



DITF

DEUTSCHE INSTITUTE FÜR  
TEXTIL+ FASERFORSCHUNG

novis  
BioBased Technology

# Polyhydroxybutyrat - Etablierung eines biologisch abbaubaren Polymers im Meltblown

Dr. Tim Höhnemann, Dr. Thomas Helle

09.11.2023 – 36. Hofer Vliesstofftage

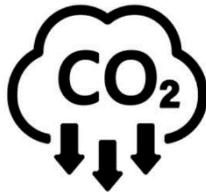
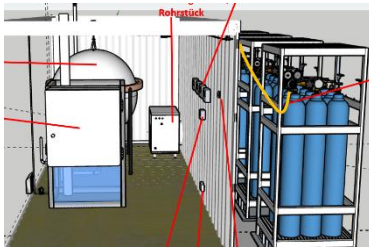
# Mehrwert aus Reststoffen

Unser Ziel ist, aus Abfällen und Reststoffen einen Mehrwert zu schaffen und so den Weg für nachhaltigere Industrieprozesse zu ebnen. Wir skalieren Innovationen auf industrielle Größe.



# RESEARCH & DEVELOPMENT & INNOVATION

Novis konzentriert sich auf die **CO<sub>2</sub>-Abscheidung und –verwertung** mit einem innovativen Verfahren. Mit diesem **kreislaufwirtschaftlichen Ansatz** stellen wir PHB aus Licht und Abfall-CO<sub>2</sub> her.

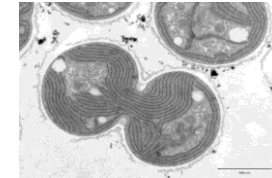
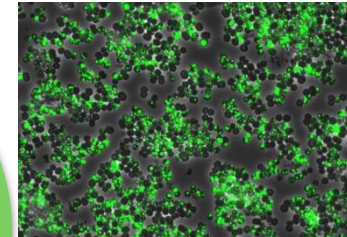


## Technologien zur Kohlenstoffabscheidung

- Hochgradig standardisiert
- Die gesamte Anlage steht in einem Container

## Herstellung von Biopolymeren

- PHA-Produktion mit GVO-Stämmen zu wettbewerbsfähigen Preisen



# Was sind Polyhydroxyalkanoate (PHAs)?



Nachhaltigkeitszertifiziert



Industrie- &  
Heimkompostierbar



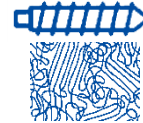
Natürlicher Polyester  
synthetisiert durch  
Bakterien / Archäen



