 28) ist zu sehen, dass es bandenreicher aufgebaut ist. Dies ist ein Indiz dafür, dass es sich hierbei um eine PLA – Mischung handelt. Es könnte sich höchstwahrscheinlich um eine PLA-Stärke-Mischung handeln. Stärke wird dem PLA häufig beigemischt, um die Verarbeitbarkeit zu verbessern. Da es sehr viele verschiedene Stärkearten gibt und vom Anbieter dieses Produkts keine Angaben über die Art und Menge des

Zusatzstoffes gemacht werden, kann anhand dieses Spektrums nicht herausgefunden werden, um welche Zusatzstoffe es sich bei der PLA – Mischung handelt.

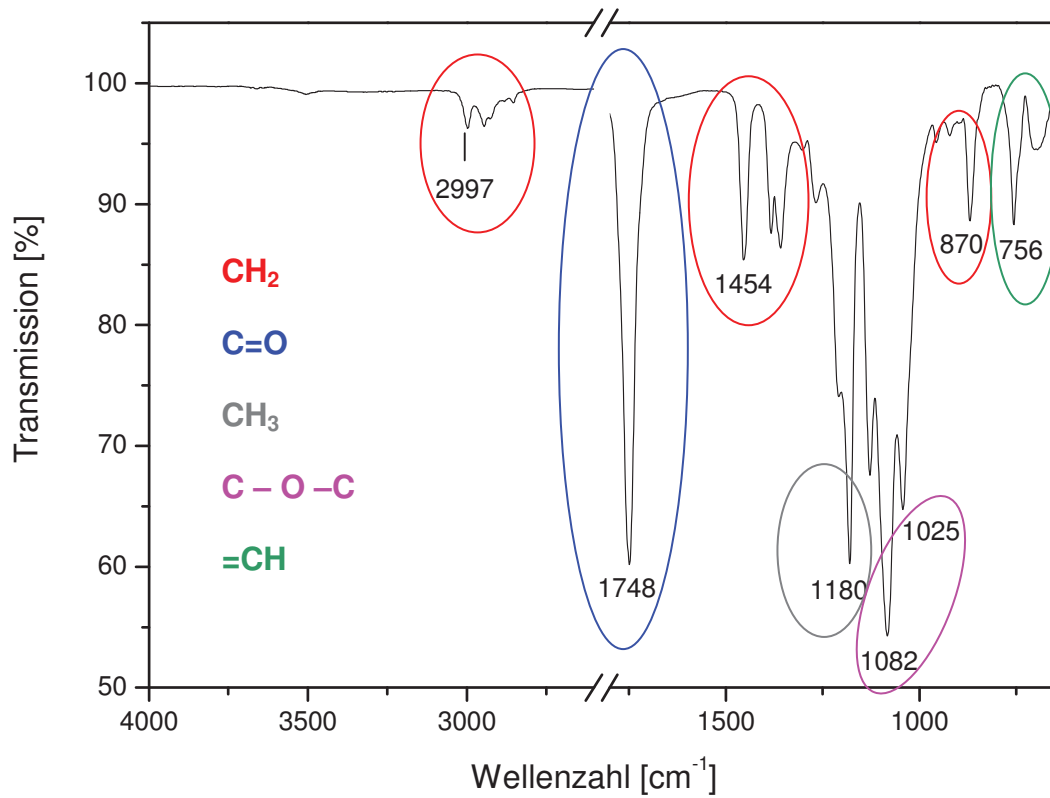


Abbildung 25: Infrarot-Spektrum von PLA [19]

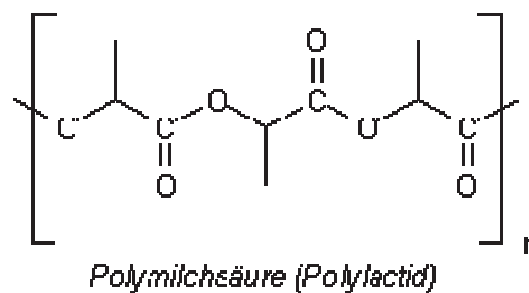


Abbildung 26: Strukturformel von PLA [19]

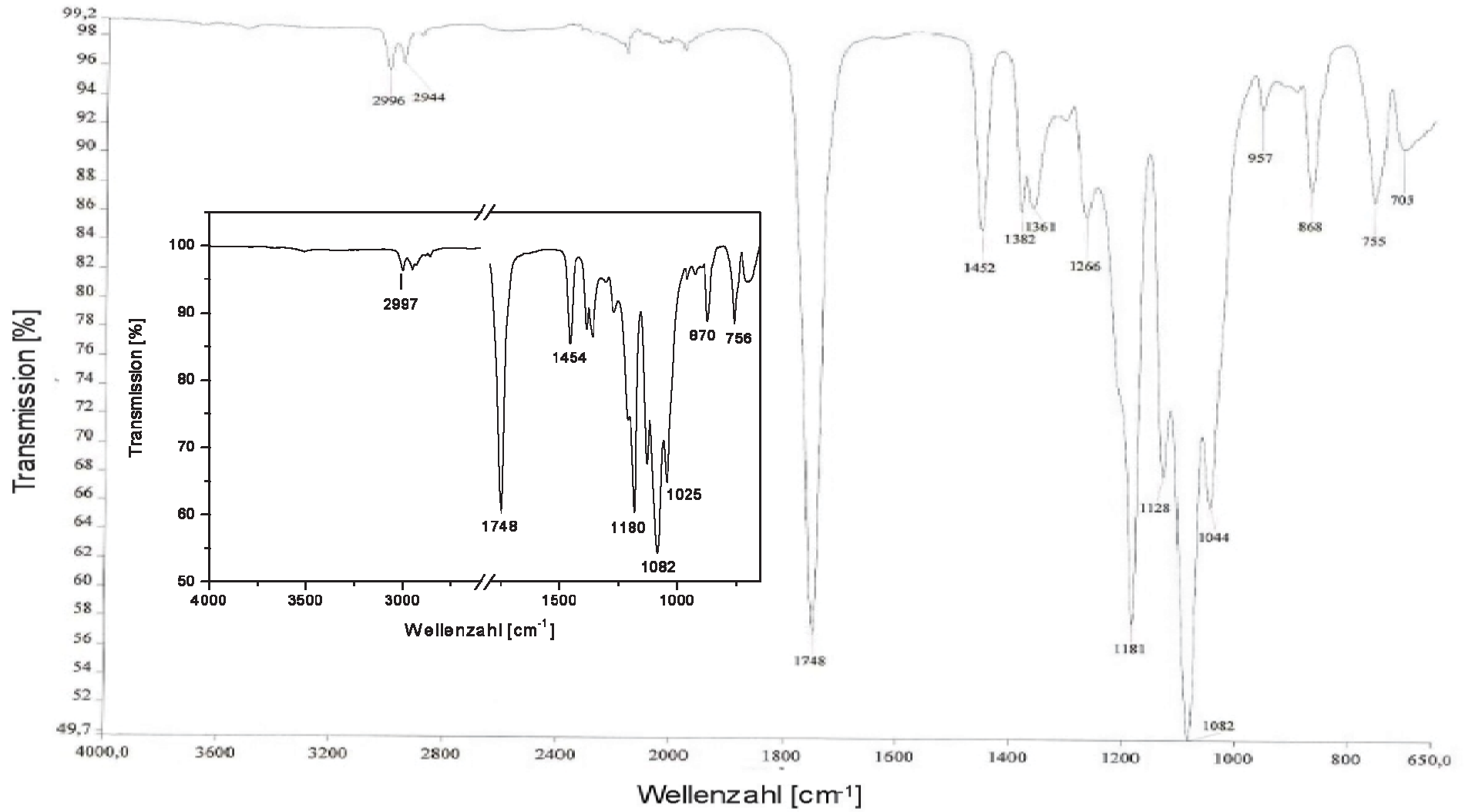


Abbildung 27: IR-Spektrum von Biomer L9000

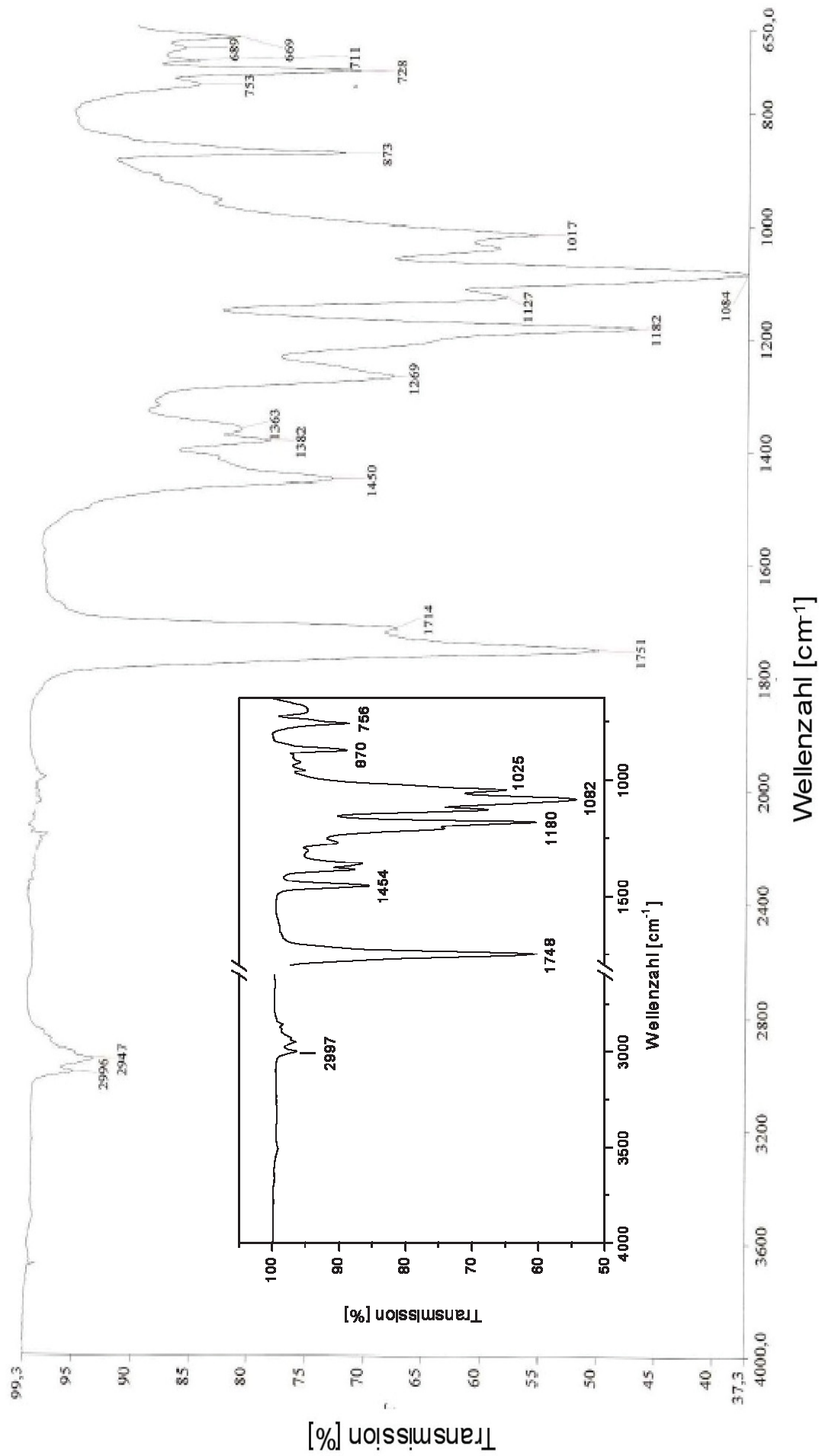


Abbildung 28: IR-Spektrum von Bio-Flex 482CF

5.4 Differenzial Scanning Caloremetrie (DSC)

Bei beiden Grundmaterialien wurde das angelieferte Granulat und die gefertigte Folie einer DSC-Analyse unterzogen, um zu sehen, ob durch die Verarbeitung im Extruder eine thermische Schädigung am Material aufgetreten ist.

Durch Vergleich beider DSC-Kurven von Biomer L9000 (Abbildung 29 und Abbildung 30), ist zu erkennen, dass das Material durch die Verarbeitung nicht geschädigt wurde. Anhand der ersten Aufheizkurve (rot dargestellt) sind die Glasübergangstemperatur bei ca. 65°C und die Schmelztemperatur bei ca. 160°C durch die beiden Peaks sehr gut zu erkennen. Bei der ersten Abkühlkurve (blau dargestellt) ist kein Rekristallisationspeak zu erkennen. Dies ist ein Zeichen, dass dieses Material sehr langsam rekristallisiert. Anhand der zweiten Aufheizkurve (grün dargestellt) ist die beginnende Zersetzung bei ca. 300°C zu sehen.

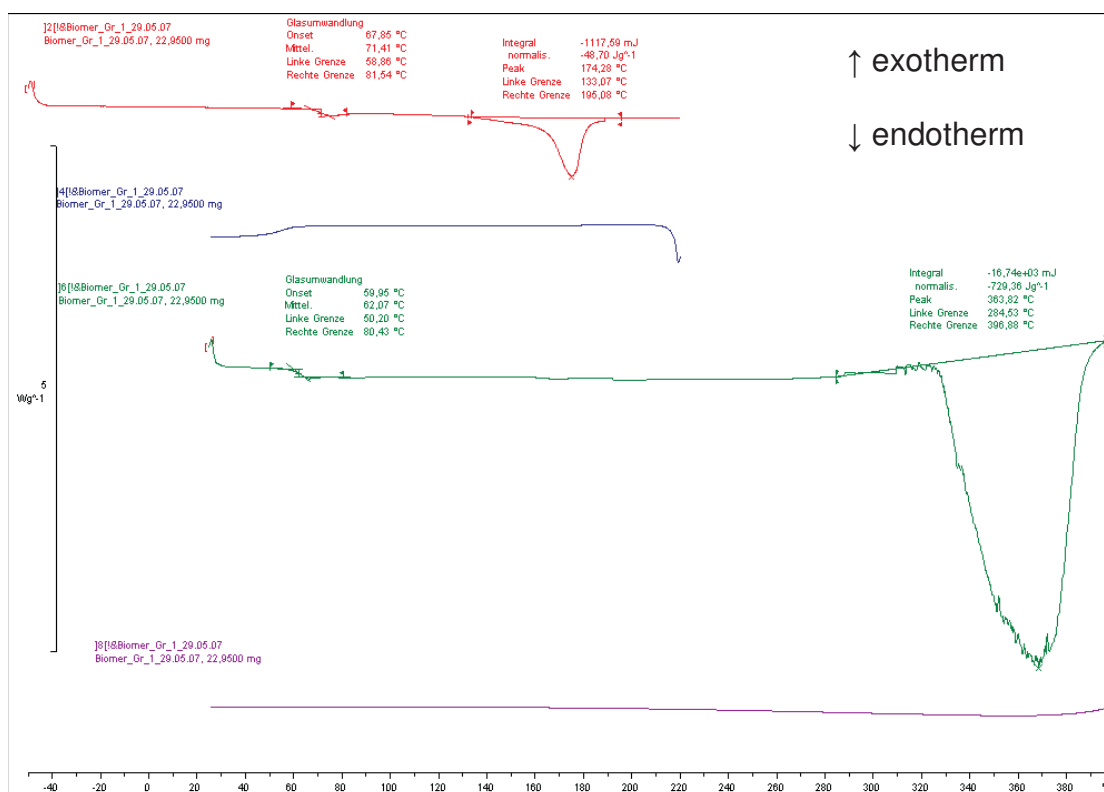


Abbildung 29: DSC-Kurve von Biomer L9000 in Granulatform

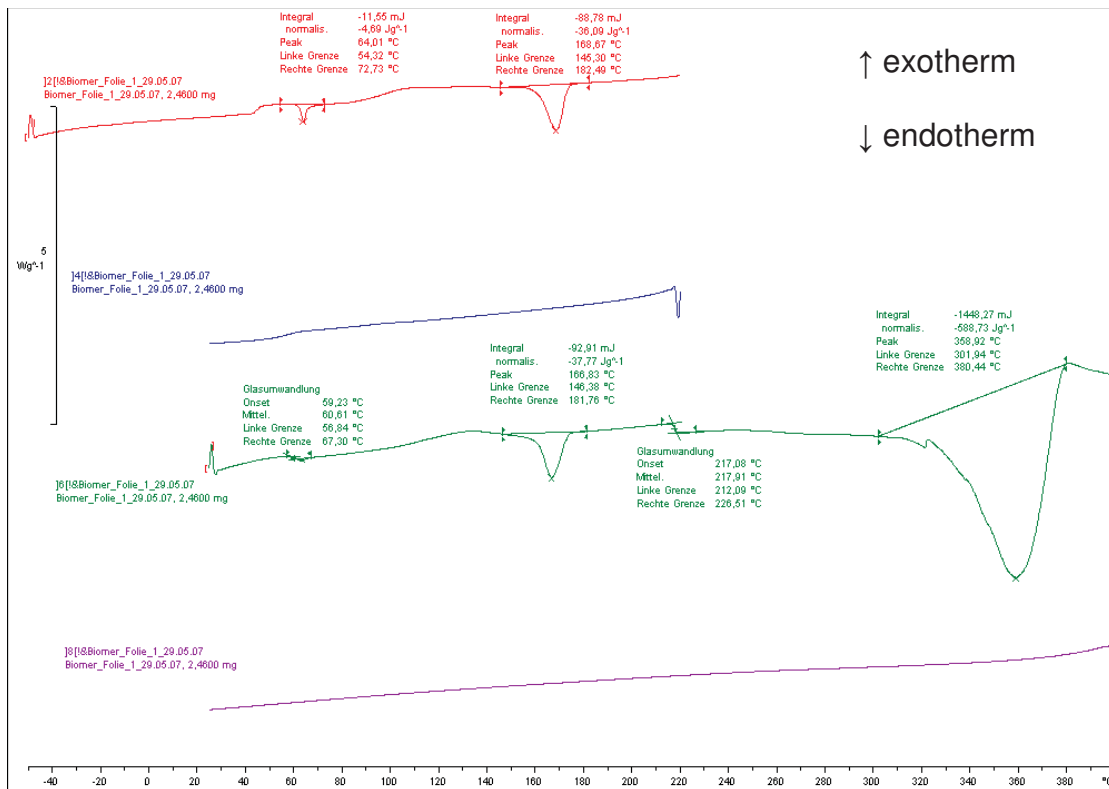


Abbildung 30: DSC-Kurve von der Folie aus Biomer L9000

Auch bei Bio-Flex 482CF konnte keine thermische Schädigung durch den Verarbeitungsprozess festgestellt werden (Abbildung 31 und Abbildung 32). Die Glasübergangstemperatur von ca. 60 °C und die Schmelztemperatur von ca. 150 °C sind etwas geringer als bei Biomer L9000. Wie man in beiden Abbildungen erkennen kann, weist Bio-Flex 482CF einen „Doppel-Schmelzpeak“ auf. Dies bestätigt die anhand der IR-Spektroskopie getroffene Annahme, dass es sich um eine PLA-Mischung handelt. Es schmelzen hier zwei Materialien unmittelbar hintereinander auf. Auch dieses Material rekristallisiert sehr langsam, da es beim Abkühlen (blaue Kurve) keinen Rekristallisationspeak aufweist. Bio-Flex 482CF beginnt sich ebenfalls bei ca. 300 °C zu zersetzen.

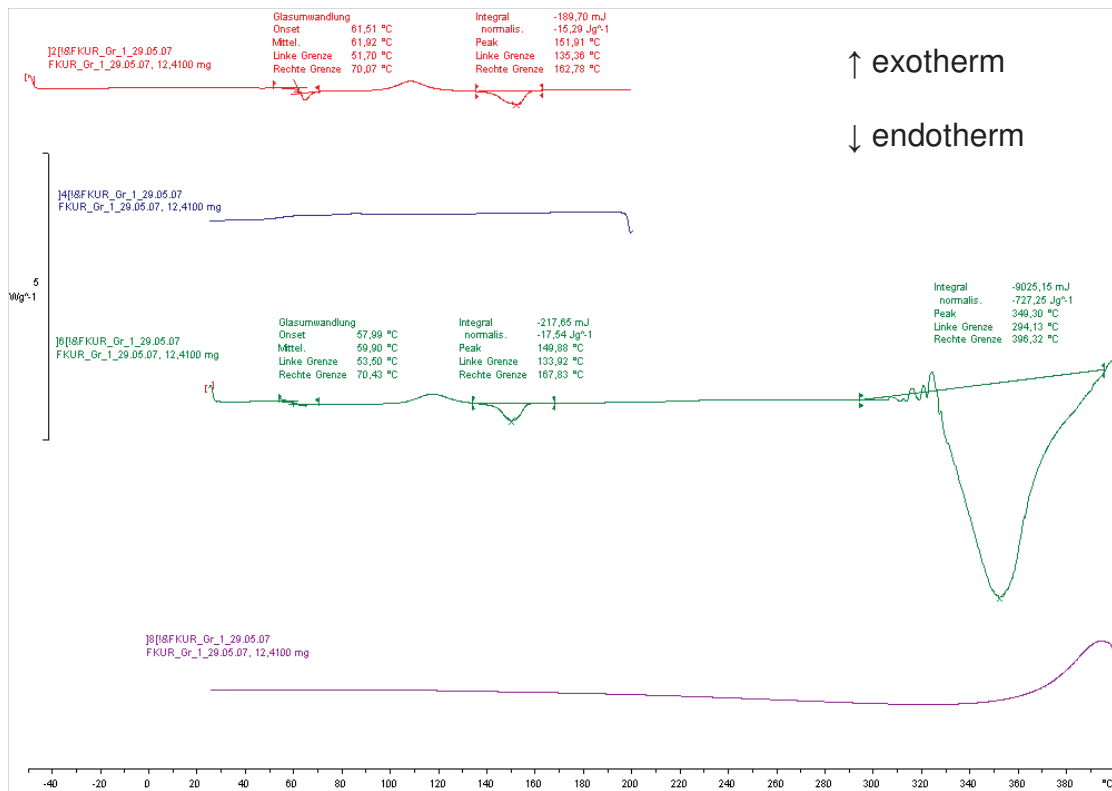


Abbildung 31: DSC-Kurve von Bio-Flex 482CF in Granulatform

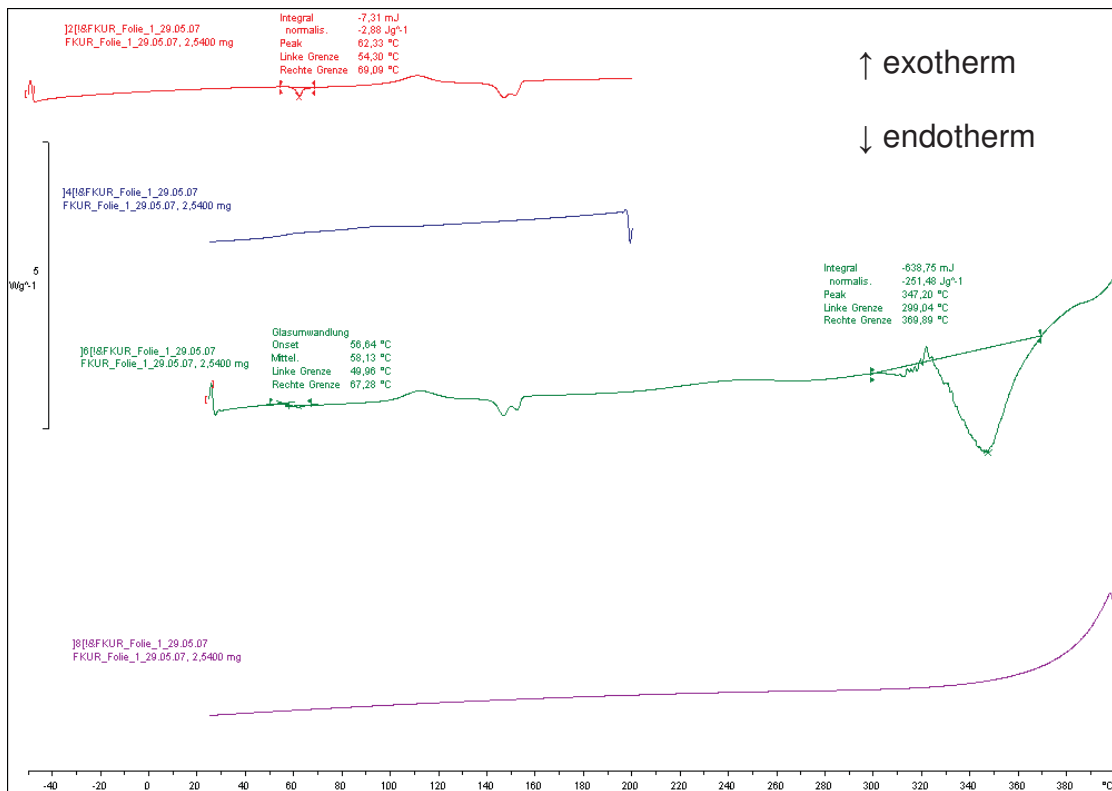


Abbildung 32: DSC-Kurve der Folie aus Bio-Flex 482CF

Tabelle 21 zeigt die Glasübergangs-, Schmelz- und Zersetzungstemperatur, welche mittels der DSC-Analyse für die Materialien Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF ermittelt werden.