Degradierbar in  
Meeres- und Frischwasser



(noch) teuer im Vergleich  
zu synthetischen  
Alternativen

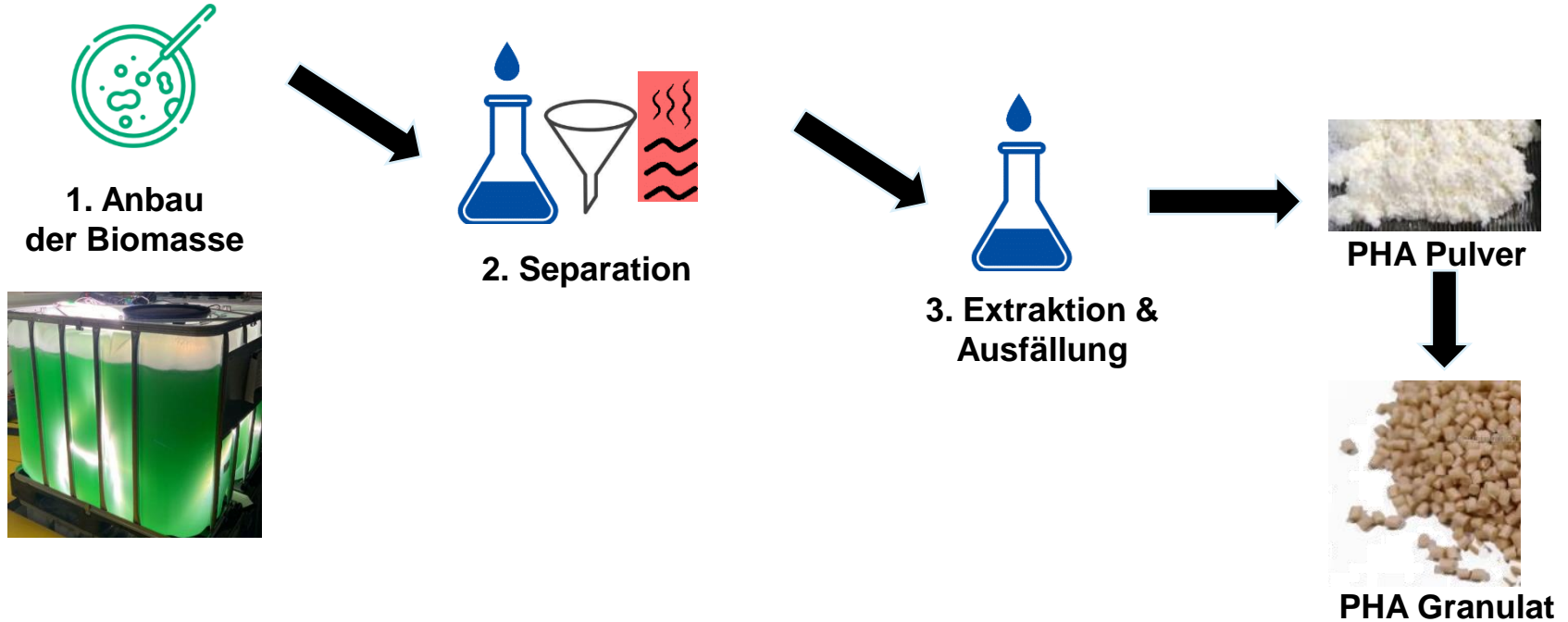


Thermoplastisch  
verarbeitbar

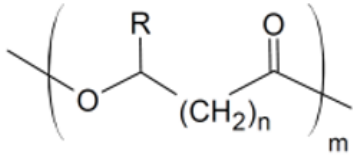
Potential für einen  
signifikanten Beitrag  
zur Nachhaltigkeit



# PHAs: „Synthese“



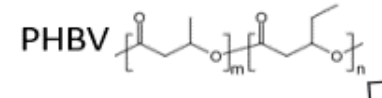
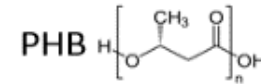
# PHAs: Struktur und Eigenschaften




- über 150 Monomere bisher identifiziert
- die Polymerstruktur beeinflusst die Eigenschaften
- die Alkyl-Seitengruppe hat Einfluss auf die Kristallinität
  - Kurzkettige (Short side-chain; ssc-) PHAs: höhere Kristallinität, höhere Dichte, Sprödigkeit & Steifigkeit
  - Medium side-chain (msc-)PHAs: geringere Kristallinität, geringerer Schmelzpunkt, Dichte & höhere Duktilität

## • Marktverfügbarkeit:

- v.a. P(3)HB & PHBV \*> 1t  
~ 10 €/kg\*



## • Hauptlimitationen:

- Kristallinität 
- Temperaturstabilität 

# PHAs: Biobasiert & Biodegradierbar - Vergleich

Umgebung	Bedingungen	PHAs & Copolymere*	PLA	PBS	PBAT	PBSA	Lignin	Cellulose-acetat	Cellulose (Lignin <5%)
Meeres-Wasser	30 °C, 90% r.LF., < 6 Monate	Green	Red	Red	Red	Red	Yellow	Yellow	Green
Frisch-Wasser	21 °C, 90% r.LF., <26 Tage	Green	Red	Red	Red	Red	Yellow	Yellow	Green
Boden	25 °C, 90% r.LF., <2 Jahre	Green	Red	Red	Yellow	Green	Yellow	Yellow	Green
Heim-Kompost	28 °C, 90% r.LF., < 12 Monate	Green	Red	Red	Yellow	Green	Yellow	Yellow	Green
Anaerober Abbau	Kein Standard 52 °C od. 37 °C, 90% Abbau	Green	Yellow	Red	Red	Red	Yellow	Yellow	Green
Industrieller Kompost	58 °C, 90% r.LF., <6 Monate	Green	Green	Green	Green	Green	Yellow	Yellow	Green

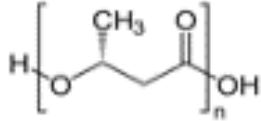
Nachgewiesen

Nur bestimmte Typen  
oder unter bestimmten  
Bedingungen

Nicht vorhanden

\*u.a.: P(3)HB, P(4)HB, P(3)HB(4)HB,  
P(3)HB(3)Hx,...