Tabelle 21: Charakteristische Temperaturen von Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF ermittelt aus den DSC-Kurven

	Biomer L9000	Bio-Flex 482CF
T_g [°C]	ca. 65	ca. 60
T_M [°C]	ca. 165	ca. 150
Zersetzungstemperatur [°C]	ca. 300	ca. 300

Aus dieser Tabelle ist zu erkennen, dass bei den reinen Polymeren die gewünschte Temperaturbeständigkeit von 200°C nicht gegeben ist. Bei der Firma Mondi Business Paper Holding AG wurden Temperaturversuche an den hochgefüllten Folien aus Biomer L9000 durchgeführt, welche ergeben haben, dass diese Folien bei ca. 150°C beginnen anzuschmelzen.

5.5 Dynamisch Mechanische Analyse (DMA)

Die Dynamisch Mechanische Analyse wurde bei beiden Grundpolymeren durchgeführt, um die Erkenntnis über die Glasübergangstemperatur zu festigen. In den beiden DMA-Kurven (Abbildung 33 und Abbildung 34) sind der Speichermodul rot und die Dämpfung blau dargestellt.

Betrachtet man die Kurve von Biomer L9000, erkennt man durch die Absenkung des Speichermoduls und die Steigung der Dämpfung, dass das Polymer bei ca. 50°C zu erweichen beginnt. Vergleicht man dies nun mit der DSC-Kurve von Biomer L9000 (Abbildung 29 und Abbildung 30), kann erkannt werden, dass sich der „T_g-Peak“ ebenfalls bei ca. 50°C auszubilden beginnt. Ab ca. 80°C ist das Material schon so erweicht, dass sich der Verlustmodul nicht mehr ändert.

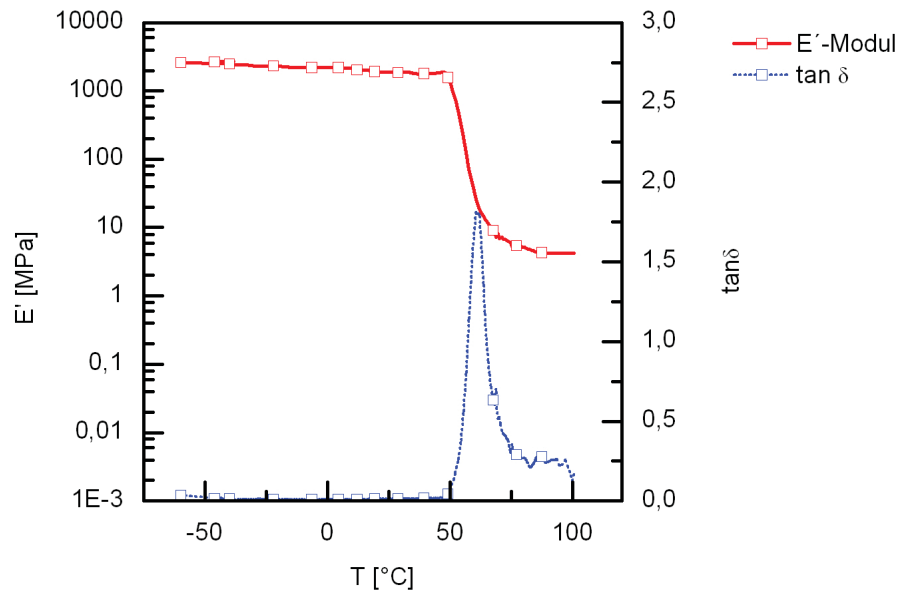


Abbildung 33: Dynamisch Mechanische Analyse von Biomer L9000

Bio-Flex 482CF beginnt ebenfalls bei ca. 50 $^{\circ}\text{C}$ zu erweichen. Dieses Ergebnis stimmt mit dem Beginn der „ T_g -Peaks“ in den DSC-Kurven (Abbildung 31 und Abbildung 32) überein.

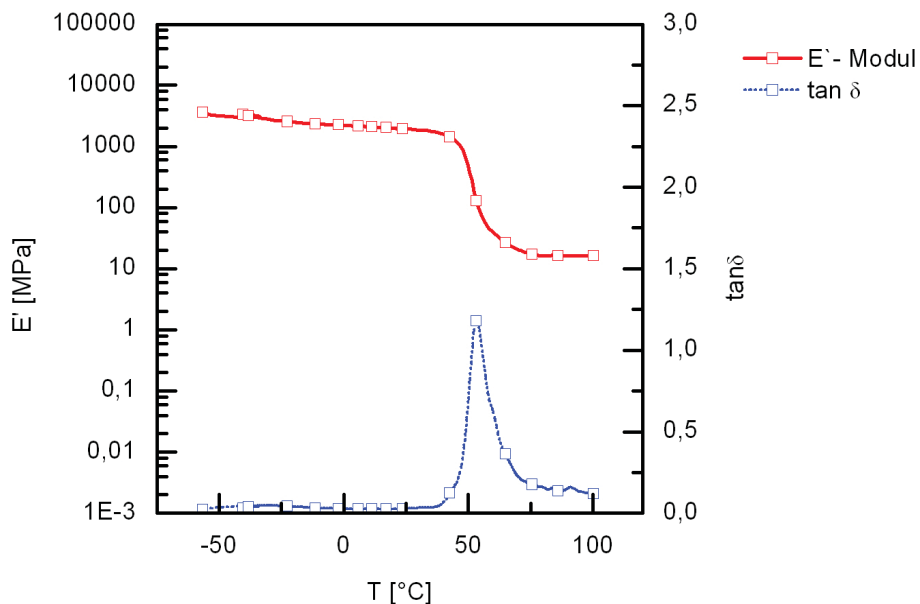


Abbildung 34: Dynamisch Mechanische Analyse von Bio-Flex 482CF

5.6 Auflichtmikroskopie

Die Auflichtmikroskopie wurde bei allen unverstreckten und verstreckten Folien durchgeführt. Lediglich bei der Folie aus 100% Biomer L9000 ist es nicht möglich eine Auflichtmikroskopieuntersuchung durchzuführen, da diese transparent ist.

Betrachtet man Abbildung 35, so ist sehr gut zu erkennen, dass mit steigendem Kreidefüllgrad eine immer größere Lochbildung in den Folien entsteht. Ab einem Füllgrad von 40gw% OFM 230-AV beschichtet, tritt bereits eine leicht erkennbare Porenbildung auf. Weiters ist bei einem Füllgrad von 60gw% OFM 230-AV eine sehr unkonstante Verteilung der Füllstoffpartikel über die Breite der Folie ersichtlich. Dies kann durch Verwendung von Masterbatches in der gewünschten Konzentration (keine Verdünnung per Hand) und Mischteilen an der Schnecke behoben werden.

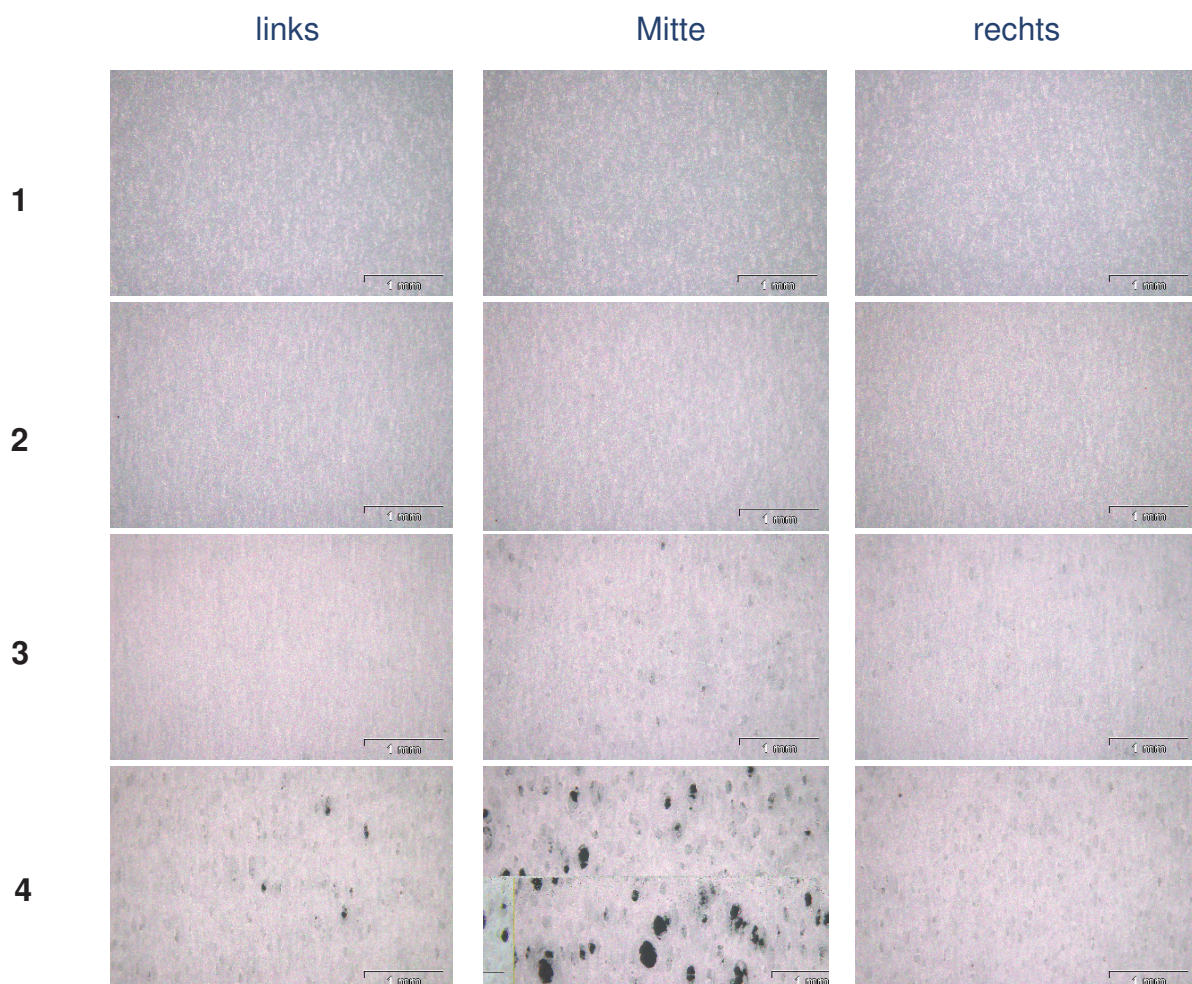


Abbildung 35: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 unverstreckt mit angegebenen Füllgraden

- 1...Biomer L9000 gefüllt mit 30gw% OFM 230-AV beschichtet; unverstreckt
- 2...Biomer L9000 gefüllt mit 40gw% OFM 230-AV beschichtet; unverstreckt
- 3...Biomer L9000 gefüllt mit 50gw% OFM 230-AV beschichtet; unverstreckt
- 4...Biomer L9000 gefüllt mit 60gw% OFM 230-AV beschichtet; unverstreckt

Bei den verstreckten Folien aus Biomer L9000 kann keine Aussage über die Verteilung der Partikel über die Folienbreite getroffen werden, da für das Verstrecken nur ein 85mm x 85mm großer Teil der Folienbahn herangezogen wurde.

Man sieht jedoch, dass es durch den Verstreckvorgang zu einer Abnahme der Kreide-Polymer Haftung kommt und somit eine rauere Oberfläche entsteht. Die helleren Bereiche in Abbildung 36 stellen Vertiefungen in der Folie dar. Bei einem Füllgrad von 60gw% tritt bereits die erste Lochbildung auf.

Bei einem Füllgrad von 1gw% TRACEL PP3215 werden von der Polymermatrix vollkommen umhüllte Blasen ausgebildet (Abbildung 37; 11). Ab einem Treibmittelfüllgrad von 1,5gw% beginnen diese Schaumbblasen aufzureißen und es entstehen Löcher in der Folienbahn. Eine konstante Verteilung des Schäummittels über die Folienbreite ist hier ebenfalls nicht gegeben.

Bei einer Mischung aus Polymer, Kreide und Treibmittel wirken die feinen Kreidepartikel als Nukleierungsmittel für den Schäumprozess. Anhand der Mischung aus Bio-Flex 482CF + 15gw% OFM 707-AV; 1gw% TRACEL PP3215 (Abbildung 37; 15) konnte eine sehr konstante Schaumstruktur in der Folie erzielt werden. Ab einem Treibmittelfüllgrad von 1,5gw% beginnen diese Schaumbblasen aufzureißen und es entstehen Löcher in der Folienbahn. Eine konstante Verteilung des Schäummittels über die Folienbreite ist hier ebenfalls nicht gegeben.

Die Lochbildung kann bei den nachfolgenden herzustellenden Serien durch verfahrenstechnische Maßnahmen wie Verwendung eines Mischteils und Variation des Füllgrads an Kreide und Treibmittel oder Verwendung anderer Treibmittel vermieden werden.

Der Verstreckvorgang hat durch die kleineren Kreidepartikel auf die reinen und die mit Kreide gefüllten Polymere optisch keinen Einfluss. Jene Folien, welche

Treibmittel enthalten, werden durch das Verstrecken an der Oberfläche rauer (Abbildung 38).

Die Auflichtmikroskopiebilder der verbleibenden Folien finden Sie im Anhang.

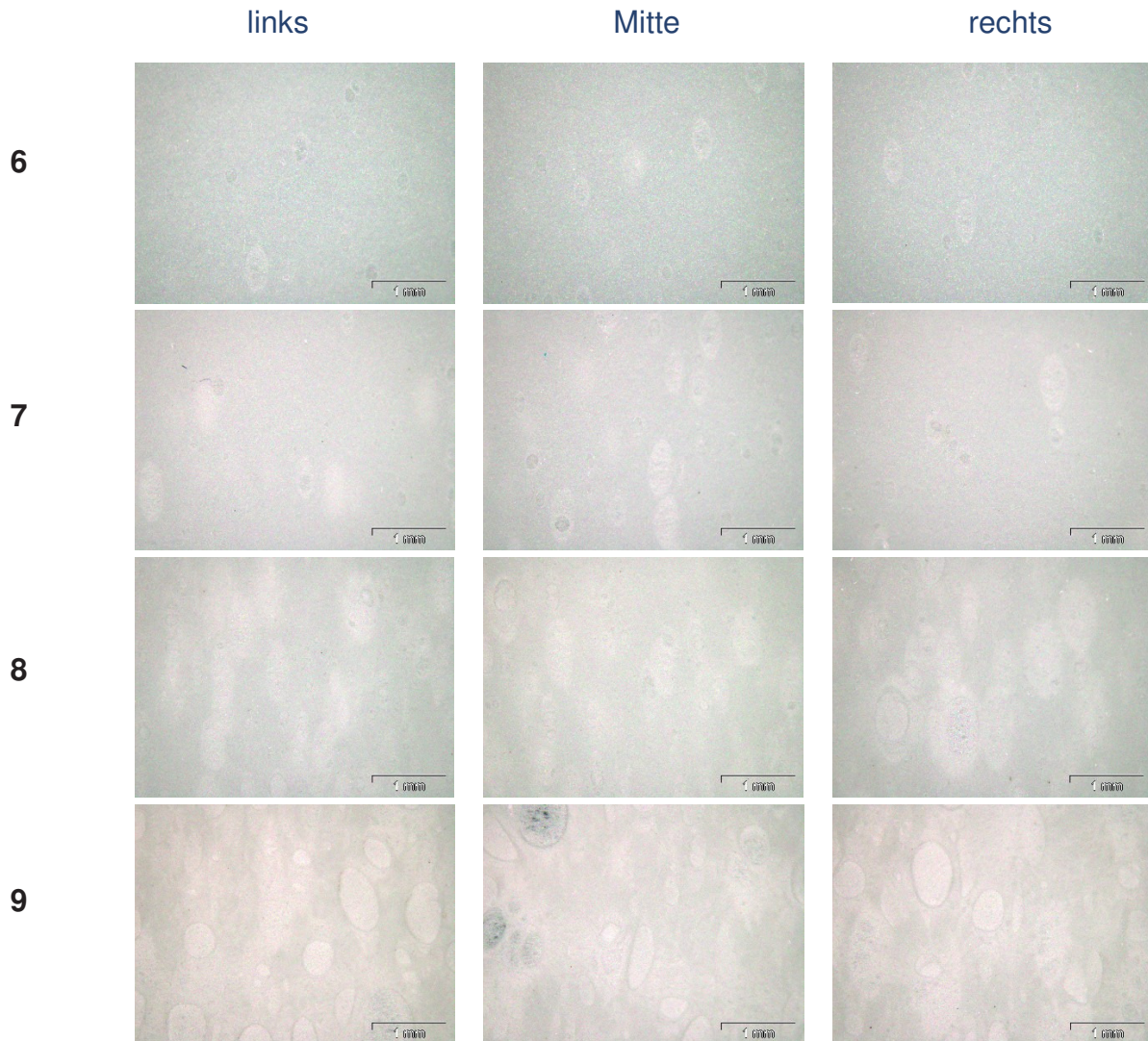


Abbildung 36: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 verstreckt mit angegebenen Füllgraden

6...Biomer L9000 gefüllt mit 30gw% OFM 230-AV beschichtet und verstreckt

7...Biomer L9000 gefüllt mit 40gw% OFM 230-AV beschichtet und verstreckt

8...Biomer L9000 gefüllt mit 50gw% OFM 230-AV beschichtet und verstreckt

9...Biomer L9000 gefüllt mit 60gw% OFM 230-AV beschichtet und verstreckt

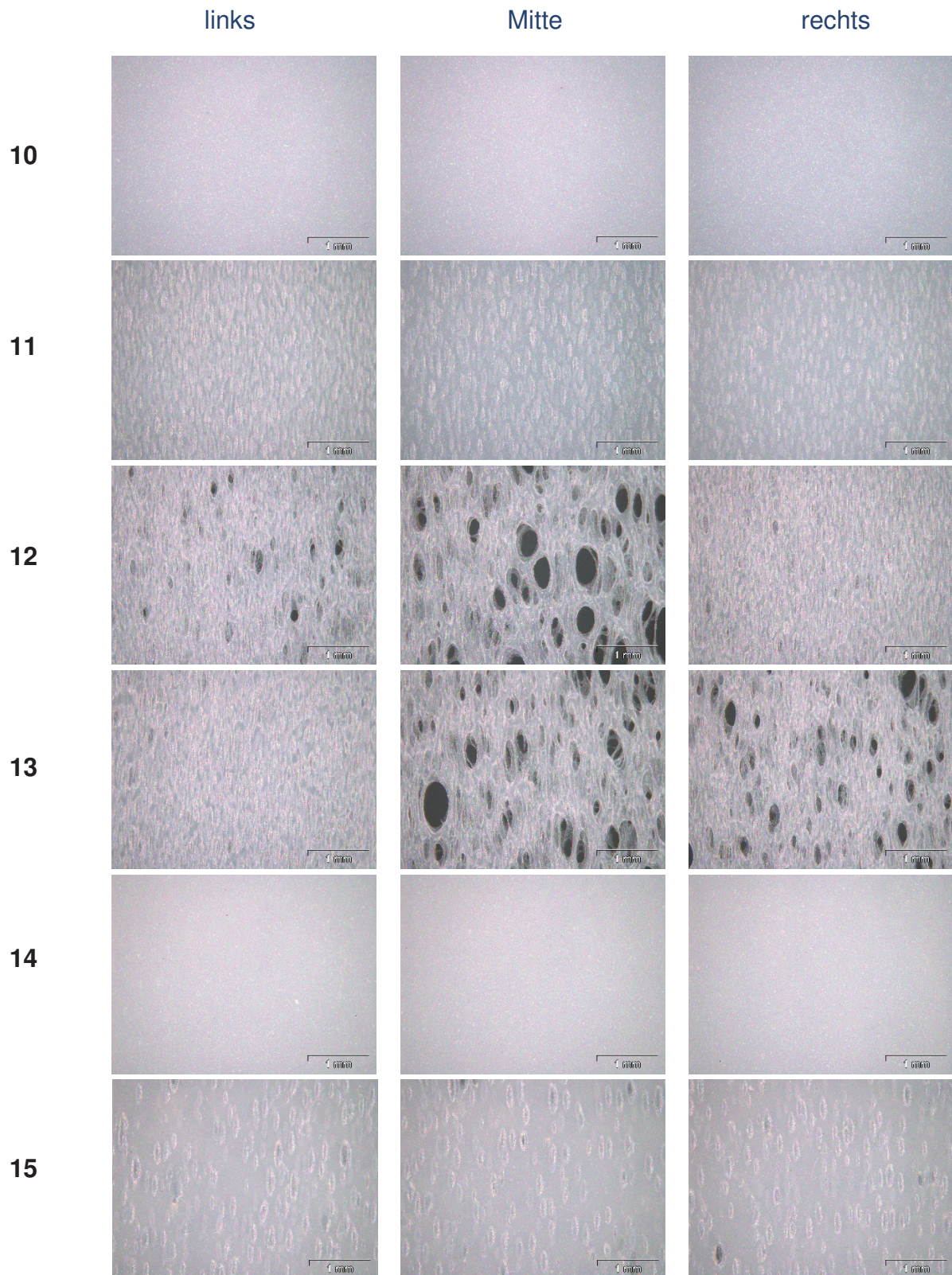


Abbildung 37: Auflichtmikroskopiebilder von Bio-Flex 482CF ungestreckt mit angegebenen Füllgraden