# Polyhydroxybutyrat (PHB)



## Status quo

- Gewinnung über Bakterien
  - Z.B. Stamm *Cupriavidus necator*
  - Produzieren PHB auf Basis von Zucker (Zugabe von „landwirtschaftlichen Erzeugnissen“) und Wärme
  - Ausbeuten bis zu 80%

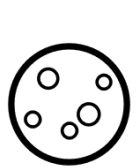
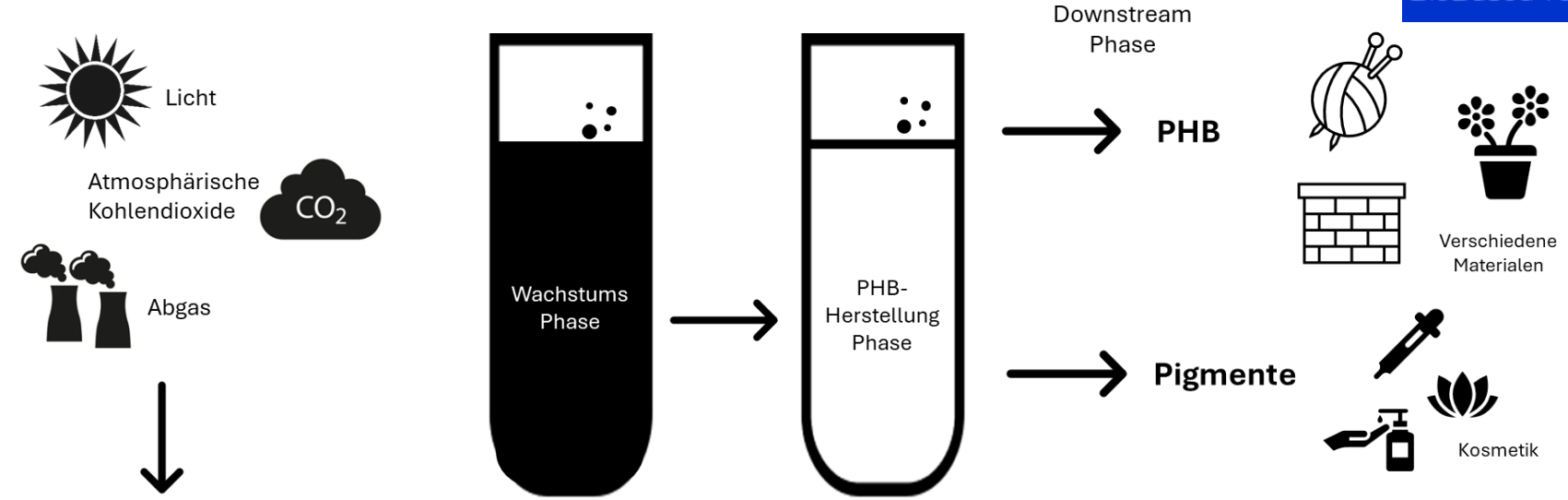
## Forschungsansatz

- Cyanobakterien (Mikroalgen)
  - Natürliche PHB-Ausbeuten generell bei nur 15%
- Stamm Genmodifizierte *Synechocystis sp. PCC 6803* (PPT1)
  - Produzieren PHB aus CO<sub>2</sub> mit Hilfe von Photosynthese
  - Umwandlung in PHB unter geeigneten Bedingungen
  - Produktivität bis 80%

**Erfüllung eines wesentlichen Aspektes der Bioökonomie:  
PHB Herstellung braucht wenig Land und keine Zucker.**



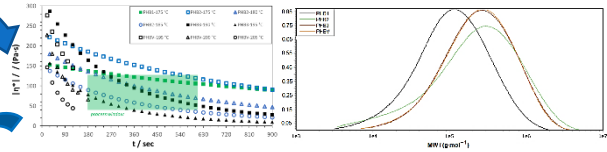
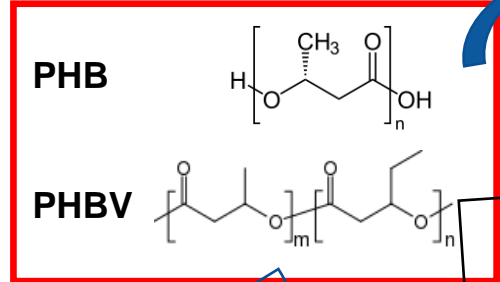
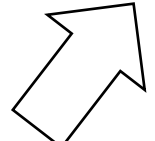
# Unser PHB-Produktionsprozess



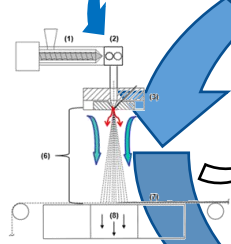
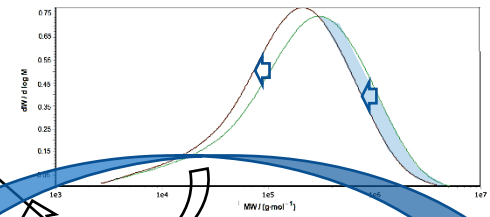
**PPT1:** unser neu entwickelter Cyanobakterienstamm, der gentechnisch so verändert wurde, dass er hohe Mengen an PHB produziert.