10... Bio-Flex 482CF ungestreckt

11... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 ungestreckt

12... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1,5gw% TRACEL PP3215 unverstreckt

13... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 2gw% TRACEL PP3215 unverstreckt

14... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 15gw% OFM 707-AV unverstreckt

15... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 und 15gw% OFM 707-AV unverstreckt

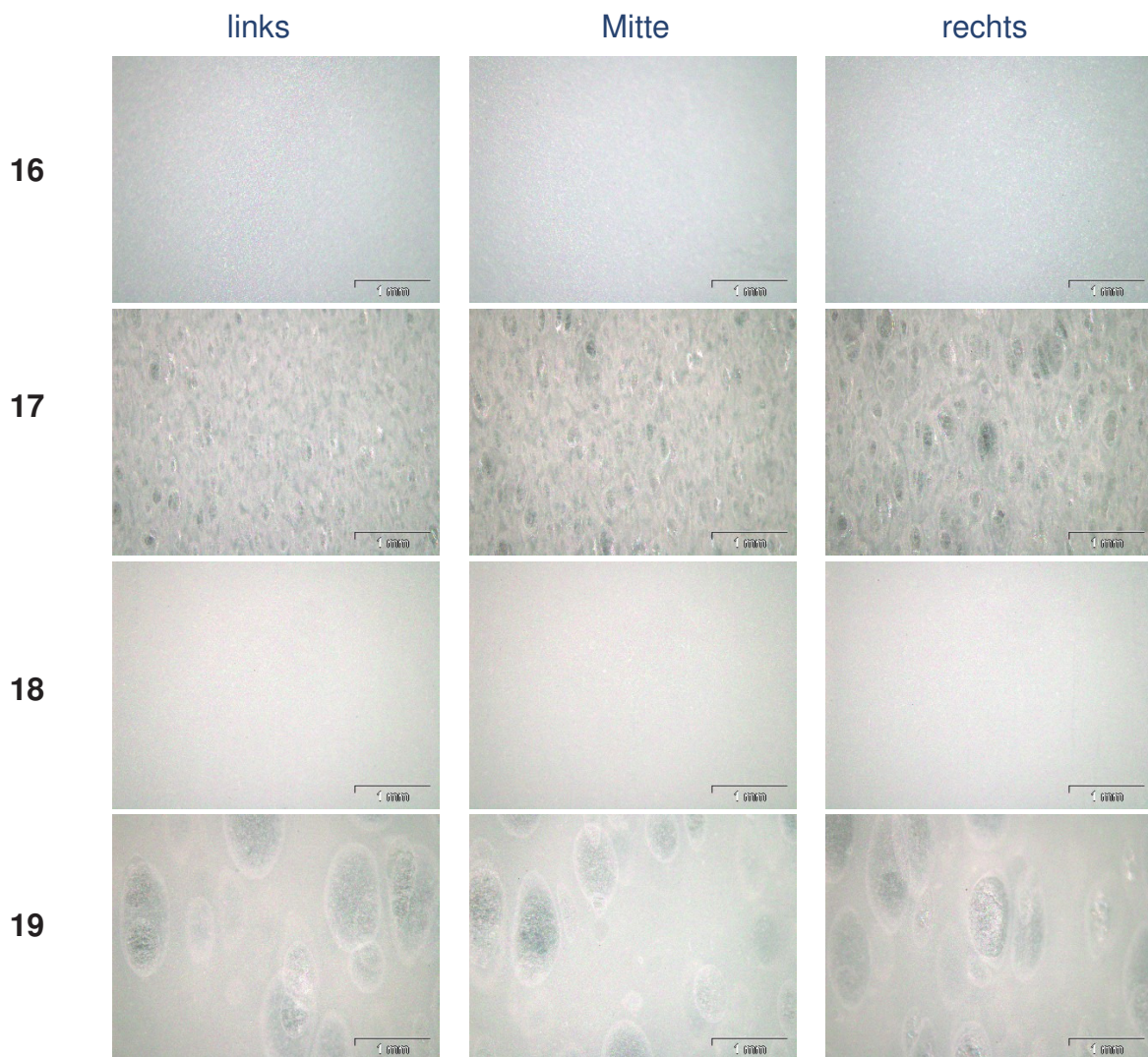


Abbildung 38: Auflichtmikroskopiebilder von Bio-Flex 482CF verstreckt mit angegebenen Füllgraden

16...Bio-Flex 482CF verstreckt

17... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 verstreckt

18... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 15gw% OFM 707-AV verstreckt

19... Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 und 15gw% OFM 707-AV verstreckt

5.7 Konfokalmikroskopie

Die konfokalmikroskopische Untersuchung wurde in erster Line zur Bestimmung der Oberflächenstruktur der Folien durchgeführt. Auf Grund der inhomogenen Oberflächenstruktur wurden nur unverstreckte Folien untersucht. Es wurden, wie bei der Auflichtmikroskopie, drei Messungen über die Breite der Folienbahn durchgeführt. Für die Darstellung der Ergebnisse wurde pro Folientyp das jeweils repräsentativste Bild herangezogen.

Bei den Topographiebildern werden die Kreidepartikel bzw. Erhöhungen hell und die Vertiefungen dunkel dargestellt. Schwarze Stellen in den Bildern bedeuten Löcher in der Folie. Bei der Topographie wird es umgekehrt dargestellt – hier werden die Erhöhungen dunkel und die Vertiefungen hell abgebildet. Alle grünen, gelben und blauen dargestellten Flächen sind Messfehler.

Die Folie aus Biomer L9000 ist sehr glatt an ihrer Oberfläche, dies kann deutlich am geringen Farbunterschied an den Bildern in Abbildung 39 erkannt werden. Je höher der Füllgrad an OFM 230-AV bei diesen Folien wird, desto größere und tiefere Löcher entstehen – sehr gut erkennbar an den durch scharfe Kanten abgegrenzten dunklen Flecken in den Bildern der Abbildung 39.

Die Folie aus Bio-Flex 482CF weist eine deutlich rauere Oberfläche auf, als jene aus Biomer L9000 auf. An den Bildern in Abbildung 40 ist deutlich zu sehen, dass auch bereits bei einem Treibmittelfüllgrad von 1gw% einige Schaumblasen aufgebrochen sind. Hier zeigen die blauen Stellen in den Bildern an, dass an diesen Stellen ein Loch in der Folie ist und die Auflage des Prüfgeräts mit gemessen wurde. Bei Erhöhung des Treibmittelanteils werden die Durchbrüche in den Folien immer größer.

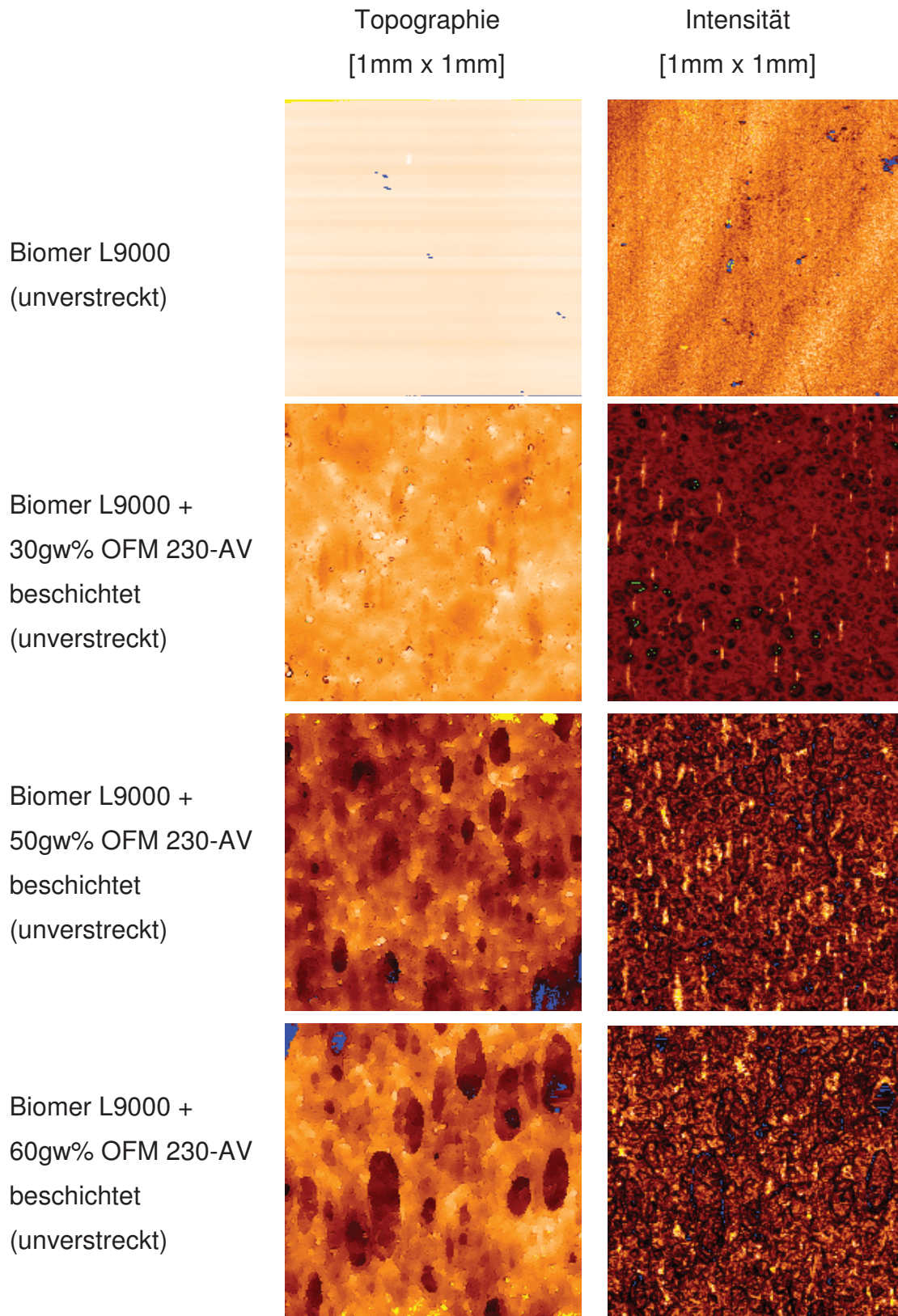


Abbildung 39: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Füllgraden

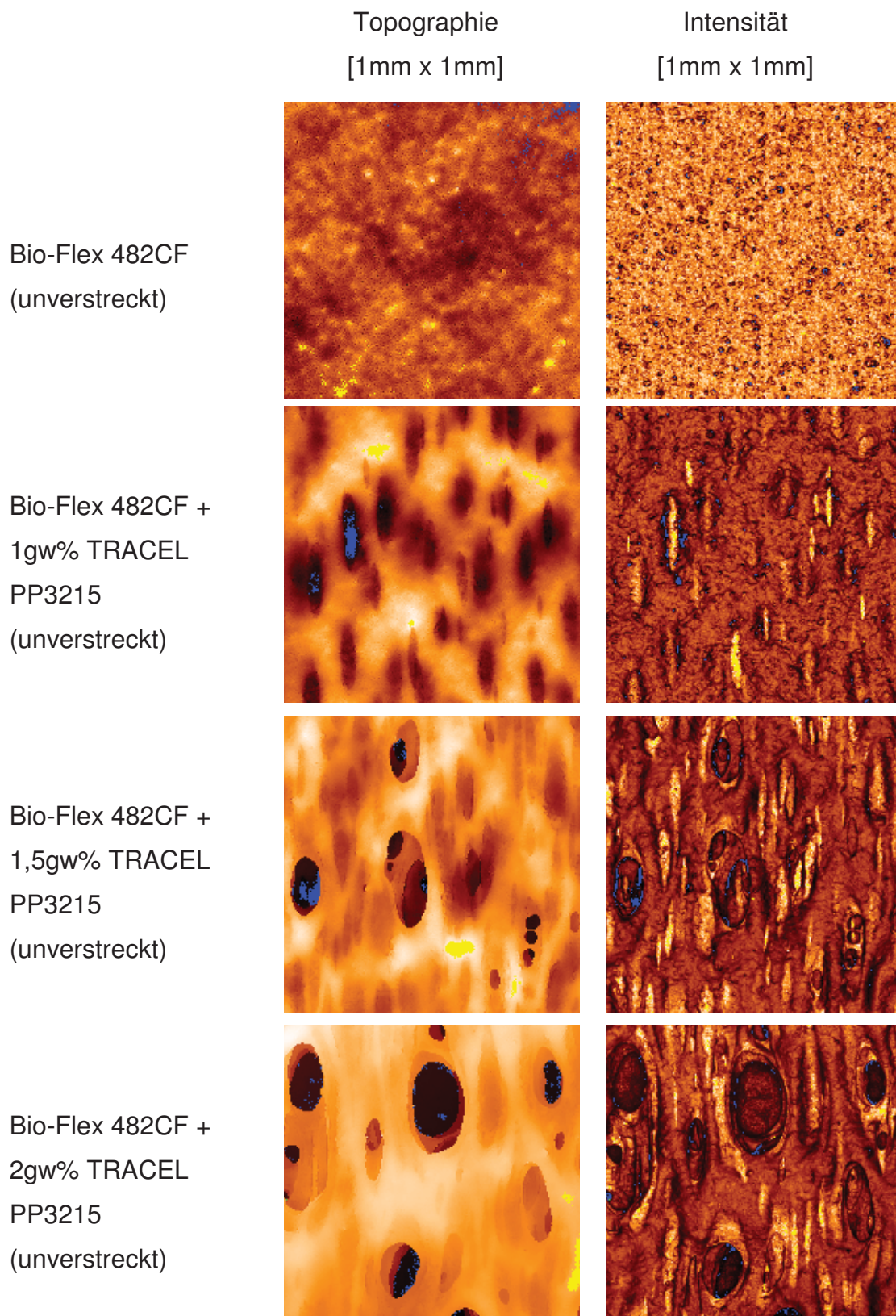


Abbildung 40: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Schäumgraden

Die Zugabe von OFM 707-AV beeinflusst die Oberflächenstruktur der Folien nur sehr gering. Doch sobald ein Treibmittel zugesetzt wird, bilden sich Schaumblasen aus und die Oberfläche der Folien wird deutlich strukturierter (Abbildung 41).

Die Konfokalmikroskopiebilder der übrigen unverstreckten Folien sind im Anhang dargestellt.

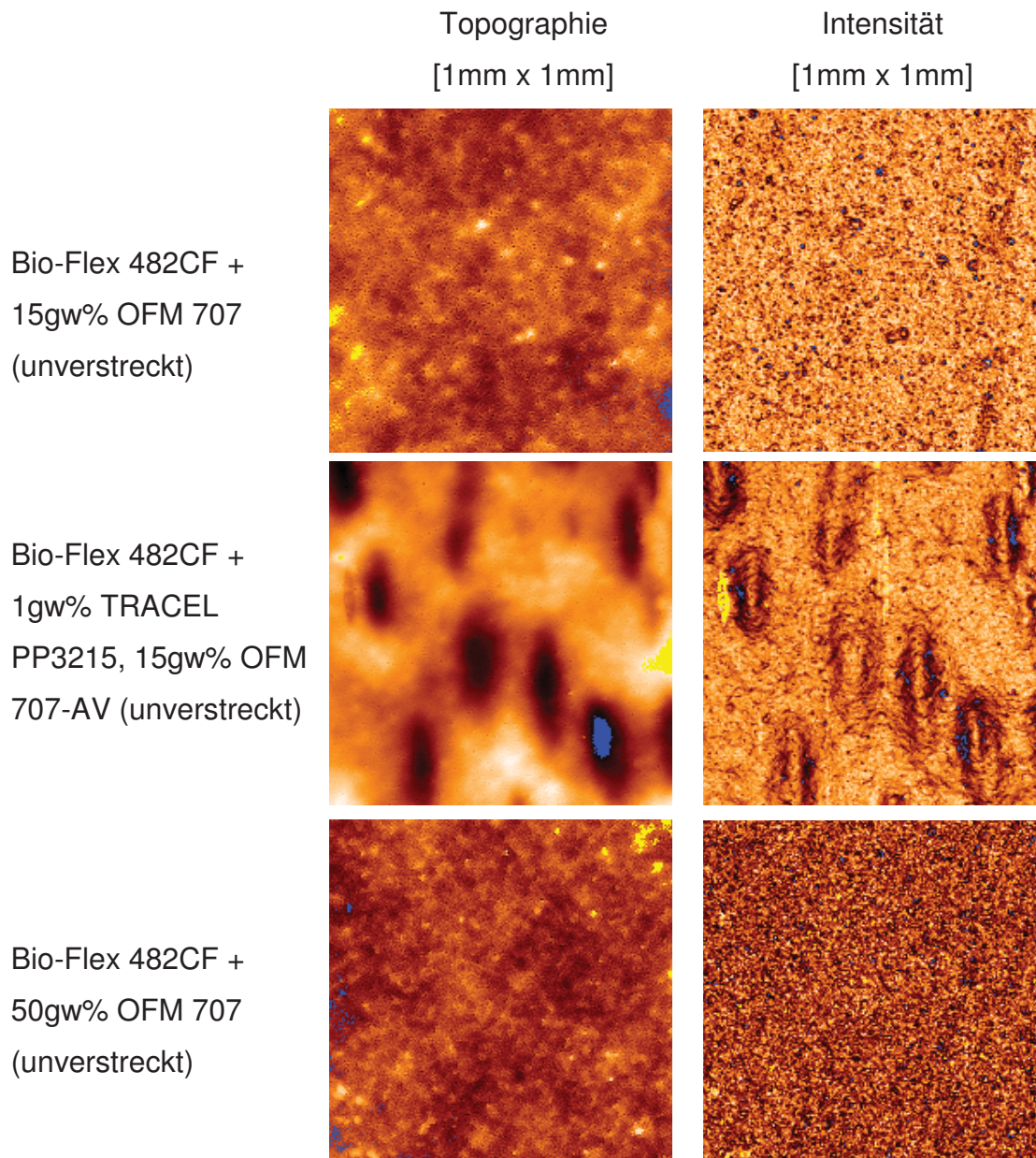


Abbildung 41: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Füll- und Schäumgraden

5.8 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Rasterelektronenmikroskopie wurde durchgeführt, um die Oberfläche analysieren zu können. Diese Art der Mikroskopie wurde nur bei einigen wenigen Folien durchgeführt, da diese sehr aufwendig und teuer ist.

In Abbildung 42 ist die raue Oberfläche, welche durch das Beimengen grobkörniger Kreidepartikel (OFM 230-AV) entsteht, zu erkennen. Bei einem Füllstoffanteil von 30gw% OFM 230-AV werden an der Folienoberfläche alle Kreidepartikel vollständig von der Polymermatrix umhüllt. Diese vollkommene Partikelumhüllung ist bei einem 50gw%-igen Anteil an beschichteter Kreide nicht mehr gegeben – sehr gut durch freiliegende Kreidekörner an der Folienoberfläche bei einer 500-fachen Vergrößerung zu erkennen. Durch eine Erhöhung des Kreidefüllgrads steigt die Rauigkeit der Oberfläche. Unbeschichtete Kreide weist eine sehr schlechte Polymerhaftung auf, da mit diesem Kreidetyt gefüllte Folien in der Umgebung der Kreidepartikel aufreißen.

Bei den Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 bilden sich sehr schöne Blasen aus, die gut durch die kugelförmigen Erhöhungen an der Folienoberfläche zu erkennen sind (Abbildung 43). Bei höheren Schäumgraden reißen diese durch die Abzugskraft auf und es entstehen längliche Löcher in den Folienmustern. Durch eine schlechte Verteilung des Schäummittels und der als Nukleierungsmittel eingesetzten Kreide (OFM 707-AV) kann es zu Füllstoffanhäufungen im Polymergefüge und damit zu Lochbildung in der Folie kommen. Dies ist bei den hergestellten Folien aus Bio-Flex gefüllt mit 1gw% TRACEL PP3215 und 15gw% OFM 707-AV der Fall. Vergleicht man Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit 50gw% OFM 707-AV (Partikelgröße 1,6 μ m) mit jenen aus Biomer L9000 gefüllt mit 50gw% OFM 230-AV (Partikelgröße 5 μ m), so ist die Oberfläche ersterer sehr viel glatter und homogener (Abbildung 42 und Abbildung 43). Die schwarzen kreisförmigen Flecken im Bild von Bio-Flex 482CF gefüllt mit OFM 707-AV sind Verunreinigungen an der Folienoberfläche.

Die 20-fach und 50-fach vergrößerten REM-Aufnahmen können im Anhang nachgeschlagen werden.

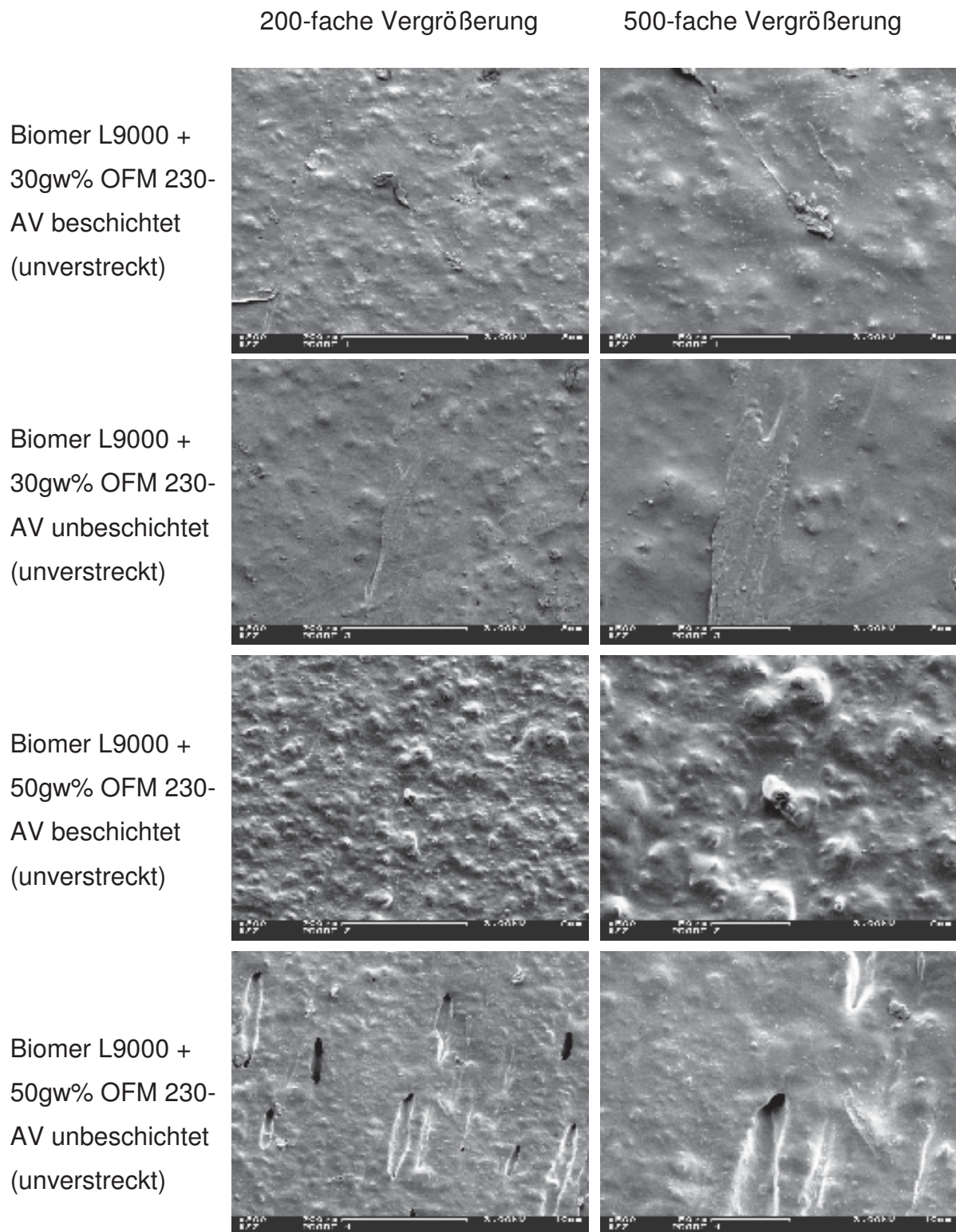


Abbildung 42: REM-Untersuchungen von Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden.

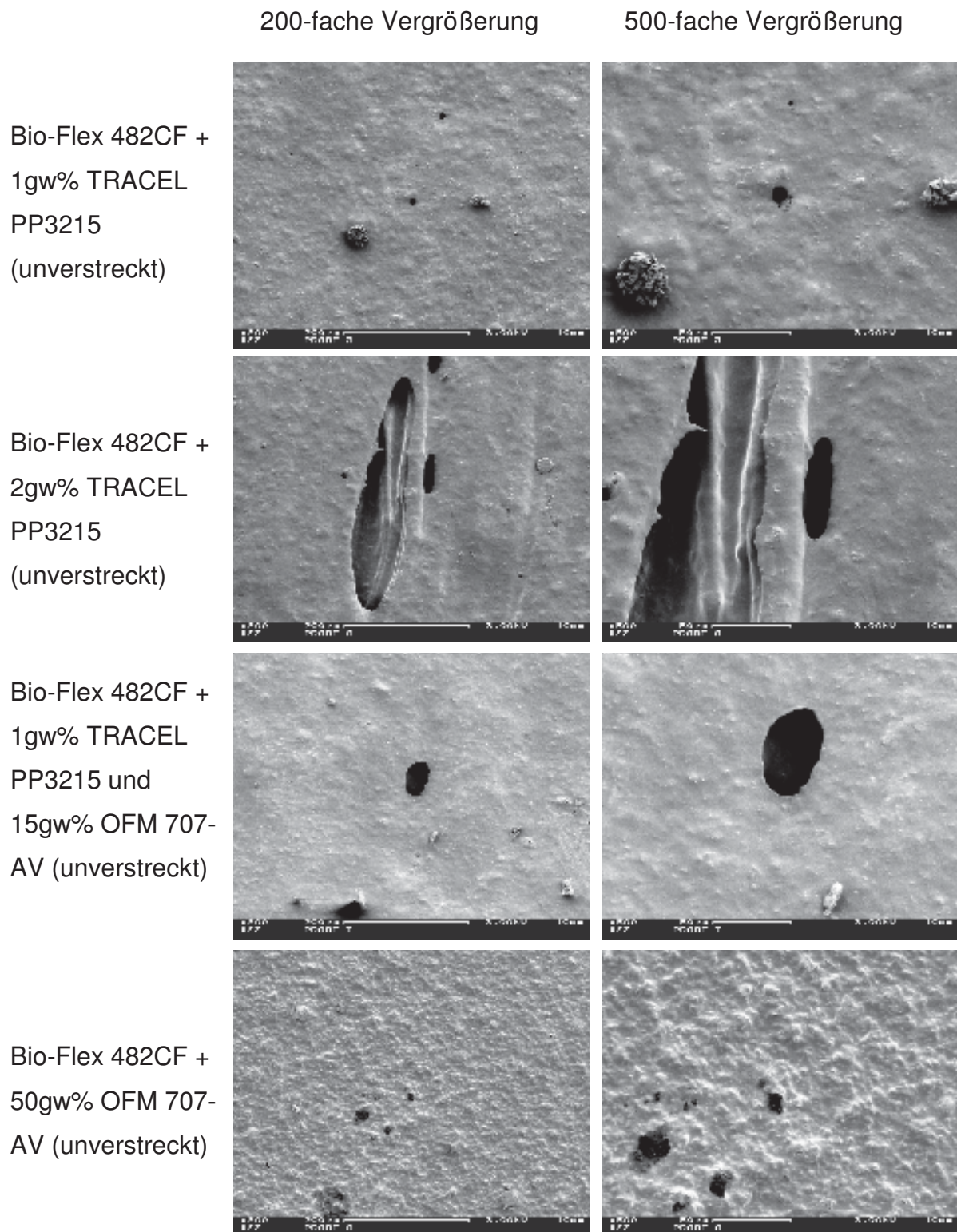


Abbildung 43: REM-Untersuchungen von Bio-Flex 482CF mit verschiedenen Füllgraden.

5.9 Zugprüfung

Die nachfolgenden Spannungs-Dehnungs-Diagramme sollen veranschaulichen, wie sich die Materialeigenschaften der gefertigten Folien durch Zugabe von Kreide und Treibmittel und durch den Verstreckvorgang ändern. Abbildung 44 soll die Auswirkung des Füllstoffanteils an OFM 230-AV bei Folien aus Biomer L9000 veranschaulichen. Die Folien werden durch Erhöhung des Kreideanteils immer spröder. Natürlich spielt hier auch die auftretende Lochbildung bei hohem Kreidepartikelanteil eine große Rolle.

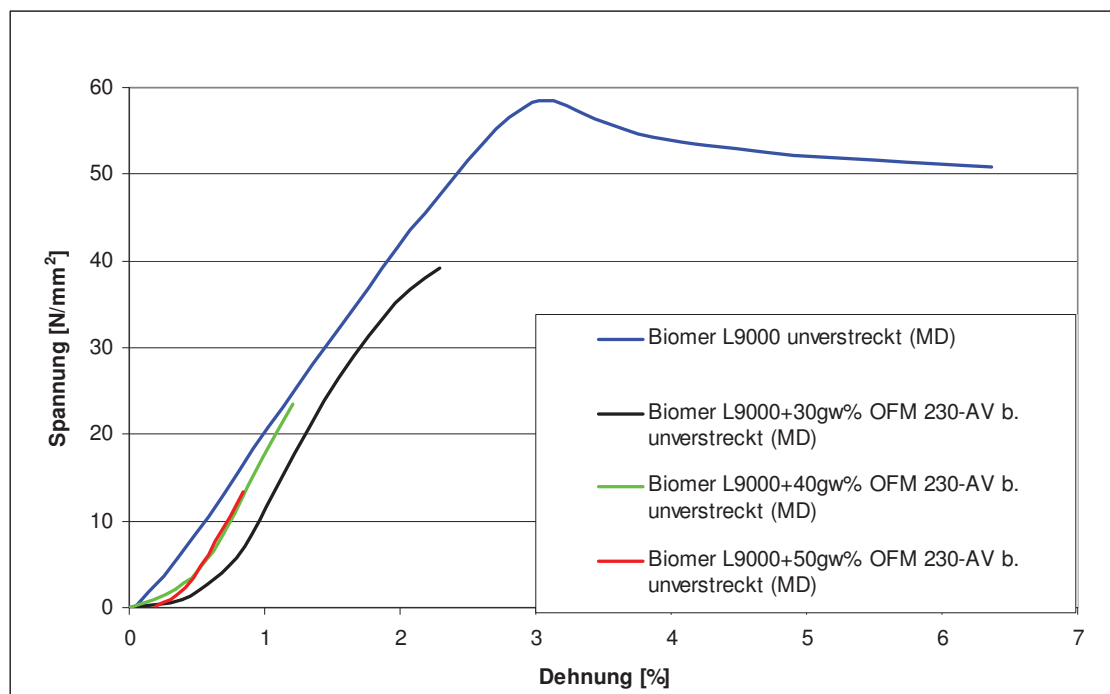


Abbildung 44: Ermittelter Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden

In der nachfolgenden Abbildung 45 zeigt sich, dass die gefüllten Folien durch das Verstrecken an Sprödigkeit verlieren und wesentlich elastischer werden. Ein Grund dafür kann die kurze Wärmebehandlung (Aufheizen über T_g) beim Verstreckvorgang sein. Durch Vergleich der Kurven von Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit un- bzw. beschichteter Kreide OFM 230-AV (Abbildung 46) ist zu erkennen, dass die Grenzschichthaftung zwischen Kreiden und Polymer bei unbeschichteter Kreide wesentlich geringer ist. Dadurch sind diese Folien brüchiger und steifer.

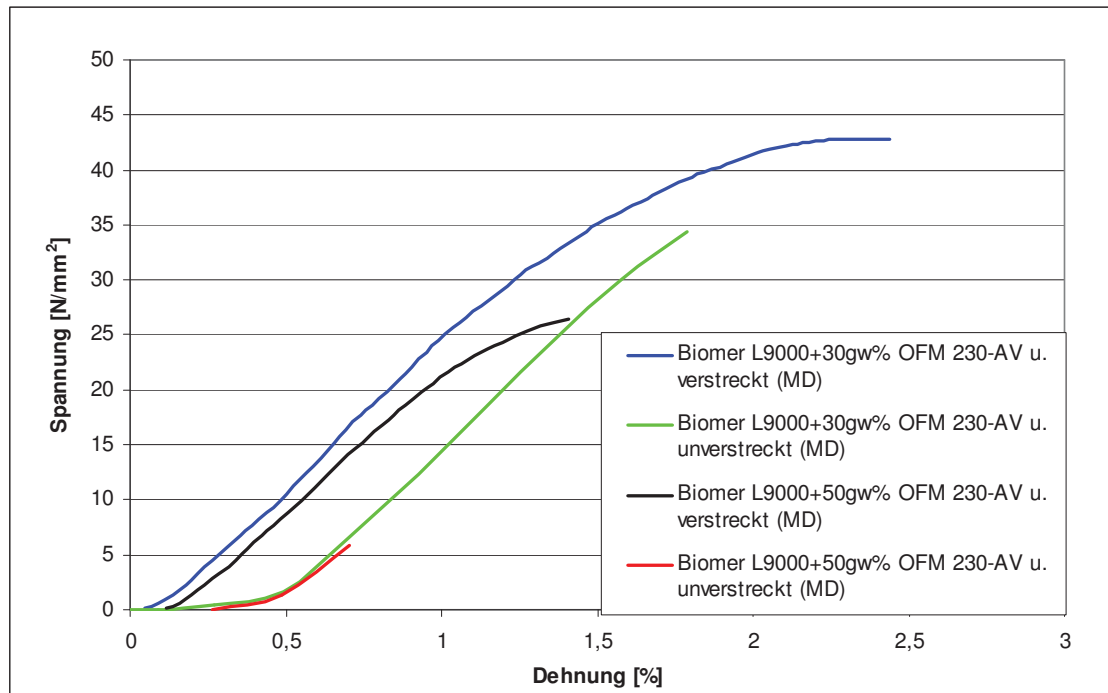


Abbildung 45: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von ungestreckten und gestreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden

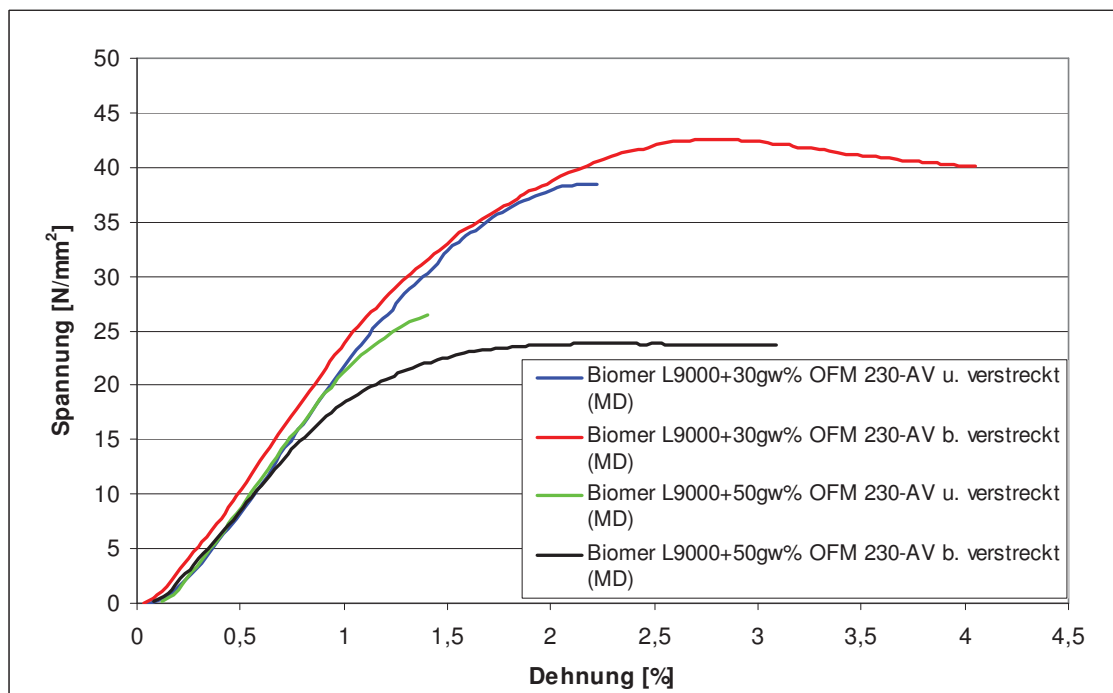


Abbildung 46: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von gestreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Füllgraden von unbeschichteter und beschichteter Kreide

In Abbildung 47 wird wiederum sehr deutlich, wie der Füllstoff die Steifigkeit erhöht. Folien aus Bio-Flex 482CF haben ein viel elastischeres Verhalten als Folien desselben Grundpolymers mit 50gw% Kreideanteil.

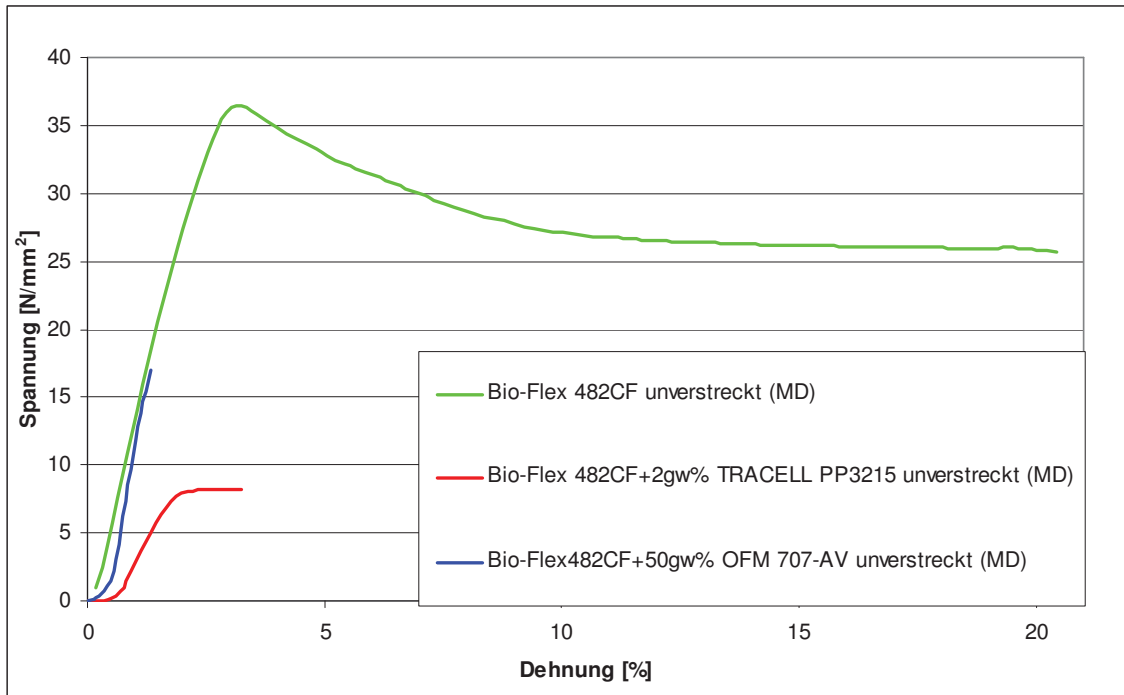


Abbildung 47: Ermittelteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Kreide- und Treibmittelfüllgraden

Durch Zugabe von Kreide in geschäumte Polymere kann das Materialverhalten verändert werden. Wie Abbildung 48 zeigt, werden durch Beimengen von Kreidepartikel sowohl unverstreckte als auch verstreckte geschäumte Folien spröder.

Abbildung 49 soll verdeutlichen, dass durch den Verstreckvorgang die Materialeigenschaften in und quer zur Verarbeitungsrichtung dieselben sind. Bei höheren Füllgraden treten jedoch Unterschiede zwischen in Verarbeitungsrichtung und quer dazu auf. Mit steigendem Füllgrad werden die Folien quer zur Verarbeitungsrichtung immer spröder.

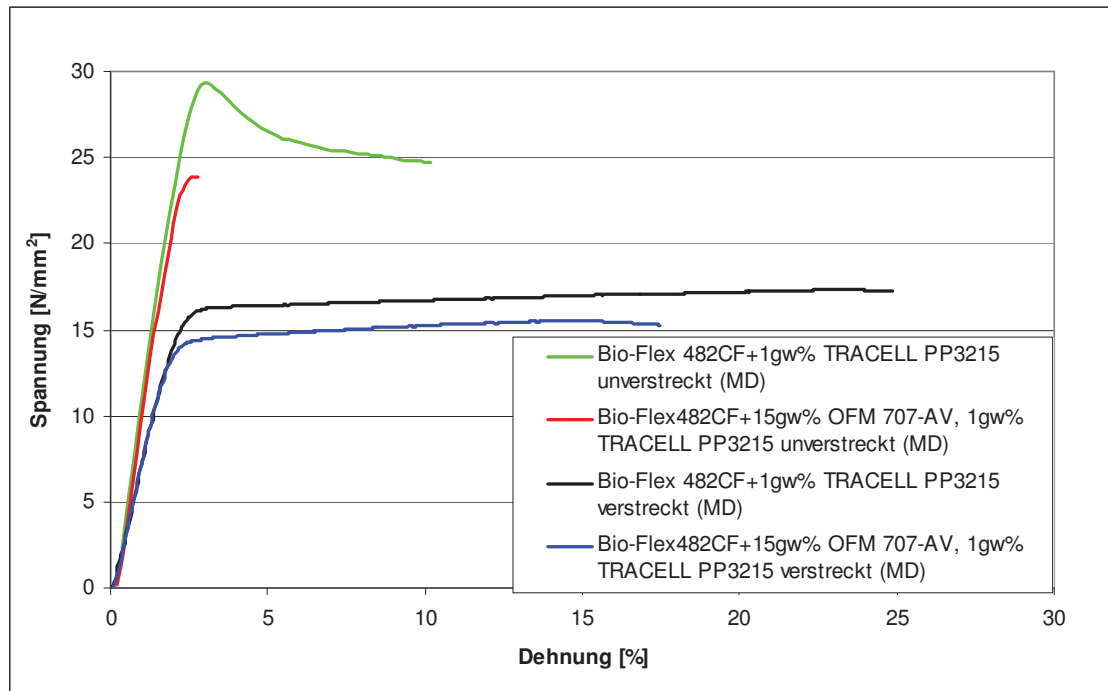


Abbildung 48: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Kreide- und Treibmittelfüllgraden

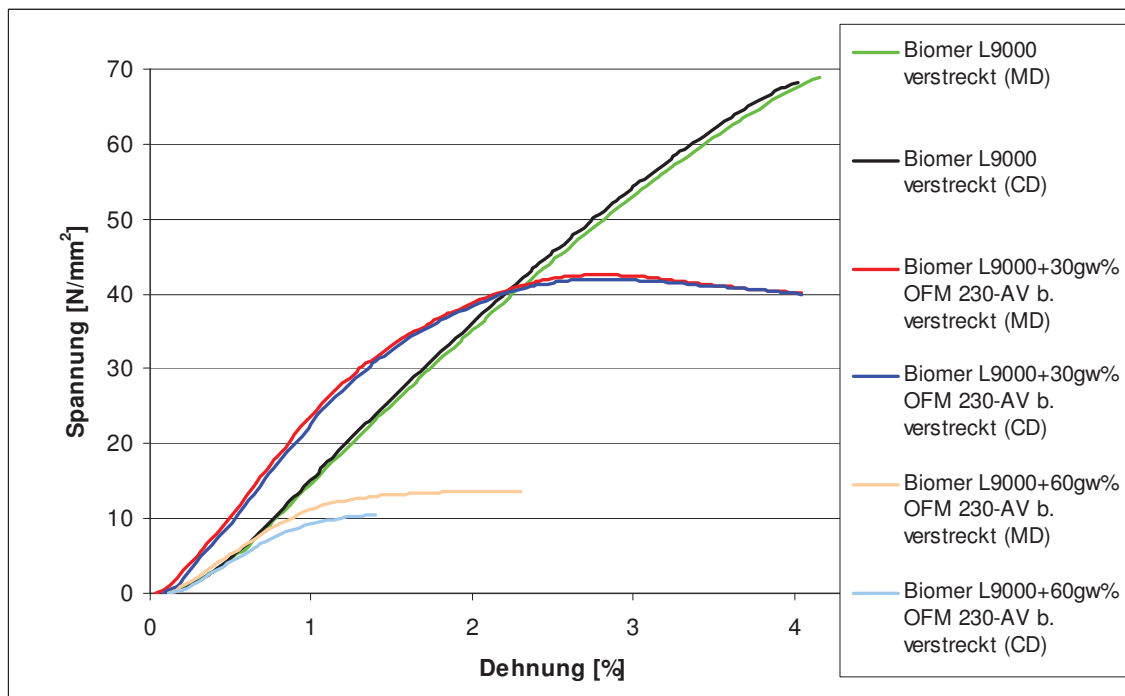


Abbildung 49: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von verstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden

In Tabelle 22 und Tabelle 23 sind die aus den Spannungs-Dehnungs-Diagrammen berechneten E-Module aller unverstreckten und verstreckten Folien dargestellt. Der E-Modul der Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit 60gw% OFM 230-AV beschichtet, konnte nicht repräsentativ ermittelt werden, da aufgrund der Brüchigkeit des Materials zu wenig Messpunkte für eine exakte Auswertung gegeben waren.