Novis nutzt Abfall-CO<sub>2</sub> als Futterquelle für neu entwickelte **GVO-Cyanobakterien**. Der Stamm, den wir verwenden, heißt **PPT1** und wurde von der Gruppe von Prof. Forchhammer an der Universität Tübingen entwickelt. Dieser neu entwickelte Stamm ist so programmiert, dass er **80% CDW von PHB produziert**. Dieses Ergebnis ist das höchste, das jemals bei einem Cyanobakterium erreicht wurde. Novis wird diesen Produktionsprozess weiterentwickeln und skalieren, um in naher Zukunft die **industrielle Vermarktung** zu erreichen.

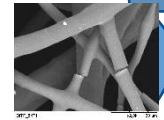
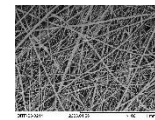
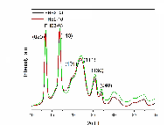
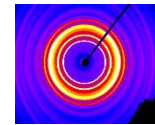
# Projekt „PHB2Pro“



## Materialcharakterisierung



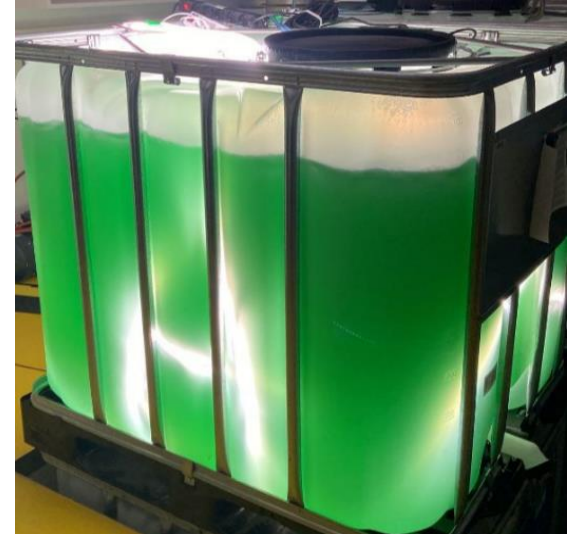
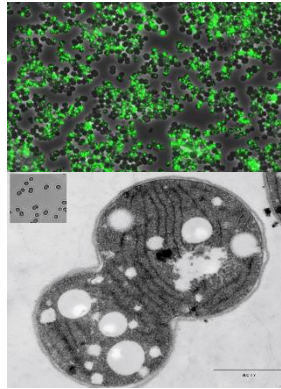
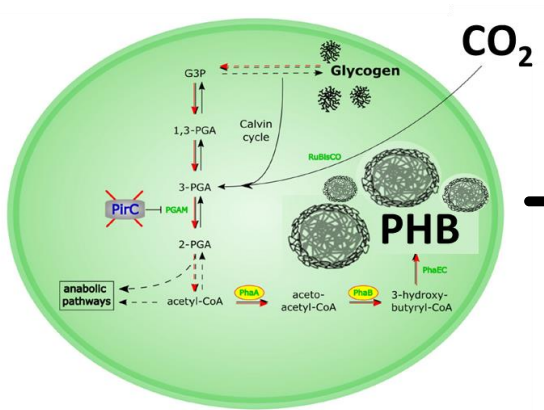
## Meltblown Prozess



## Vliesanalyse

# PHB2Pro – Skalierung bei Novis

Unser Ziel: ein **innovatives, kostengünstiges** und **stabiles** System zur Herstellung von PHB.



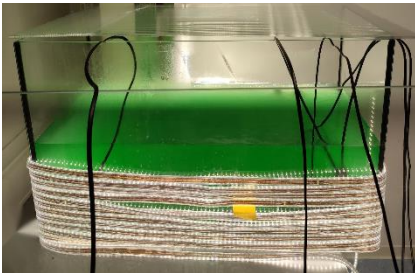
Skalierung bis 12 m<sup>3</sup>.  
100m<sup>3</sup> in Vorbereitung

# PHB2Pro – Aufskalierung bei Novis

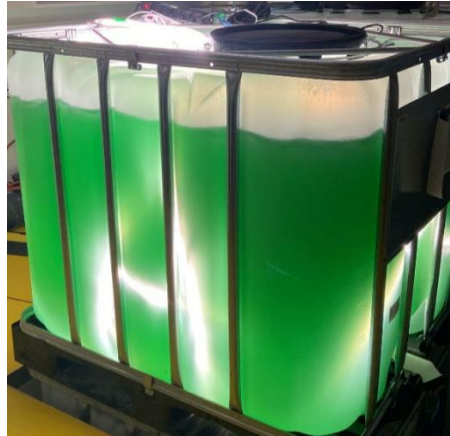
Unser Ziel: ein **innovatives**, **kostengünstiges** und **stabiles** System zur Herstellung von PHB.