Diese Tabelle zeigt, dass die E-Module der Folien mit beschichteter Kreide höher sind als jene mit unbeschichteter. Dies lässt auf eine bessere Haftung zwischen Kreidekorn und Polymermatrix durch die Beschichtung schließen.

Bei den nachfolgenden Serien sollte auf jeden Fall beschichtete Kreide verwendet werden.

Tabelle 22: Modulwerte in Verarbeitungsrichtung der unverstreckten Folien

Material	Füllstoff	E-Modul (MD) [N/mm²]
Biomer L9000		2108
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	2815
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	2853
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	2733
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	---
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	2676
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	2582
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	2290
Bio-Flex 482CF		1474
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	1292
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1,5gw%)	1080
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (2gw%)	670
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	1583
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%); TRACEL PP3215 (1gw%)	1297
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (50gw%)	1924

Tabelle 23: Modulwerte in und quer zur Verarbeitungsrichtung der verstreckten Folien

Material	Füllstoff	E-Modul (MD) [N/mm ²]	E-Modul (CD) [N/mm ²]
Biomer L9000		2158	2192
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) beschichtet	2598	2562
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) beschichtet	2509	2471
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) beschichtet	2245	2060
Biomer L9000	OFM 230-AV (60gw%) beschichtet	1426	1247
Biomer L9000	OFM 230-AV (30gw%) unbeschichtet	2706	2549
Biomer L9000	OFM 230-AV (40gw%) unbeschichtet	2836	2679
Biomer L9000	OFM 230-AV (50gw%) unbeschichtet	2370	2222
Bio-Flex 482CF		1457	1428
Bio-Flex 482CF	TRACEL PP3215 (1gw%)	806	661
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%)	1485	1246
Bio-Flex 482CF	OFM 707-AV (15gw%); TRACEL PP3215 (1gw%)	924	638

Durch Zugabe eines Schäummittels wird der E-Modul drastisch gesenkt (Abbildung 50). Bei einem Schäummittelfüllgrad von 2gw% sinkt der E-Modul gegenüber der Folien aus reinem Polymer um mehr als die Hälfte. Durch die Zugabe von Kreide (erhöht den Modul) sollte die Senkung vermieden werden bzw. eine Erhöhung des E-Moduls eintreten. Bei den Folien dieser Serie ist dies aufgrund der entstandenen Löcher nicht der Fall. Dieser Effekt kann in den weiteren Serien durch verfahrenstechnische Verbesserungen wie Einsatz von Mischteilen und Variation von Treibmittel- und Kreidefüllgraden bzw. Verwendung anderer Treibmittel erzielt werden.

Für die in der Coextrusionsfolie verwendete Mittelschicht sollte auf jeden Fall Bio-Flex 482CF als Grundpolymer mit Treibmittel für die Senkung der Dichte und OFM 707-AV für die nötigen mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden.

Der Verstreckprozess hat bei Folien aus Bio-Flex 482CF keine Auswirkungen auf den E-Modul. Bei mit Kreide gefüllten Folien dieses Polymers kommt es durch das Verstrecken zu einer leichten Verringerung des Moduls. Durch Verstrecken von Folien mit enthaltenem Treibmittel werden die gebildeten Schaumblasen aufgerissen, und die Materialeigenschaften dieser Folien verschlechtern sich (Abbildung 51). Für die weiteren herzustellenden Folien sollten Streckversuche mit variierten Streckgeschwindigkeiten und Streckgraden durchgeführt werden, um für die Folien optimale Streckparameter zu erhalten.

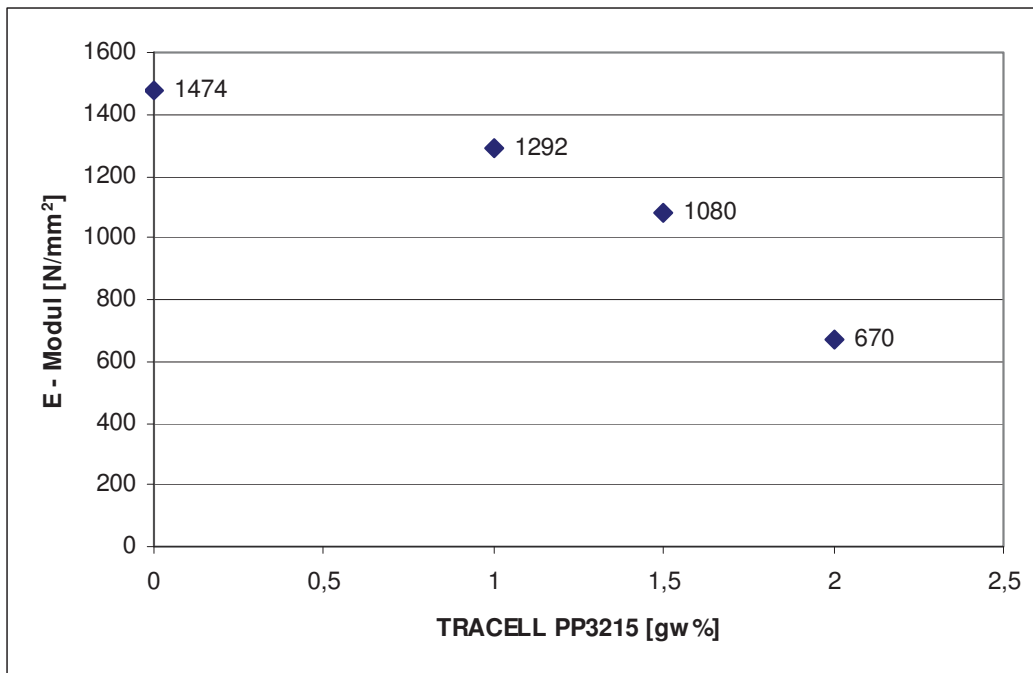


Abbildung 50: Modulverlauf in Abhängigkeit des Anteils von TRACEL PP3215 bei unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF

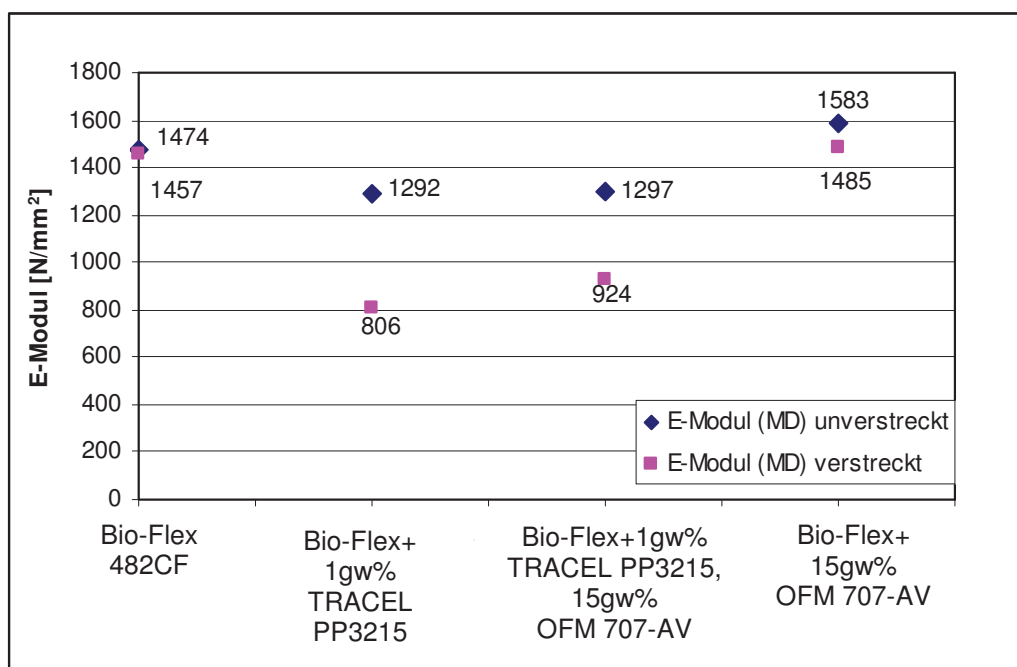


Abbildung 51: E-Modul in Abhängigkeit des Treibmittel- und Kreidefüllgrads bei unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP 3215 und OFM 707-AV

Bei den verstreckten Folien ist der E-Modul in und quer zur Verarbeitungsrichtung nahezu identisch. Bei höheren Füllgraden sinkt der Modul quer zu Abzugsrichtung. Dasselbe gilt für kreidegefüllte, unverstreckte und verstreckte Folien dieser Serie. Dies ist dadurch zu erklären, dass bei hohem Kreideanteil die Polymermatrix die Partikel nicht mehr ausreichend umhüllen kann und somit keine Haftung zwischen Kreide und Polymer gegeben ist (Abbildung 52 und Abbildung 53).

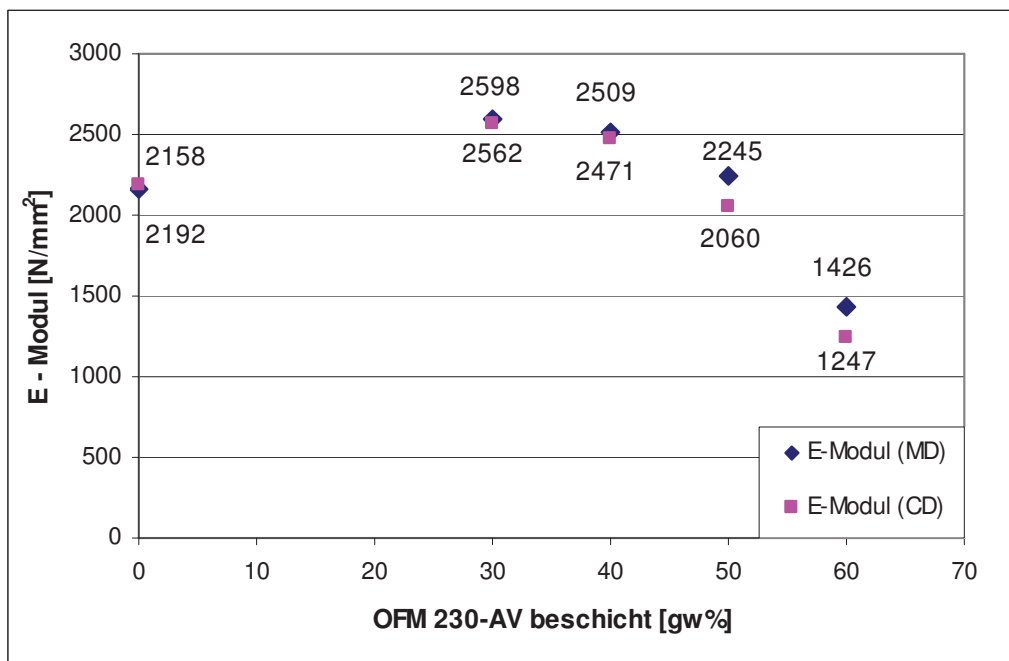


Abbildung 52: Modulverlauf in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads (OFM 230-AV beschichtet) bei verstreckten Folien in und quer zu Verarbeitungsrichtung

Für die Deckschicht in der späteren Dreischichtfolie sollten auf jeden Fall beschichtete und kleinere Kreidepartikel verwendet werden. Weiters sollten für die gewünschten Kreidefüllgrade Compounds hergestellt werden, um das händische Verdünnen im Einschneckenextruder auf die gewünschten Gewichtsprozentage zu vermeiden. Die Kreidepartikel werden dadurch homogener in der Folienbahn verteilt werden.

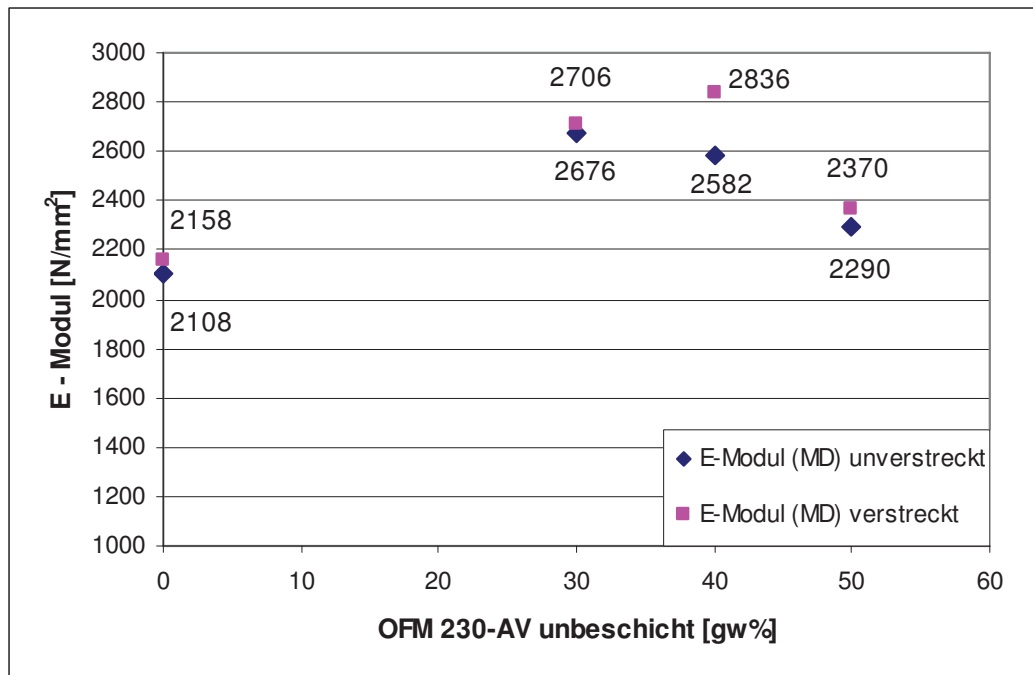


Abbildung 53: Modulverlauf in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads (OFM 230-AV unbeschichtet) bei verstreckten und ungestreckten Folien in Verarbeitungsrichtung

5.10 Charakterisierungsergebnisse Mondi Business Paper

In den beiden nachfolgenden Tabellen sind alle Ergebnisse der Charakterisierungsmethoden von Mondi Business Paper angeführt. Für den Vergleich sind jeweils in der letzten Zeile die Vergleichswerte von Kopierpapier angegeben.

Durch den Verstreckvorgang kann die Steifigkeit der Folien zu sehr guten Werten angehoben werden.

Die Doppelfalzzahl sinkt mit steigendem Füllgrad aufgrund der immer spröder werdenden Folien.

Da bei diesen Folien noch kein TiO_2 zugegeben wurde, konnten die gewünschten Weißgrade nicht erreicht werden.

Für die Rauigkeitswerte müssen nur die Folien aus Biomer L9000 betrachtet werden, da diese in der Coextrusionsfolie als Deckschicht dienen. Man sieht, dass durch das Verstrecken die ohnehin zu rauen Folien noch rauer werden. Diese Oberflächenrauigkeit kann durch kleinere Kreidepartikel und verfahrenstechnisch durch Pressen der Folie mittels der Kühlwalzen gesenkt werden.

Tabelle 24: Charakterisierungsergebnisse der Mondi Business Paper Holding AG unverstreckter Folien

Sample	Stiffness MD	Stiffness CD	Breaking length MD [m]	Breaking length CD [m]	Double Seam MD	Double Seam CD	Brightness with UV [%] OS	Brightness with UV [%] US	Brightness without UV [%] OS	Brightness without UV [%] US	CIE Whiteness OS	CIE Whiteness US	Opacity [%]	BEKK [sec] Bendsen [ml/min]
Biomar L9000	27	24	3807,70	4037,41	1136,00	874,00	x	x	x	x	x	x	x	9908,00
30g/m ² (CFM 230-AV/b)	63	58	4060,00	3201,99	5,50	24,30	79,91	79,74	79,81	79,88	69,52	69,38	42,6	—
40g/m ² (CFM 230-AV/b)	54	51	3473,00	2425,94	50,80	4,80	81,21	81,26	81,11	81,21	70,74	70,81	49,4	—
50g/m ² (CFM 230-AV/b)	42	47	1795,00	1193,21	2,00	1,00	82,22	82,20	82,20	82,21	72,43	72,35	52,4	—
60g/m ² (CFM 230-AV/b)	42	42	1195,00	666,41	0,00	0,00	81,54	81,49	81,52	81,49	71,81	71,67	55,4	—
30g/m ² (CFM 230-AV/u)	60	48	3962,89	2893,48	69,50	19,60	79,56	79,46	79,53	79,42	68,69	68,33	41,6	—
40g/m ² (CFM 230-AV/u)	36	31	2794,70	1822,75	0,30	1,50	81,03	80,94	81,03	80,94	70,82	70,75	47,3	—
50g/m ² (CFM 230-AV/u)	41	29	1505,35	990,39	0,00	0,00	81,37	81,45	81,37	81,45	71,07	71,20	49,1	—
Bio-Flex 482CF	45	34	außerhalb d. Messbereichs	1895,18	1581,75	1443,25	63,40	63,57	63,36	63,51	36,26	36,69	43,3	803,00
1g/m ² TRACELL PP 3215	26	21	2469,40	1405,25	911,25	430,50	66,17	66,01	66,12	65,97	40,32	40,12	41,0	141,00
1,5g/m ² TRACELL PP 3215	13	9	1362,86	522,65	632,80	0,00	69,60	69,42	69,70	69,33	48,70	47,99	39,1	—
2g/m ² TRACELL PP 3215	8	7	574,22	325,30	526,80	0,00	71,00	70,81	70,86	70,70	49,66	49,53	40,2	—
15g/m ² (CFM 707-AV)	47	48	3054,15	2531,30	1123,00	558,00	65,21	65,61	65,12	65,53	37,41	38,30	51,3	241,00
15g/m ² (CFM 707-AV) 1g/m ² TRACELL PP 3215	34	30	2165,17	1796,41	434,00	198,50	65,90	65,89	65,78	65,77	37,90	37,87	47,8	—
50g/m ² (CFM 707-AV)	15	13	924,83	661,21	3,00	0,80	77,36	77,20	77,33	77,16	65,39	65,09	49,6	1047,00
Papier	180	140	—	—	—	—	110	110	90	90	140	140	92	50-150

x... konnte nicht gemessen werden

Tabelle 25: Charakterisierungsergebnisse der Mondi Business Paper Holding AG verstreckter Folien

Sample	Stiffness MD	Stiffness CD	Double Seam MD	Double Seam CD	Brightness with UV [%] OS	Brightness with UV [%] US	Brightness without UV [%] OS	Brightness without UV [%] US	OE Whiteness OS	OE Whiteness US	Opacity [%]	BB4K [sec] Bartsen [ml/min] OS	BB4K US	Roughness OS	Roughness US
Elmer LS000	115	68	1076	312	x	x	x	x	x	x	x	847,00	622,00	—	—
30g% (CFM 230-A/v)	148	148	365	608	86,26	86,28	85,81	85,86	72,96	72,98	46,24	—	—	667,75	506,50
40g% (CFM 230-A/v)	152	147	195	211	86,17	86,20	85,84	85,85	73,04	73,13	57,76	—	—	885,25	715,25
50g% (CFM 230-A/v)	183	141	19	7	87,12	87,03	86,94	86,81	76,24	76,05	75,04	—	—	1201,25	1153,25
60g% (CFM 230-A/v)	210	170	x	x	87,47	87,61	87,40	87,54	78,01	78,23	85,55	—	—	3601,00	3376,00
30g% (CFM 230-A/u)	152	140	389	4	85,68	85,65	85,23	85,27	71,75	71,74	47,12	—	—	754,00	801,25
40g% (CFM 230-A/u)	148	128	11	1	85,71	85,90	85,38	85,57	72,15	72,37	58,85	—	—	934,00	1028,00
50g% (CFM 230-A/u)	130	103	x	x	86,22	86,20	85,98	85,95	73,79	73,79	70,34	—	—	1788,50	1937,75
Elc-Flex 482CF	98	71	4478	6222	79,29	79,78	79,02	79,48	58,64	59,38	41,01	171,00	149,00	—	—
1g% TRACELL PR3215	57	28	3890	1728	80,19	80,34	79,95	80,08	80,78	81,07	58,94	—	—	1809,50	1306,50
15g% (CFM 707-A)	81	77	2988	2469	77,84	78,47	77,53	78,17	52,61	53,96	47,09	147,00	173,00	—	—
15g% (CFM 707-A); 1g% TRACELL PR3215	59	43	1284	640	80,31	79,92	79,98	79,58	59,17	58,33	47,11	—	—	3732,25	3784,00
Papier	160	140	—	—	110	110	90	90	140	140	92	50-150	50-150	50-200	50-200

x... konnte nicht gemessen werden

6 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel dieser Arbeit war es, hochgefüllte und geschäumte Flachfolien in einer ersten Serie herzustellen und zu charakterisieren, um später aus geeigneten Mischungen Coextrusionsfolien zu produzieren. Dafür wurden mittels einer Castfolienanlage am Institut für Kunststoffverarbeitung 27 unterschiedliche Flachfolien aus zwei Biopolymeren mit unterschiedlichen Kreide- und Schäummittelfüllgraden in Stärken von 100µm und 300µm hergestellt. Alle 300µm starken Folienmuster wurden weiters biaxial verstreckt.

Geht man von einem E-Modul von 3300 MPa und einer Dichte von 0,8 g/cm³ aus, welche den Werten eines handelsüblichen Kopierpapiers entsprechen, so müssten die Werte der Coextrusionsschichten, bei einer Dicke der Deckschichten von je 20µm und der Mittelschicht von 60µm, jenen, welche in Abbildung 54 angegeben sind, nahe kommen.

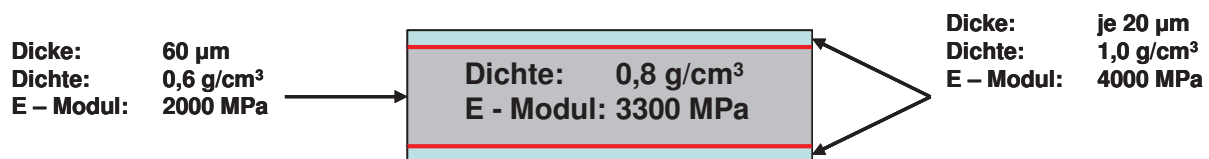


Abbildung 54: Angestrebte mechanische Werte der Schichten einer Coextrusionsfolie

Um bei den beiden verwendeten Materialien diese gewünschten Werte zu realisieren, müssen folgende Modifizierungen durchgeführt werden:

Zum Füllen von **Biomer L9000**, welches im Kopierpapier als Deckschicht fungieren soll, wurde ein grobkörniger, beschichteter und unbeschichteter Kreidotyp verwendet. Es zeigte sich, dass die unbeschichtete Kreide sich schlecht mit dem Polymer bindet und dadurch hohe Füllgrade nicht realisierbar waren. Anhand der mikroskopischen Untersuchungen war erkennbar, dass bei hohen Kreidefüllgraden die Polymermatrix die Kreidepartikel nicht vollständig umhüllen kann und es somit zu Lochbildungen und Abfall der Dichte und des Moduls kommt. Dadurch weisen die verstreckten Folien nur einen gering höheren E-Modul auf als die unverstreckten. Jedoch kann durch das Verstrecken eine Gleichheit der mechanischen Eigenschaften in Längs- (MD) und Querrichtung (CD) geschaffen werden und die

Biegesteifigkeit um mehr als das Dreifache erhöht werden. Die Werte der Oberflächenrauigkeit, Opazität und Temperaturbeständigkeit liegen jedoch unter jenen von herkömmlichem Kopierpapier.

Für die Herstellung nächster Deckfolienserien sollten Masterbatches aus Biomer L9000, beschichteter Kreide mit kleinerer Korngröße und dem benötigten Füllgrad verwendet werden. Dies ermöglicht Folien mit einer homogeneren Verteilung der Kreidepartikel und einer glatteren Oberfläche. Zusätzlich würde der E-Modul stark angehoben werden. Durch Zugabe von TiO_2 wird die Opazität der Folien verbessert. Verfahrenstechnisch kann die Rauigkeit der Oberfläche durch Pressen der Folie mittels der Kühlwalzen gesenkt werden. Weiters sollte durch Streckversuche ein Verstreckgrad gefunden werden, bei welchem es zu keinem Aufreißen der Kreide-Polymerhaftung kommt und somit eine maximale Erhöhung des E-Moduls erzielt werden kann. Eine gewünschte Temperaturbeständigkeit der Castfolien könnte durch Strahlenvernetzung erzielt werden.

Zum Modifizieren der Folien aus **Bio-Flex 482CF** diente ein Schäummittel auf Basis von Polypropylen und ein beschichteter Kreidetypp mit einer feinen Körnung. Dieses Material soll in der Dreischichtfolie als Mittelschicht zur Senkung der Dichte, des Materialverbrauchs und zur Stabilisierung der mechanischen Eigenschaften dienen. Es zeigte sich, dass durch das Schäumen die Dichte fast um die Hälfte gesenkt werden konnte. Jedoch entstanden bei höheren Schäumgraden durch eine schlechte Verteilung des Treibmittels über die Breite der Folienbahn sehr große Löcher, welche die mechanischen Eigenschaften sowohl unverstreckt als auch verstreckt drastisch senkten. Die Zugabe feiner Kreidepartikel gewährleistet eine homogenere Schaumstruktur. Die Oberflächenbeschaffenheit und Opazität spielen bei diesem Material keine Rolle, da dieses im synthetischen Papier nicht sichtbar ist.

In zukünftig produzierten Folien dieses Grundmaterials sollte unbedingt ein Treibmittel auf Basis von PLA und der bereits verwendete Kreidetypp OFM 707-AV als Nukleierungsmittel und zur Steifigkeitserhöhung eingearbeitet werden. Dafür wäre es vonnöten, Schäumversuche mit anderen Treibmitteln durchzuführen, um ein optimales Schäummittel und den idealen Füllgrad zu finden. Um eine bessere Verteilung des Treibmittels zu gewährleisten, ist bei weiteren Serien ein Mischteil zu verwenden.

7 Verwendete Zeichen und Abkürzungen

%	Prozent
gw%	Gewichtsprozent
°C	Grad Celsius
AC	Gleichstrom
Al ₂ O ₃	Aluminiumoxid
CaCO ₃	Calciumcarbonat
CD	quer zur Verarbeitungsrichtung
cm	Zentimeter
cm ³	Kubikzentimeter
D	Durchmesser
dm	Dezimeter
dm ³	Kubikdezimeter
DMA	Dynamisch Mechanische Analyse
DSC	Differenzial Scanning Caloremetrie
E'-Modul	Speichermodul
E-Modul	Elastizitätsmodul
Hz	Herz
IR	Infrarot
K	Kelvin
kg	Kilogramm
L	Länge
L _w	wirksame Länge
MB	Masterbatch
MD	in Verarbeitungsrichtung
min	Minuten

mm	Millimeter
N	Newton
OFM	Omyafilm
OS	Oberseite
p	Druck
PA	Polyamid
PE	Polyethylen
PHB	Polyhydroxybutyrat
PLA	Polylactic Acid (Polymilchsäure)
p_{\max}	Maximaldruck
PP	Polypropylen
pt	Pixel
PVC	Polyvinylchlorid
REM	Rasterelektronenmikroskopie
s	Sekunde
$\tan \delta$	Dämpfung
TD	quer zur Verarbeitungsrichtung
T_g	Glasübergangstemperatur
TiO_2	Titandioxid
T_M	Schmelztemperatur
upm	Umdrehungen pro Minute
US	Unterseite
Δp	Druckdifferenz
μm	Mikrometer
ρ	Roh

8 Literaturverzeichnis

- [1] *Plank M.*: Rheologische und thermodynamische Materialeigenschaften von Polymeren auf Basis nachwachsender Rohstoffe, Bakkalaureatsarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008
- [2] *Kilian-Druck Nürnberg*: Wissenswertes über Papier, <http://www.killian-druck.de/html/papier.html>
- [3] *Schauritsch G.*: TÜV Österreich, Einsatz der Schallemissionsprüfung bei der wiederkehrenden Untersuchung an Kühl- und Trockenzyklindern in Papiermaschinen – Erfahrungsbericht, DACH-Jahresbericht, Salzburg 2004
- [4] *Stachel M.*: Funktionsweise eines Laserdruckers, <http://www.drucker-infos.de/laserdrucker.html>
- [5] *Fa. Karos*: Funktionsweise eines Laserdruckers <http://www.karos-toner.de>
- [6] *Willhelm H.; Reitinger K.*: Nachwachsende Biopolymere als Substitution für Massenkunststoffe; Bericht aus Energie und Umweltforschung 14/2006
- [7] *Jacobsen S.*: Polylactide – Biologisch abbaubar Kunststoffe aus nachwachsenden Rohstoffen für neue Anwendungen, Wechselwirkungen 2000 Universität Stuttgart
- [8] *Thoms Ch.*: Chemie im Alltag, Polymilchsäure, Universität Regensburg, <http://www-oc.chemie.uni-regensburg.de/Reiser/ChemieAlltag/Polymilchsaeure.pdf>
- [9] *Fa. Omya International AG, Oferting (Schweiz)*: Technische Information Kunststoffe R1-01, Mineralische Zusatzstoffe für die Kunststoffindustrie
- [10] *Schwarz O., Ebeling F., Lüpke G.*: Kunststoffverarbeitung, Vogel Buchverlag, 6. überarbeitete Auflage, Würzburg 1991
- [11] *Laske S.*: Vorlesungsskriptum zu Maschinen und Anlagen für das Extrudieren, Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben 2007
- [12] *Wortberg J., Schmachtenberg E.*: Übungsskript Einführung in die Kunststofftechnik, Institut für Kunststofftechnik und Kunststoffmaschinen, Universität Essen 2000
- [13] *Langecker G. R.*: Vorlesungsunterlagen zu Kunststoffverarbeitung II. Institut für Kunststoffverarbeitung, Montanuniversität Leoben, 2004.
- [14] *Wortberg J.*: Verarbeitungsverfahren für Kunststoffe, Institut für Produkt Engineering; Gerharg-Mercator Universität Duisburg

- [15] *ESDE Maschinentchnik GmbH Deutschland: ESDE Breitschlitzdüsen*,
http://www.esde-maschinentchnik.de/pages_de/duese.html
- [16] *Miethlinger J.:* Extrusion von Castfolien Anlagentechnik und Beeinflussung der Endprodukteigenschaften, Dissertation, Montanuniversität Leoben 2001
- [17] *Rattenberger S.:* Uni- und biaxiales Verstrecken von isotaktischem Polypropylen im teilaufgeschmolzenen Zustand, Dissertation, Technische Fakultät der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, 2002
- [18] *Brückner Maschinenbau GmbH & Co. KG, Siegsdorf: Technologie Center, Karo IV Laboratory Stretching Machine*
http://www.brueckner.de/index_stretching.htm
- [19] *Mattausch H. I.:* Infrarot-spektroskopische Charakterisierung von Polymeren und Additiven, Bakkalaureatsarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Prüfung der Kunststoffe und PCCL, Montanuniversität Leoben 2008
- [20] *RWTH Aachen:* Institut für Oberflächentechnik im Maschinenbau, Prüfung / Analytik, Werkstoffanalyse, Differential-Scanning-Caloremtrie.
<http://www.iot.rwth-aachen.de/index.php?id=522>
- [21] *Beledzki A. K.:* Thermische Analyse, Institut für Werkstofftechnik, Universität Kassel, <http://www.kutech-kassel.de>
- [22] *Hochschule für Technik, Wirtschaft und Kultur Leipzig (FH):* Fachbereich Mathematik und Naturwissenschaften, Physikalisches Praktikum SS 2007
- [23] *WIKIPEDIA die freie Enzyklopädie:* Konfokalmikroskop,
<http://de.wikipedia.org/wiki/Konfokalmikroskop>
- [24] *Kunz M., Forster Ch.:* Konstruktion und Bau einer Zugprüfmaschine, Studienarbeit, Berufsakademie Lörrach-University of Cooperative Education 2001
- [25] *Biomer GmbH:* Verarbeitung von PLA <http://www.biomer.de/IndexD.html>
- [26] *Biomer GmbH:* Materialdatenblatt von Biomer L9000
- [27] *FKUR Kunststoff GmbH:* Biologisch Abbaubare PLA-Blends,
<http://www.fkur.de/?page=15>
- [28] *FKUR Kunststoff GmbH:* Materialdatenblatt von BioFlex 482CF
- [29] *TRAMACO GmbH:* Chemische Treibmittel und Additive für Extrusion von PP, Treibmittelcompounds, <http://www.tramaco.de>
- [30] *Burckhalter R.:* Materialdatenblätter von verwendeten Kreidetypen, Omya AG Schweiz

9 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Eigenschaftsprofil von synthetischem Papier.....	2
Tabelle 2: Physikalische Zonen eines Einschneckenextruders [13]	16
Tabelle 3: Prüfparameter der IR-spektroskopischen Untersuchung	24
Tabelle 4: Prozessparameter der DSC für Biomer L9000	26
Tabelle 5: Prozessparameter der DSC für Bio-Flex 482CF	26
Tabelle 6: Prüfparameter für die Dynamisch Mechanische Analyse.....	27
Tabelle 7: Abmessungen der Zugprüfkörper	30
Tabelle 8: Prüfparameter für die Zugprüfung.....	30
Tabelle 9: Materialdaten der verwendeten Biopolymere [25], [27].....	32
Tabelle 10: Verwendete Masterbatches	33
Tabelle 11: Prozessparameter für das Compoundieren der Masterbatches.....	34
Tabelle 12: Materialdaten des verwendeten Treibmittels TRACEL PP3215 [29].....	35
Tabelle 13: Hergestellte Polymermischungen für die unverstreckten Folien	35
Tabelle 14: Hergestellte Polymermischungen für die verstreckten Folien	36
Tabelle 15: Extrusionseinstellungen für die Herstellung der Folien	37
Tabelle 16: Prozessparameter für das Verstrecken der Folien.....	38
Tabelle 17: Durchschnittliche Dicken der unverstreckten Folien	42
Tabelle 18: Durchschnittliche Dicken der verstreckten Folien	45
Tabelle 19: Dichtewerte der unverstreckten Folien.....	46
Tabelle 20: Dichtewerte der verstreckten Folien.....	46
Tabelle 21: Charakteristische Temperaturen von Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF ermittelt aus den DSC-Kurven	56
Tabelle 22: Modulwerte in Verarbeitungsrichtung der unverstreckten Folien	74
Tabelle 23: Modulwerte in und quer zur Verarbeitungsrichtung der verstreckten Folien	75
Tabelle 24: Charakterisierungsergebnisse der Mondi Business Paper Holding AG unverstreckter Folien	79
Tabelle 25: Charakterisierungsergebnisse der Mondi Business Paper Holding AG verstreckter Folien	80

10 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung einer Papiermaschine [3].....	4
Abbildung 2: OPC-Trommel und Laserdiode [4].....	6
Abbildung 3: Funktionsweise eines Laserdruckers [5].....	6
Abbildung 4: Einteilung von biologisch abbaubaren Polymeren [6].....	8
Abbildung 5: Milchsäure–Isomere und daraus resultierende Lactid–Dimere [8].....	9
Abbildung 6: Reaktionsmechanismus der Polykondensation [8].....	10
Abbildung 7: REM-Aufnahme von CaCO_3 (5000-fache Vergrößerung) [9]:.....	13
Abbildung 8: Gesamtaufbau einer Flachfolienextrusionsanlage [11].....	14
Abbildung 9: konventionelle Dreizonenschnecke mit Mischteil [13].....	16
Abbildung 10: Schematische Darstellung einer Breitschlitzdüse [15].....	17
Abbildung 11: Schematische Darstellung einer Chill Roll [11].....	19
Abbildung 12: Schematische Darstellung des biaxialen Laborstreckrahmens KARO IV [17].....	20
Abbildung 13: Einlegen der Folienprobe in den Verstreckrahmen [18].....	21
Abbildung 14: Folie nach dem Verstrecken [18].....	22
Abbildung 15: Linearer Teil der Spannungs-Dehnungs-Kurve zur Bestimmung des Elastizitätsmodul.....	31
Abbildung 16: Folie vor sowie nach dem Verstreckvorgang.....	39
Abbildung 17: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Verstreckung in Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000 +30gw% 230-AV besch.).....	39
Abbildung 18: Spannungs-Dehnungs-Diagramm der Verstreckung quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000 +30gw% 230-AV besch.).....	40
Abbildung 19: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Biomer L9000 und Biomer L9000 + 30gw% OFM 230-AV beschichtet.....	43
Abbildung 20: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Bio- Flex 482CF und Bio-Flex 482CF + 1,5gw% TRACEL PP3215.....	44
Abbildung 21: Dichte in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads bei unverstreckten Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit OFM 230-AV unbeschichtet.	47
Abbildung 22: Dichte in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads bei verstreckten Folien aus Biomer L9000 gefüllt mit OFM 230-AV beschichtet.	47
Abbildung 23: Dichte in Abhängigkeit des Treibmittelfüllgrads bei unverstreckten Folie Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP3215.....	48

Abbildung 24: Dichte in Abhängigkeit des Treibmittel- und Kreidefüllgrads bei unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP3215 und OFM 707-AV	49
Abbildung 25: Infrarot-Spektrum von PLA [19]	50
Abbildung 26: Strukturformel von PLA [19].....	50
Abbildung 29: DSC-Kurve von Biomer L9000 in Granulatform	53
Abbildung 30: DSC-Kurve von der Folie aus Biomer L9000	54
Abbildung 31: DSC-Kurve von Bio-Flex 482CF in Granulatform	55
Abbildung 32: DSC-Kurve der Folie aus Bio-Flex 482CF	55
Abbildung 33: Dynamisch Mechanische Analyse von Biomer L9000	57
Abbildung 34: Dynamisch Mechanische Analyse von Bio-Flex 482CF.....	57
Abbildung 35: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 unverstreckt mit angegebenen Füllgraden.....	58
Abbildung 36: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 verstreckt mit angegebenen Füllgraden.....	60
Abbildung 37: Auflichtmikroskopiebilder von Bio-Flex 482CF unverstreckt mit angegebenen Füllgraden.....	61
Abbildung 38: Auflichtmikroskopiebilder von Bio-Flex 482CF verstreckt mit angegebenen Füllgraden.....	62
Abbildung 39: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Füllgraden	64
Abbildung 40: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Schäumgraden.....	65
Abbildung 41: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Füll- und Schäumgraden.....	66
Abbildung 42: REM-Untersuchungen von Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden.	68
Abbildung 43: REM-Untersuchungen von Bio-Flex 482CF mit verschiedenen Füllgraden.	69
Abbildung 44: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden	70

Abbildung 45: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten und verstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden	71
Abbildung 46: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von verstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Füllgraden von unbeschichteter und beschichteter Kreide	71
Abbildung 47: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Kreide- und Treibmittelfüllgraden	72
Abbildung 48: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF mit angegebenen Kreide- und Treibmittelfüllgraden.....	73
Abbildung 49: Ermitteltes Spannungs-Dehnungs-Diagramm durch die Zugversuche von verstreckten Folien aus Biomer L9000 mit angegebenen Kreidefüllgraden	73
Abbildung 50: Modulverlauf in Abhängigkeit des Anteils von TRACEL PP3215 bei unverstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF.....	76
Abbildung 51: E-Modul in Abhängigkeit des Treibmittel- und Kreidefüllgrads bei unverstreckten und verstreckten Folien aus Bio-Flex 482CF gefüllt mit TRACEL PP 3215 und OFM 707-AV.....	76
Abbildung 52: Modulverlauf in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads (OFM 230-AV beschichtet) bei verstreckten Folien in und quer zu Verarbeitungsrichtung	77
Abbildung 53: Modulverlauf in Abhängigkeit des Kreidefüllgrads (OFM 230-AV unbeschichtet) bei verstreckten und unverstreckten Folien in Verarbeitungsrichtung	78
Abbildung 54: Angestrebte mechanische Werte der Schichten einer Coextrusionsfolie	81
Abbildung 55: Materialdatenblatt von Biomer L9000 [26]	93
Abbildung 56: Materialdatenblatt von Bio-Flex [®] 482CF [28].....	94
Abbildung 57: Materialdatenblatt der Kreidesorte Omyafilm 230-AV [30].....	95
Abbildung 58: Materialdatenblatt der Kreidesorte Omyafilm 707-AV [30].....	96
Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000).....	97

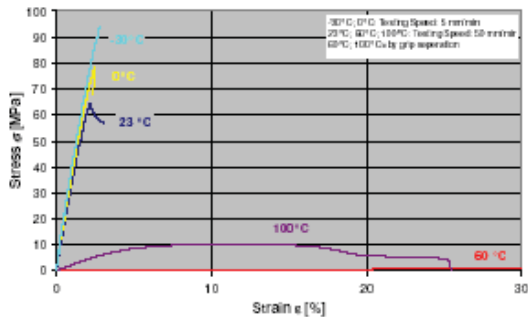
Abbildung 60: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+40gw% OFM 230-AV besch.)...	97
Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+50gw% OFM 230-AV besch.)...	97
Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+60gw% OFM 230-AV besch.)...	97
Abbildung 63: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+30gw% OFM 230-AV unbesch.)	98
Abbildung 64: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+40gw% OFM 230-AV unbesch.)	98
Abbildung 65: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+50gw% OFM 230-AV unbesch.)	98
Abbildung 66: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF)	98
Abbildung 67: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+1gw% TRACELL PP3215).	99
Abbildung 68: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+15gw% OFM 707-AV).....	99
Abbildung 69: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+1gw% TRACELL PP3215, 15gw% OFM 707-AV).....	99
Abbildung 70: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF mit unterschiedlichen Füllgraden	100
Abbildung 71: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 verstreckt und unverstreckt mit unterschiedlichen Füllgraden	101
Abbildung 72: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden.....	102

Abbildung 73: REM-Untersuchungen von Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden.	103
Abbildung 74: REM-Untersuchungen von Bio-Flex 482CF mit verschiedenen Füllgraden.	105

11 Anhang

Biomer L9000

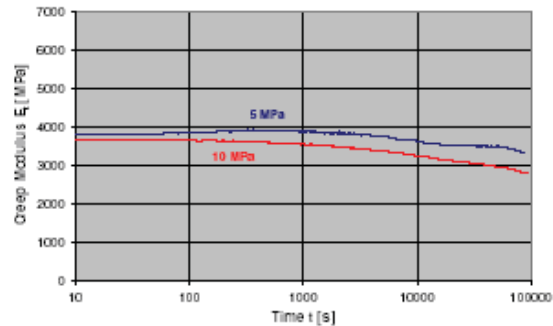
Tensile Properties (ISO 527)



		Temperature [°C]					
		-30	0	23	60 ³⁾	100 ³⁾	
Young's modulus ¹⁾	E_t	[MPa]	4080 ±110	4010 ±130	3580 ±120	233 ±81 ³⁾	206 ±50 ³⁾
Yield stress ²⁾	σ_Y	[MPa]	-	77,2 ±1,4	64,3 ±0,6 ³⁾	-	10,0 ±0,3 ³⁾
Tensile strain at yield ²⁾	ϵ_Y	[%]	-	2,5 ±0,0	2,2 ±0,0 ³⁾	-	11 ±3 ³⁾
Tensile stress at break ²⁾	σ_B	[MPa]	93,6 ±6,9	75,1 ±1,2	56,6 ±1,6 ³⁾	>2 ³⁾	4,2 ±0,1 ³⁾
Tensile strain at break ²⁾	ϵ_B	[%]	2,8 ±0,4	2,5 ±0,1	3,23 ±0,9 ³⁾	-	-
Nominal tens. strain at break	ϵ_{tB}	[%]	-	-	-	>140 ³⁾	26 ±5 ³⁾
Tensile strength ²⁾	σ_M	[MPa]	93,6 ±6,9	77,2 ±1,4	64,3 ±0,6 ³⁾	>2 ³⁾	10,0 ±0,3 ³⁾
Tensile strain at σ_M ²⁾	ϵ_M	[%]	2,8 ±0,4	2,5 ±0,0	2,2 ±0,0 ³⁾	>140 ³⁾	11 ±3 ³⁾

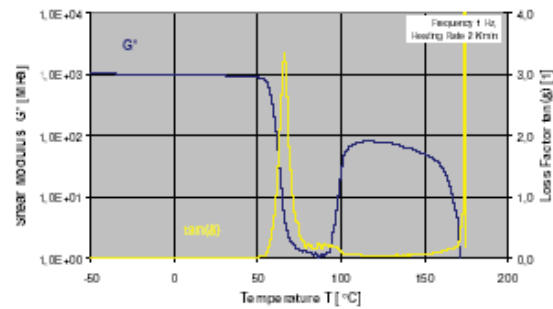
¹⁾ Testing speed 1 mm/min ²⁾ Testing speed 5 mm/min
³⁾ Testing speed 50 mm/min

Tensile Creep Behavior (ISO 899-1)



		Temperature [°C]			
		-30	0	23	
Tensile creep modulus	$E_{t,th}$	[MPa]	-	3800	3410

Dynamic Mechanical Prop. (ISO 6721-7)



Flexural Properties (ISO 178)

Flexural modulus	E_f	[MPa]	3150±50
Flexural strength	σ_{fM}	[MPa]	96,7±0,9
Flexural strain at flexural strength	ϵ_{fM}	[%]	4,5±0,0

Testing speed 2 mm/min

Density (ISO 1183)

Density	ρ_{23}	[g/cm ³]	1,248 ±0,001
---------	-------------	----------------------	--------------

Charpy Impact Properties (ISO 179-1)

		Temp. [°C]		
		-30	23	
Charpy unnotched impact strength	a_{cU}	[kJ/m ²]	24,3 ±1,5	20,4 ±2,0
Charpy notched impact strength	a_{cN}	[kJ/m ²]	2,1 ±0,4	1,8 ±0,2

Water Absorption (ISO 62)

Water Absorption	c	[%]	0,30±0,01
------------------	---	-----	-----------

Samples dried 24 h at 50 °C prior to testing and immersed in water for 24 h.