Skalierung 20L.



Skalierung 100L.



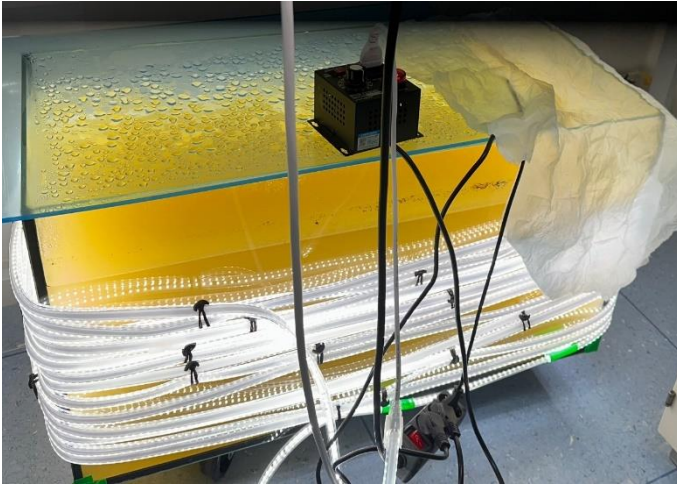
Skalierung 1000L.



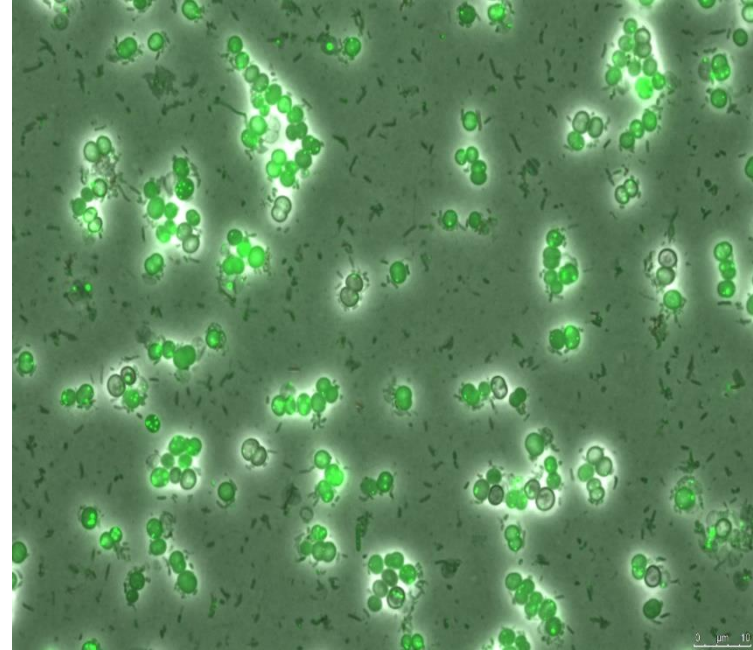
Skalierung 12m<sup>3</sup>.



# PHB2Pro – PHB-Synthese



90L unserer Zellen in Chlorose, der PHB-produzierenden Phase.



In Grün, intrazelluläres PHB, gefärbt.