If not stated otherwise, testing was performed at 23 °C and 50% r.H.
 If quoted, "±" gives the range of confidence with 95 %.

Abbildung 55: Materialdatenblatt von Biomer L9000 [26]

Technisches Datenblatt

Bio-Flex[®] 482CF

Eigenschaften	Einheit	Richtwert	Norm
Mechanische Eigenschaften			
Zug-E-Modul	N/mm ²	2.675,00	ISO 527
Zugfestigkeit	N/mm ²	45,60	ISO 527
Dehnung bei Zugfestigkeit	%	33,50	ISO 527
Bruchspannung	N/mm ²	23,00	ISO 527
Bruchdehnung	%	32,00	ISO 527
Biege-E-Modul	N/mm ²	336,00	ISO 178
Bruchdehnung	N/mm ²	12,50	ISO 178
Kerbschlagzähigkeit Charpy	kJ/m ²	6,50	ISO 179 eA
Schlagzähigkeit Charpy	kJ/m ²	kein Bruch	ISO 179 eU
Thermische Eigenschaften			
Schmelztemperatur	°C	> 155	ISO 3146-C
Formbeständigkeit Vicat A	°C	65,00	ISO 75
MVR190/2,16	cm ³ /10min	3 - 7	ISO 1133
MFR190/2,16	g/10min	3 - 7	ISO 1133
Sonstige Eigenschaften			
Dichte	g/cm ³	1,24	ISO 1183
Schüttdichte	kg/m ³	693,00	ISO 60
Folieneigenschaften 30µm Folie			
Zug-E-Modul längs / quer	N/mm ²		ISO 527
Zugfestigkeit längs / quer	N/mm ²		ISO 527
Zugfestigkeit längs / quer	%		ISO 527
Bruchspannung	N/mm ²		ISO 527
Bruchdehnung längs / quer	%		ISO 527
Weiterreißkraft längs / quer	N		DIN 53 363
Weiterreißwiderstand längs / quer	N/mm		DIN 53 363

Die angegebenen Werte wurden an genormten Prüfkörpern im Normklima ermittelt. Die Angaben sind als Richtwerte anzusehen, nicht als verbindliche Mindestwerte. Die Eigenschaften können unter Umständen durch die Verarbeitungsbedingungen beeinflusst werden.

Datum der letzten Änderung: August 2006

Abbildung 56: Materialdatenblatt von Bio-Flex[®] 482CF [28]

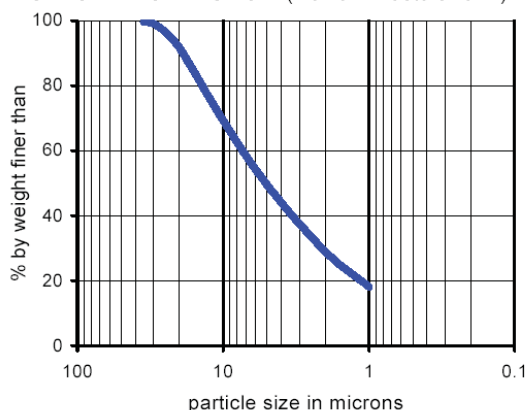
OMYAFILM[®] 230 - AV

PRODUCTION SITE:	AVENZA-CARRARA, Italy (certified ISO 9001 and ISO 14001)	
SHORT DESCRIPTION OF THE PRODUCT:	High purity, fine calcium carbonate powder with excellent dispersion properties, manufactured from an extreme white Carrara marble.	
CHEMICAL ANALYSIS OF THE RAW MATERIAL:	CaCO ₃	97.5 %
	MgCO ₃	2.0 %
	Fe ₂ O ₃	0.03 %
	HCl insoluble content	0.3 %
SPECIFIC PRODUCT DATA:	Fineness:	
	· Residue on a 45 µm sieve (ISO 787/7)	0.1 %
	· Top cut (d98%)	30 µm
	· Mean particle size (d50%)	5 µm
	Whiteness:	
	· Brightness (Ry, C/2°, DIN 53163)	95 %
	· Brightness CIE L*, a*, b* (DIN 6174)	98/0.05/0.80
	Moisture ex works (ISO 787/2)	0.2 %
GENERAL PRODUCT DATA:	Packed bulk density (ISO 787/11)	1.3 g/ml
	DOP absorption (ISO 787/5)	28 g/100g

MAIN APPLICATIONS:

- Plastics
- PO
 - Paperlike film

PARTICLE SIZE DISTRIBUTION (Malvern Mastersizer X):



STANDARD PACKAGING:

- BAG (paper) of 25 kg on pallet

The information contained in this Technical Data Sheet relates only to the specific material designated herein and does not relate to use in combination with any other material or in any process. The information provided herein is based on technical data that Omya believes to be reliable, however Omya makes no representation or warranty as to the completeness or accuracy thereof and Omya assumes no liability resulting from its use or for any claims, losses, or damages of any third party. Recipients receiving this information must exercise their own judgement as to the appropriateness of its use, and it is the user's responsibility to assess the material's suitability (including safety) for a particular purpose prior to such use.

edition : 03.05.2007
6-PRODINFO : ITAV 175608_02_E
version : 001

Abbildung 57: Materialdatenblatt der Kreidesorte Omyafilm 230-AV [30]

OMYAFILM® 707 - AV

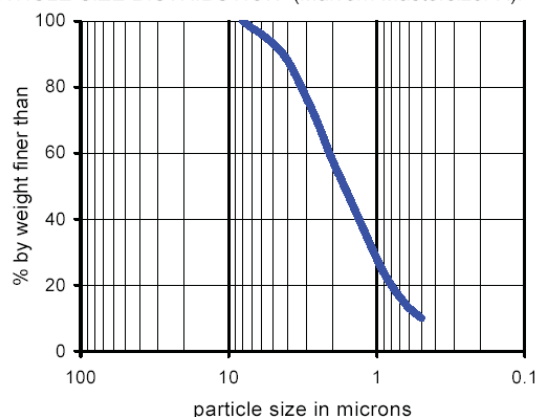
PRODUCTION SITE:	AVENZA-CARRARA, Italy (certified ISO 9001 and ISO 14001)	
SHORT DESCRIPTION OF THE PRODUCT:	Special treated, high purity, very fine calcium carbonate powder with excellent dispersion properties, manufactured from an extreme white Carrara marble.	
CHEMICAL ANALYSIS OF THE RAW MATERIAL:	CaCO ₃	97.5 %
	MgCO ₃	2.0 %
	Fe ₂ O ₃	0.03 %
	HCl insoluble content	0.3 %
SPECIFIC PRODUCT DATA:	Fineness: #	
	· Residue on a 45 µm sieve (ISO 787/7)	0.01 %
	· Top cut (d98%)	8 µm
	· Mean particle size (d50%)	1.7 µm
	Whiteness:	
	· Brightness (Ry, C/2°, DIN 53163)	95 %
	· Brightness CIE L*, a*, b* (DIN 6174)	97.5/0.11/1.04
	Moisture ex works (ISO 787/2)	0.3 %
#measured on untreated material		
GENERAL PRODUCT DATA:	Packed bulk density (ISO 787/11)	1.1 g/ml
	DOP absorption (ISO 787/5)	20 g/100g

MAIN APPLICATIONS:

Plastics

- PE blown films
 - White films
 - Agriculture films
- PO recycling
 - PE film
 - PP scrap
- Polyolefins
 - Compound/masterbatch

PARTICLE SIZE DISTRIBUTION (Malvern Mastersizer X):



STANDARD PACKAGING:

- BIG BAG on pallet

The information contained in this Technical Data Sheet relates only to the specific material designated herein and does not relate to use in combination with any other material or in any process. The information provided herein is based on technical data that Omya believes to be reliable, however Omya makes no representation or warranty as to the completeness or accuracy thereof and Omya assumes no liability resulting from its use or for any claims, losses, or damages of any third party. Recipients receiving this information must exercise their own judgement as to the appropriateness of its use, and it is the user's responsibility to assess the material's suitability (including safety) for a particular purpose prior to such use.

edition : 03.05.2007
6-PRODINFO : ITAV I75801_01_E
version : 001

Abbildung 58: Materialdatenblatt der Kreidesorte Omyafilm 707-AV [30]

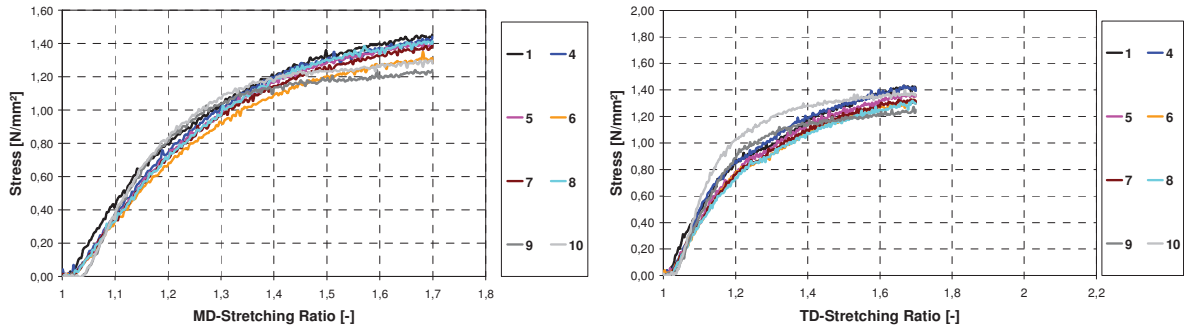


Abbildung 59: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000)

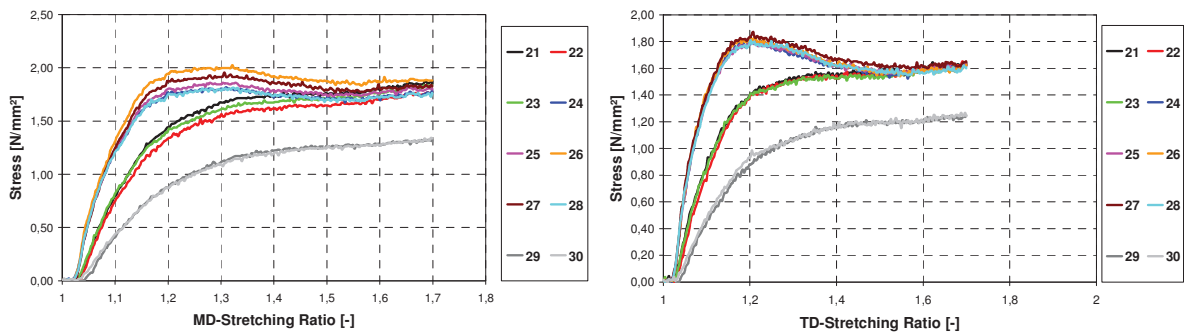


Abbildung 60: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+40gw% OFM 230-AV besch.)

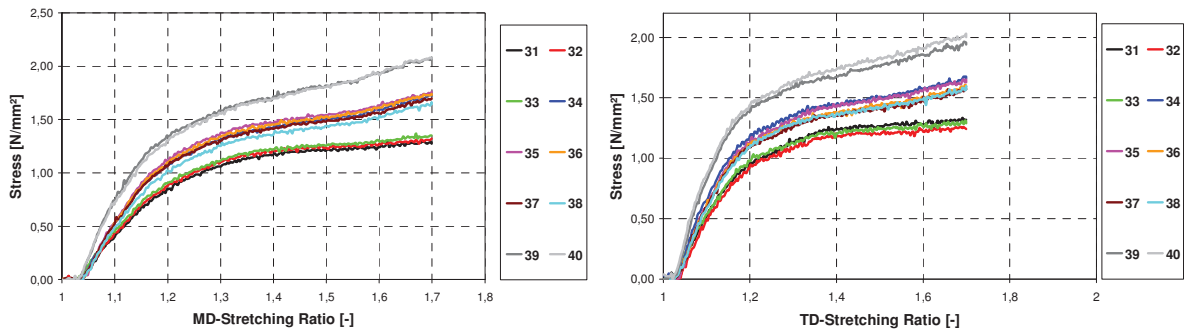


Abbildung 61: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+50gw% OFM 230-AV besch.)

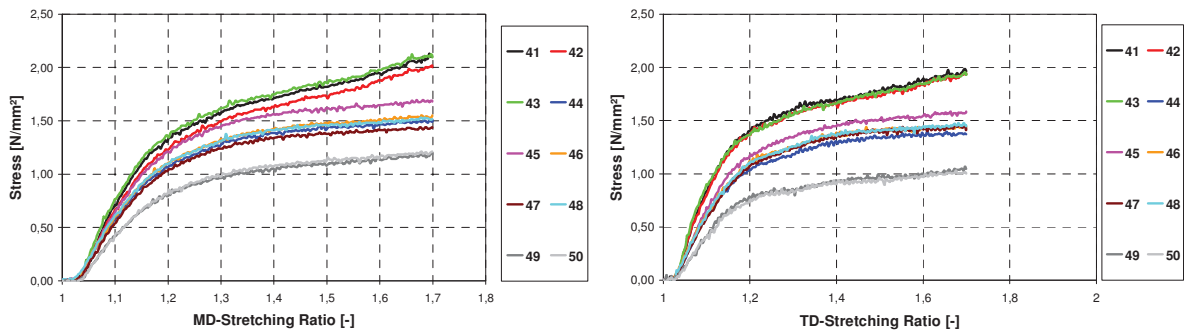


Abbildung 62: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+60gw% OFM 230-AV besch.)

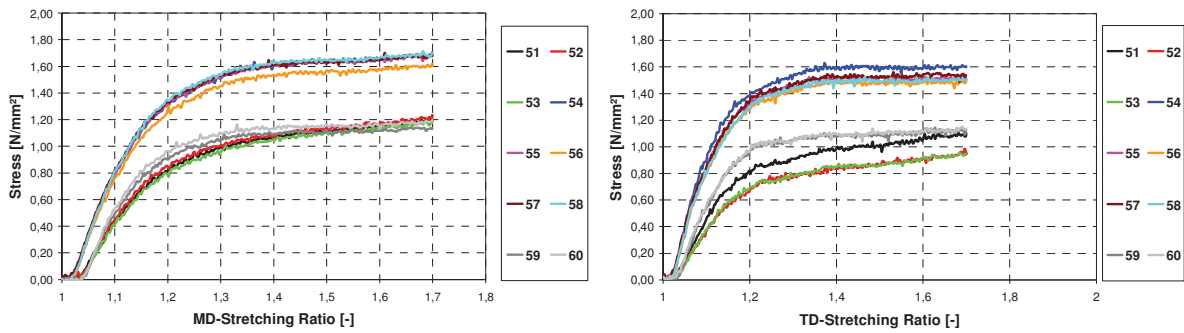


Abbildung 63: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+30gw% OFM 230-AV unbesch.)

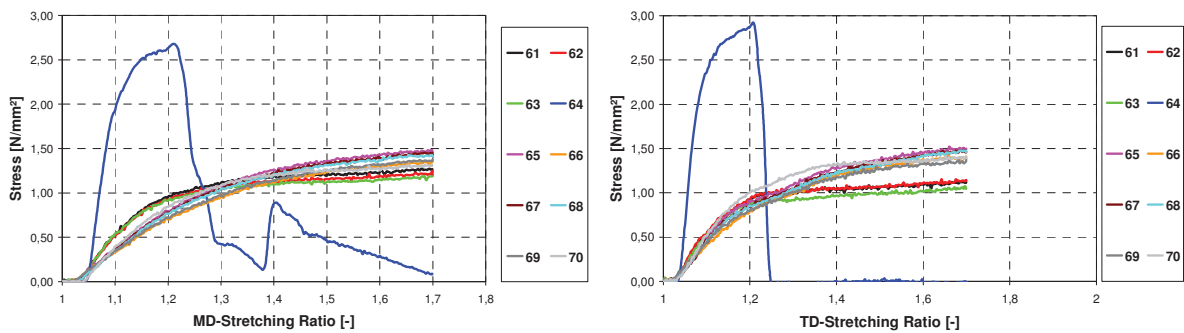


Abbildung 64: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+40gw% OFM 230-AV unbesch.)

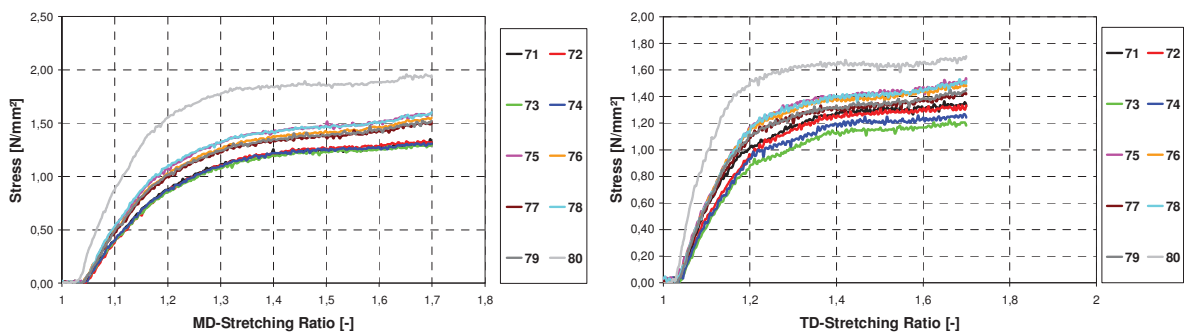


Abbildung 65: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Biomer L9000+50gw% OFM 230-AV unbesch.)

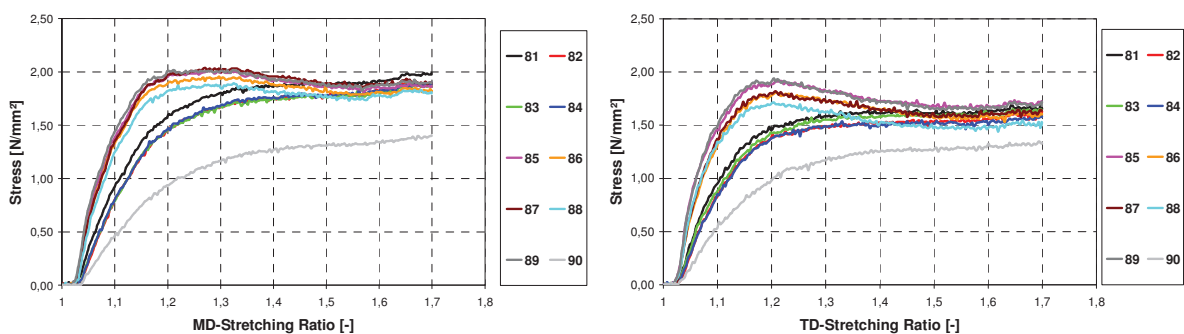


Abbildung 66: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF)

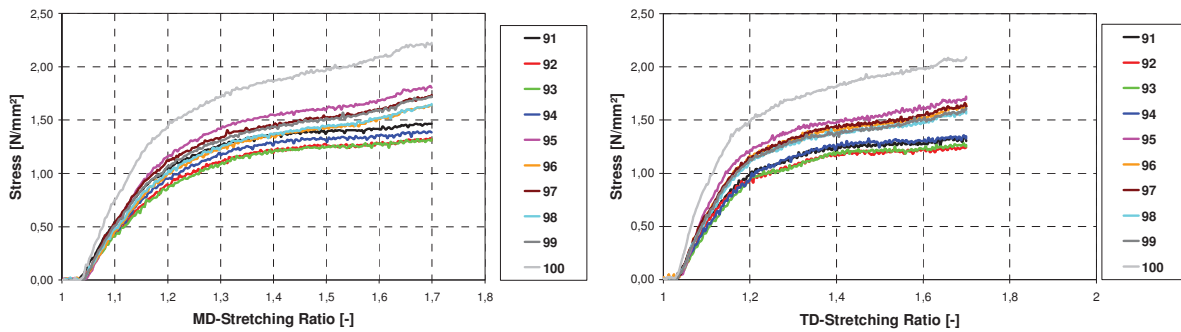


Abbildung 67: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+1gw% TRACELL PP3215)

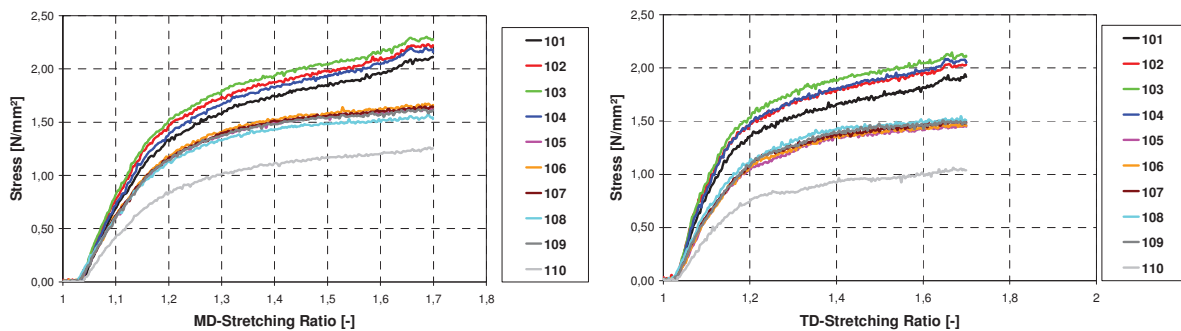


Abbildung 68: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+15gw% OFM 707-AV)

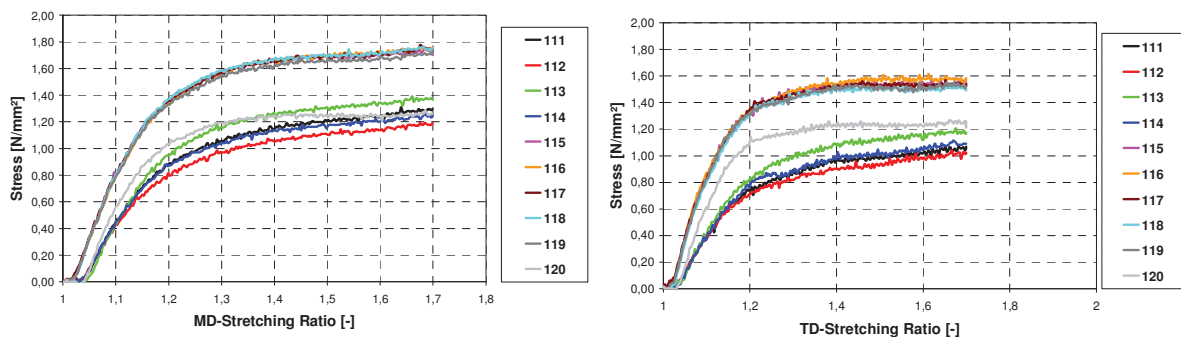


Abbildung 69: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Verstreckung in und quer zur Verarbeitungsrichtung (Bio-Flex 482CF+1gw% TRACELL PP3215, 15gw% OFM 707-AV)

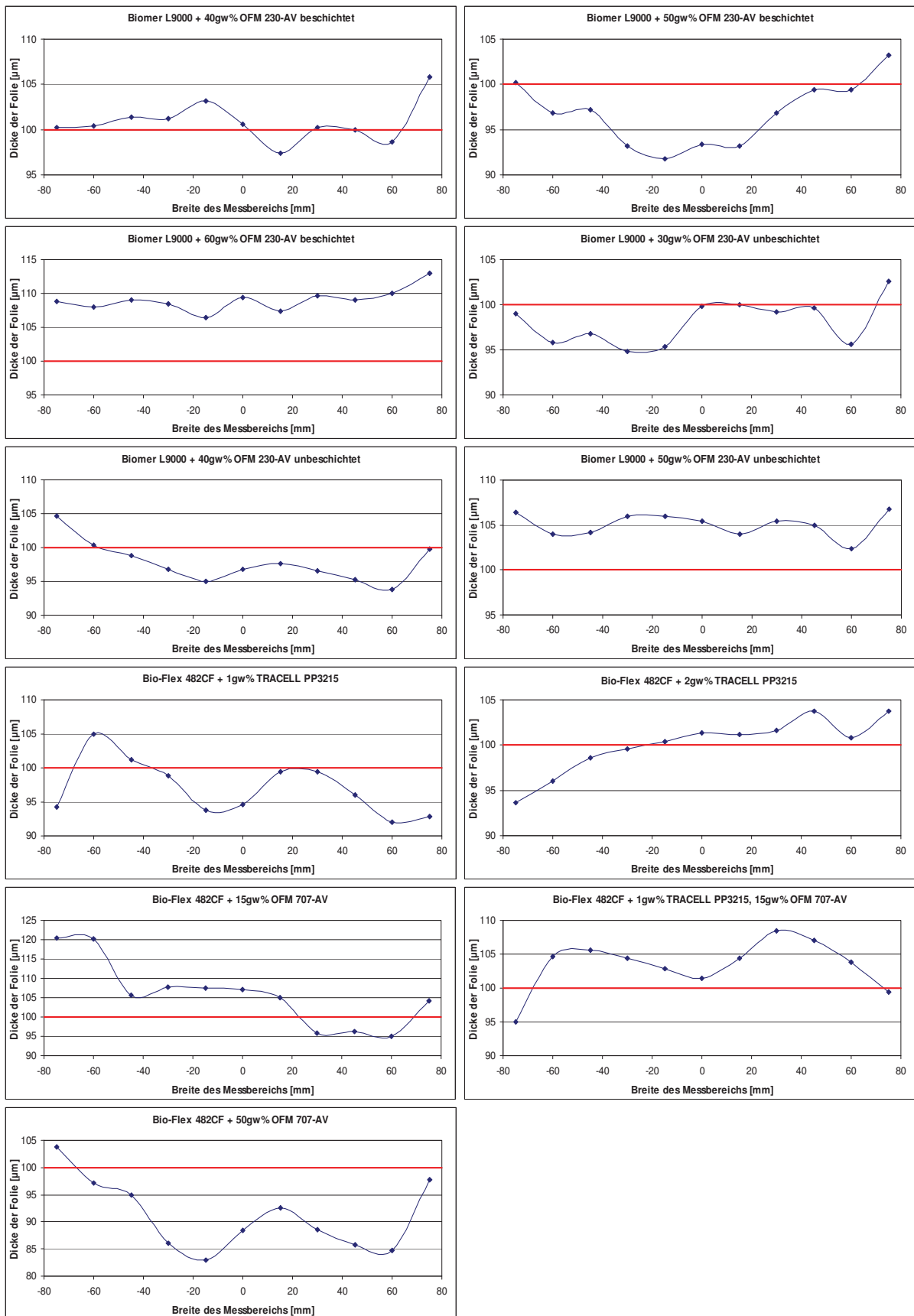


Abbildung 70: Dickenverteilung über die Breite der unverstreckten Folien aus Biomer L9000 und Bio-Flex 482CF mit unterschiedlichen Füllgraden

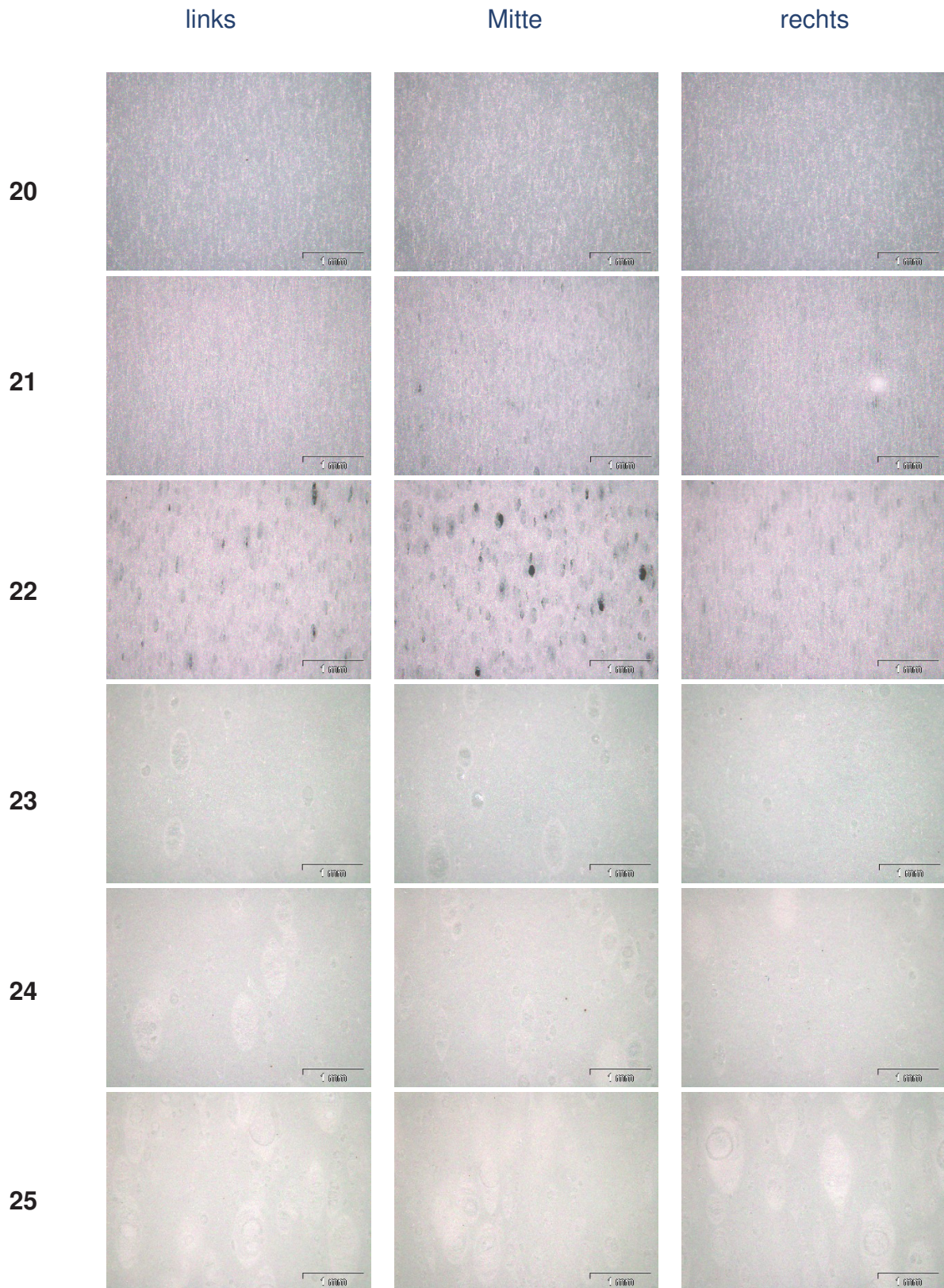


Abbildung 71: Auflichtmikroskopiebilder von Biomer L9000 verstreckt und unverstreckt mit unterschiedlichen Füllgraden

- 20...Biomer L9000 gefüllt mit 30gw% OFM 230-AV unbeschichtet und unverstreckt
- 21...Biomer L9000 gefüllt mit 40gw% OFM 230-AV unbeschichtet und unverstreckt
- 22...Biomer L9000 gefüllt mit 50gw% OFM 230-AV unbeschichtet und unverstreckt
- 23...Biomer L9000 gefüllt mit 30gw% OFM 230-AV unbeschichtet und verstreckt
- 24...Biomer L9000 gefüllt mit 40gw% OFM 230-AV unbeschichtet und verstreckt
- 25...Biomer L9000 gefüllt mit 50gw% OFM 230-AV unbeschichtet und verstreckt

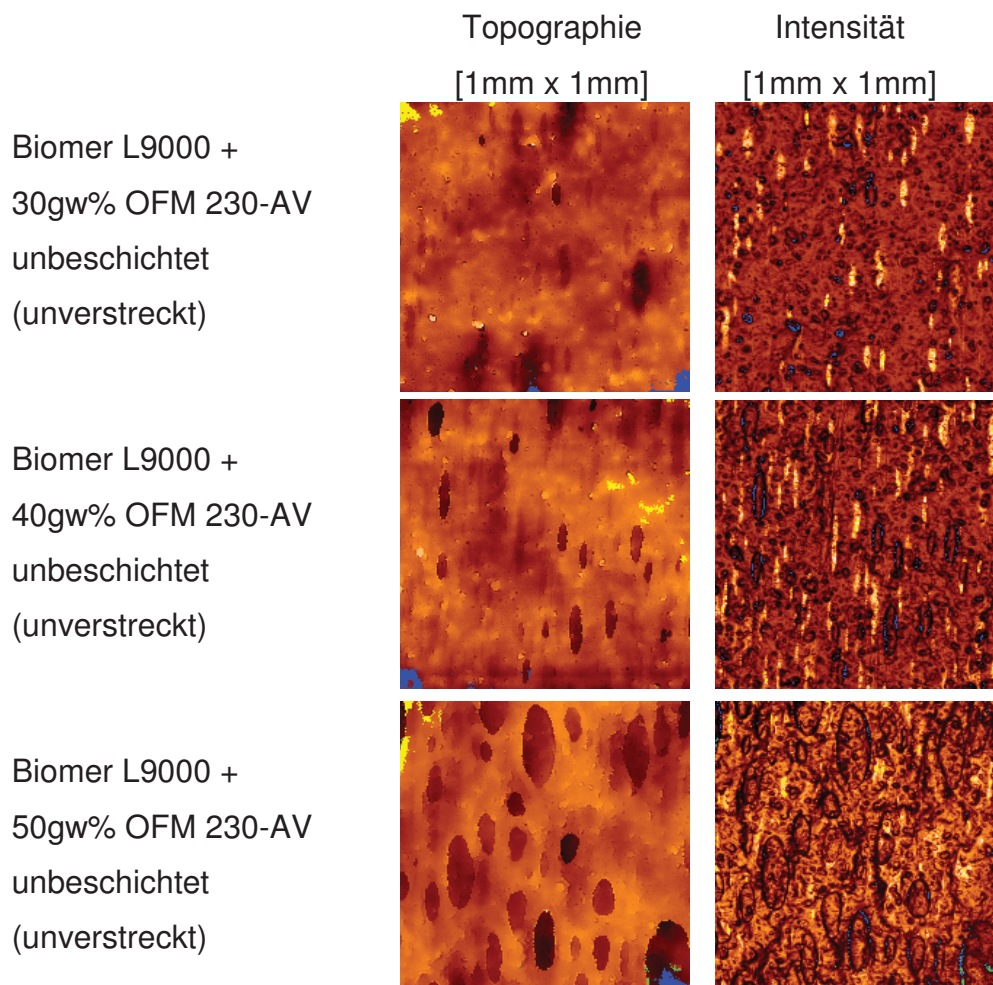


Abbildung 72: Konfokalmikroskopiebilder von unverstreckten Folien aus Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden

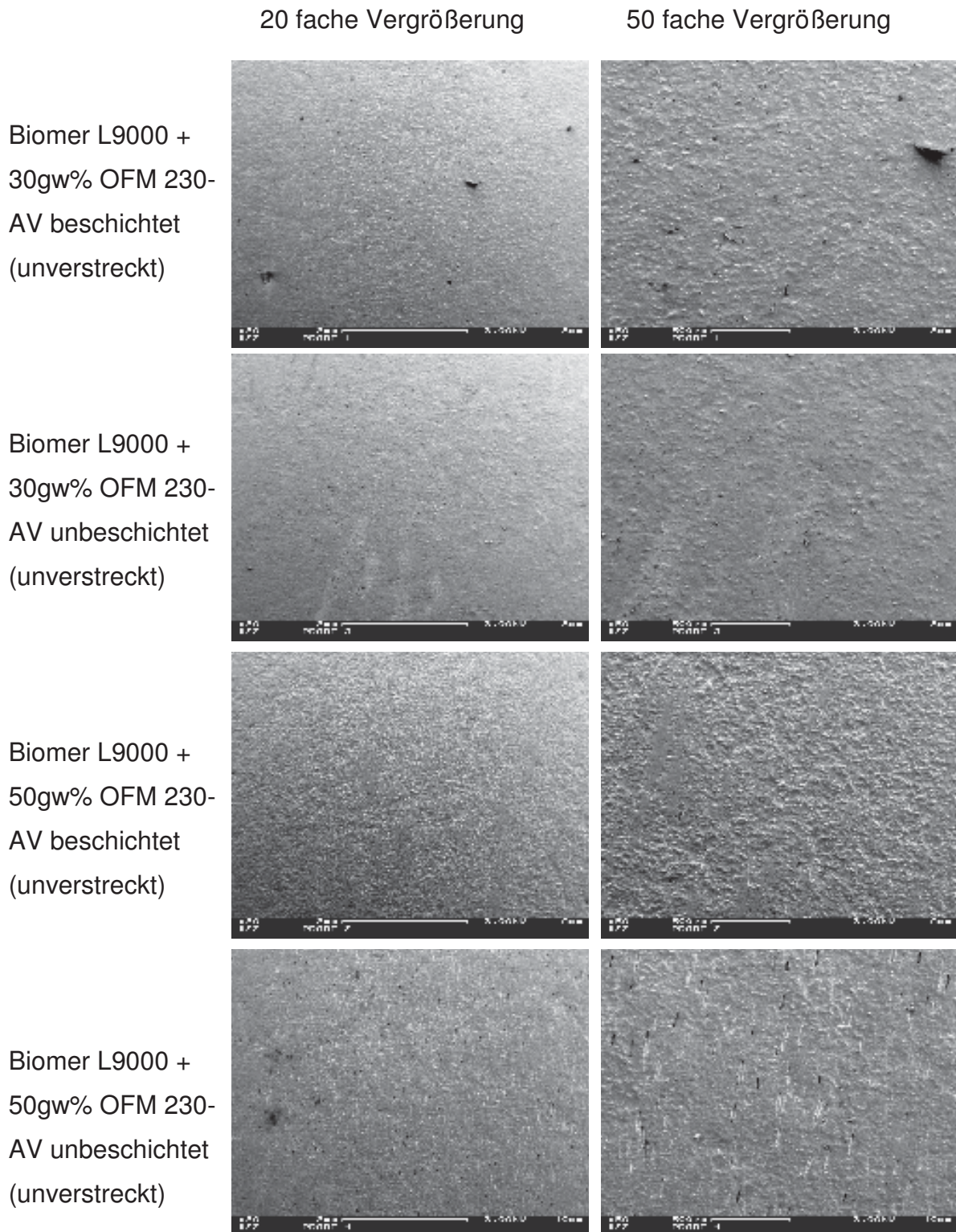


Abbildung 73: REM-Untersuchungen von Biomer L9000 mit verschiedenen Füllgraden.

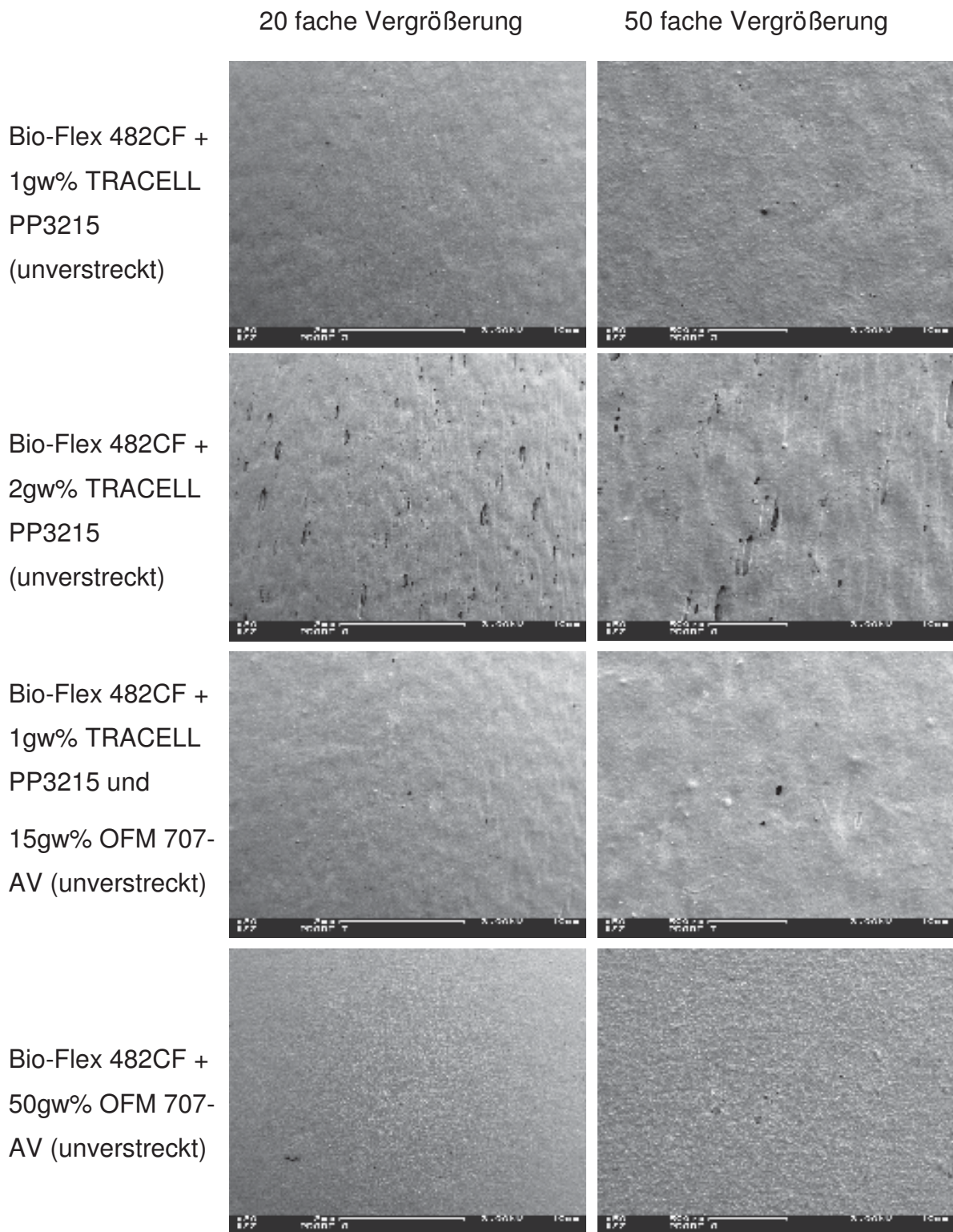


Abbildung 74: REM-Untersuchungen von Bio-Flex 482CF mit verschiedenen Füllgraden.

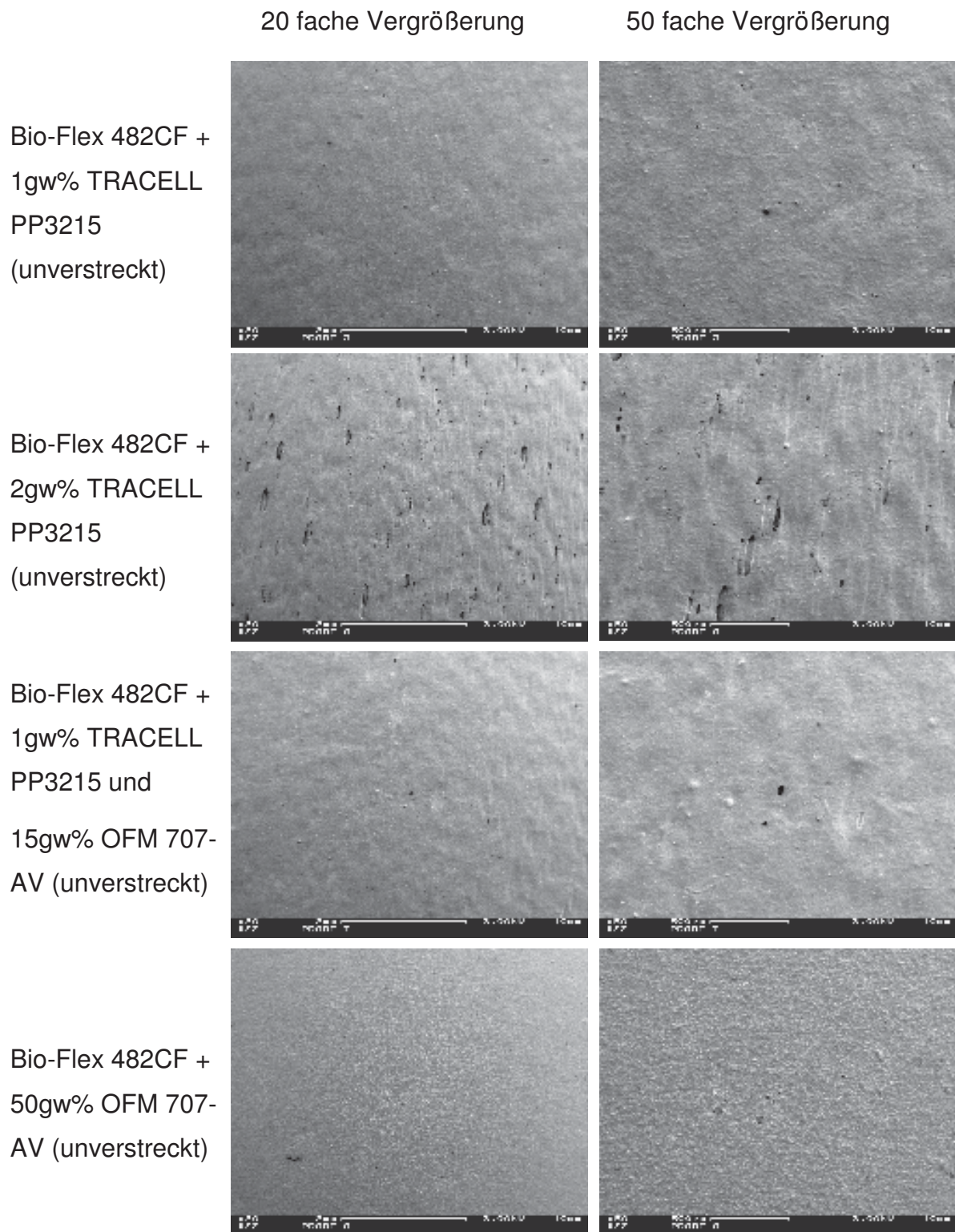


Abbildung 75: REM-Untersuchungen von Bio-Flex 482CF mit verschiedenen Füllgraden.