# Europas größte Textilforschungseinrichtung

## KENNDATEN 2022

---



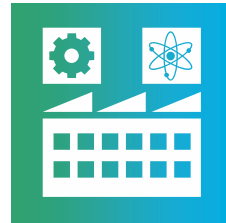
### Beschäftigte

ca. **220**



### Umsatz

**12** Mio. € öffentlich  
**13** Mio. € Industrie



### Fläche

**25.000** m<sup>2</sup>



### Forschung

**189** öffentlich  
**572** Industrie



### Partner

**1158** Unternehmen  
**67 %** KMU



### Services

ca. **100** Prüfkunden  
**5** Kleinserien

# Textile Vollstufigkeit

## VOM MOLEKÜL ZUM PRODUKT

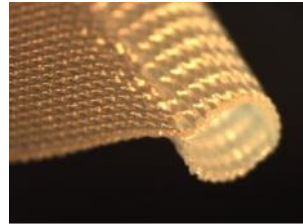
---



Polymer



Fasern und Garne



Flächen

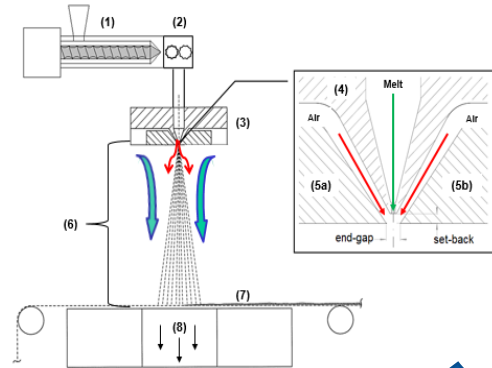
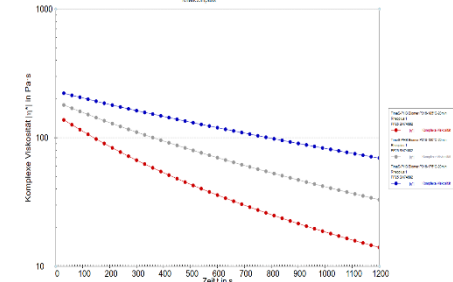
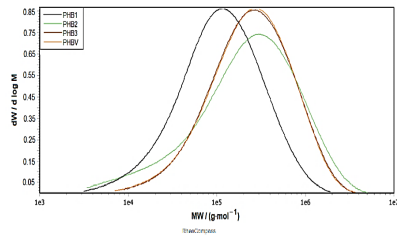
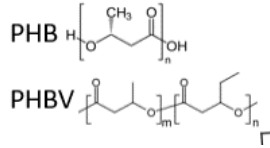


Funktionalität

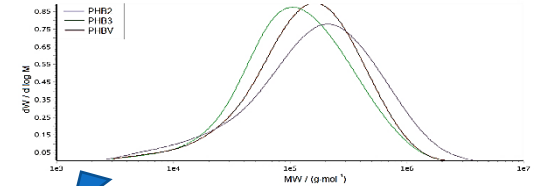
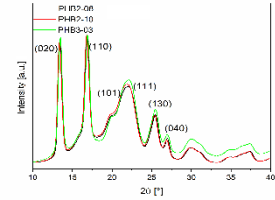
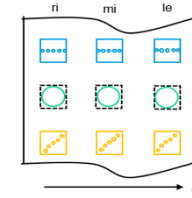


Produkt

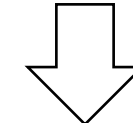
# Screening kommerzieller PHBs



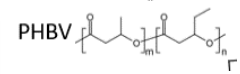
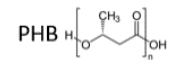
Meltblowprozess



## Vliesanalyse



## Materialoptimierung



## Materialcharakterisierung

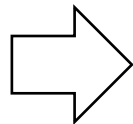


# Screening kommerzieller PHBs

	Hersteller	Produkt	Dichte / (g/cm <sup>3</sup> )	Kristallit- Schmelzetemperatur / °C	MFI (180 °C, 2.16 kg) / (g/10min)	Anwendung
<b>PHB-1</b>	Mirell F1006	Telles LLC	1,30	160 – 165	-	Sptizguss / FDA*
<b>PHB-2</b>	P316	Biomer®	1,20	-	10	
<b>PHB-3</b>	Enmat Y3000P	TianAn Biopolymer	1,20	175 – 180	10 – 25	Extrusion / Thermoformen
<b>PHBV</b>	Enmat Y1000P	TianAn Biopolymer	1,20	175 – 180	10 – 25	Extrusion / Thermoformen

- **Materialanalyse:**

- TGA
- DSC
- Rheologie
- GPC



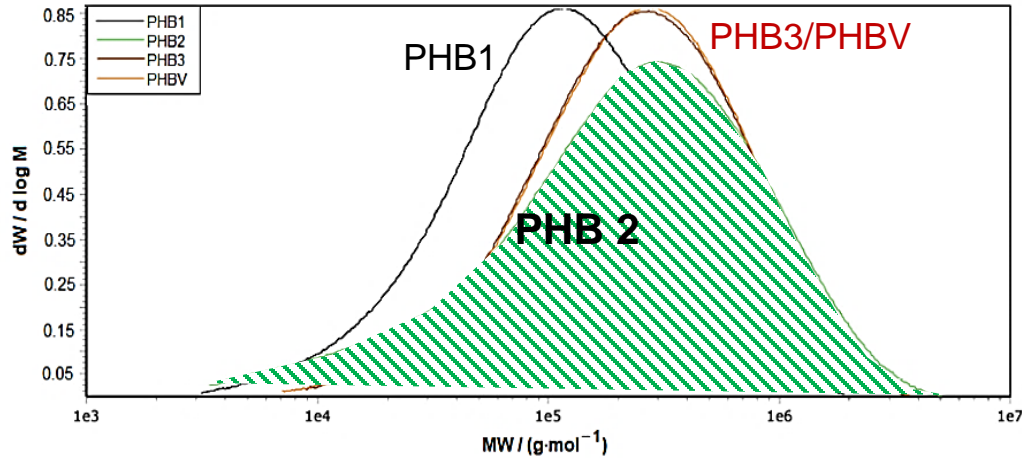
**Verarbeitbarkeit?**

- **Vliescharakterisierung:**

- Flächengewicht, Dicke
- Faserdurchmesserverteilung (REM)
- Zugprüfung MD/CD
- Abbau im Prozess (GPC, Rheologie)

# Materialcharakterisierung

- **GPC: Molmassenverteilung**

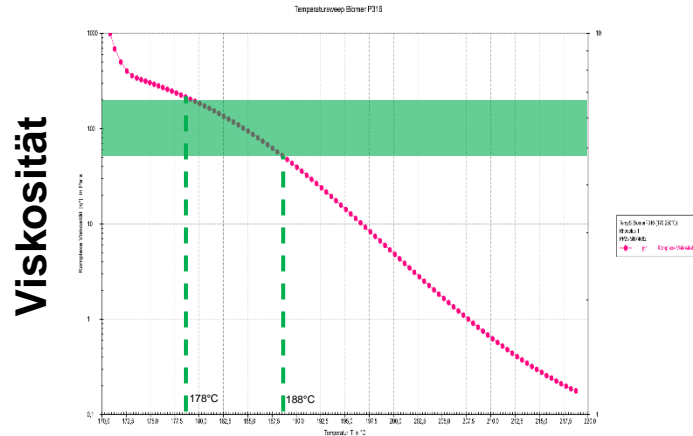


	$M_n$ [g/mol]	$M_w$ [g/mol]	$\phi$
PHB1	53.600	189.300	3,5
<b>PHB2</b>	<b>78.300</b>	<b>666.600</b>	<b>8,5</b>
PHB3	113.300	499.500	4,4
PHBV	131.800	489.700	4,8

# Materialcharakterisierung

- Rheologische Charakterisierung

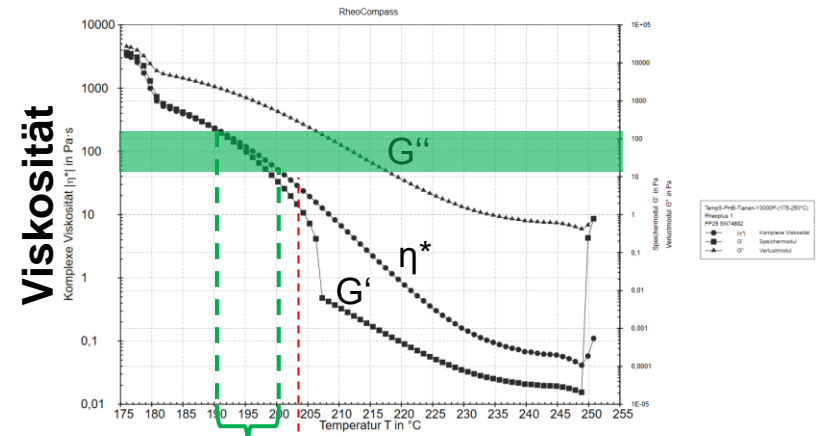
## PHB2



175°C - 185°C  
Temperatur

Prozessfenster

## PHB3

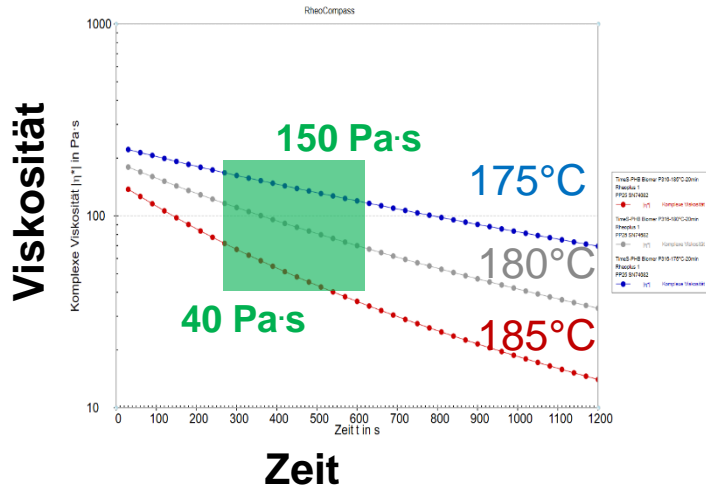


190°C - 200°C  
Temperatur

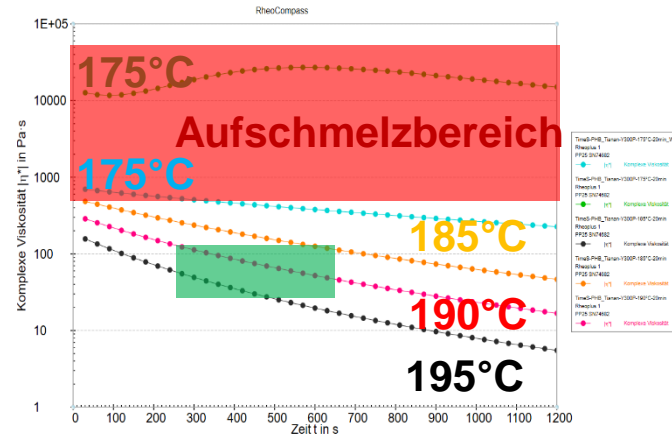
!krit. Degradation!

# Rheologische Charakterisierung: Prozessfenster für Meltblow

## • PHB2



## • PHB3



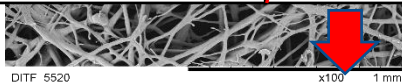
→ deutlich stärkere Degradation  
 → höhere Prozesstemperatur notwendig

Material:	PHB-1	PHB-2	PHB-3	PHBV
MFI / (g·10min <sup>-1</sup> ) <sup>1</sup> :	334	385	88	74

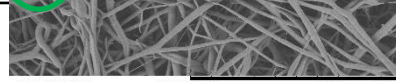
<sup>1</sup>T = 190 °C, 2.16 kg

# Meltblown - Prozesscharakterisierung

	PHB1	PHB2	PHB3	PHBV
$T_{\min} / ^\circ\text{C}$ :	175	180	185	195
$\eta_0 (T_{\min}) / (\text{Pa}\cdot\text{s})$	153	179	287	227
$\eta_{300\text{sek}} (T_{\min}) / (\text{Pa}\cdot\text{s})$	127	110	113	49
DCD / mm:	500*	500*	500*	500*
DS / (g/L/min): / (kg/h):	> 0.1 > 3.5	x100 DCD = 500	5*	0**
$\dot{V}_L / (\text{Nm}^3/\text{h})$ :	220*	20		



DITF\_5520  
MB\_562-06



DITF-21-1493  
2021.03.03  
MB\_0545-02

## • Prozessparameter:

- Prozesstemperatur (T)
- Abstand Spinndüse-Kollektor (DCD)
- Polymer-Durchsatz (DS)
- Prozessluftdurchsatz ( $\dot{V}_L$ )
- Prozesslufttemperatur ( $T_L$ )

\* = Maximalwert (Anlagenspezifisch)  
Flächengewicht ~ Bandgeschwindigkeit  
→ 100 g/m<sup>2</sup>

\* Prozessdruck mit (50 bar)

\*\* Prozess instationär (Druckabfall durch Degradation)

Düse: 561 Loch 0,3mm, L/D = 6

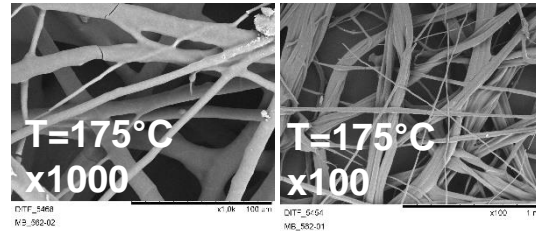
\* >: Fasern verschmelzen mit Band

\*\* <: Schmelzeanhaftung an Düse  
500 mm  
28 hpl

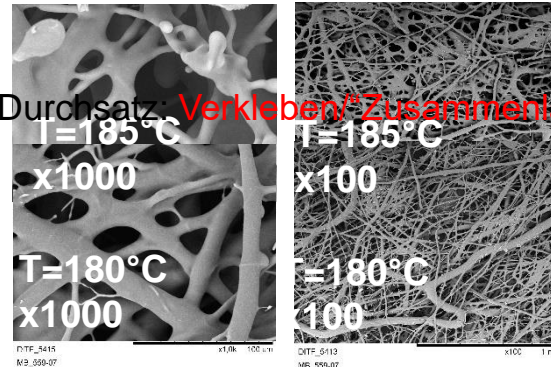
**Prozess stabil, aber Prozess instationär nach & zerbröckeln nach dem Aufwickeln!**

# Meltblown – Prozesscharakterisierung – PHB Biomer P316

- **Ermittelte Prozesstemperatur der Schmelze: 180 °C**
- $T < 180\text{ °C}$ : geringes Verkleben / “Zusammenlaufen“ der Fasern, stärkere Sprödigkeit  
keine kontinuierliche Faserbildung



- $T > 180\text{ °C}$ : starkes Verkleben/“Zusammenlaufen“ der Fasern + Anhaftungen auf dem Ablageband



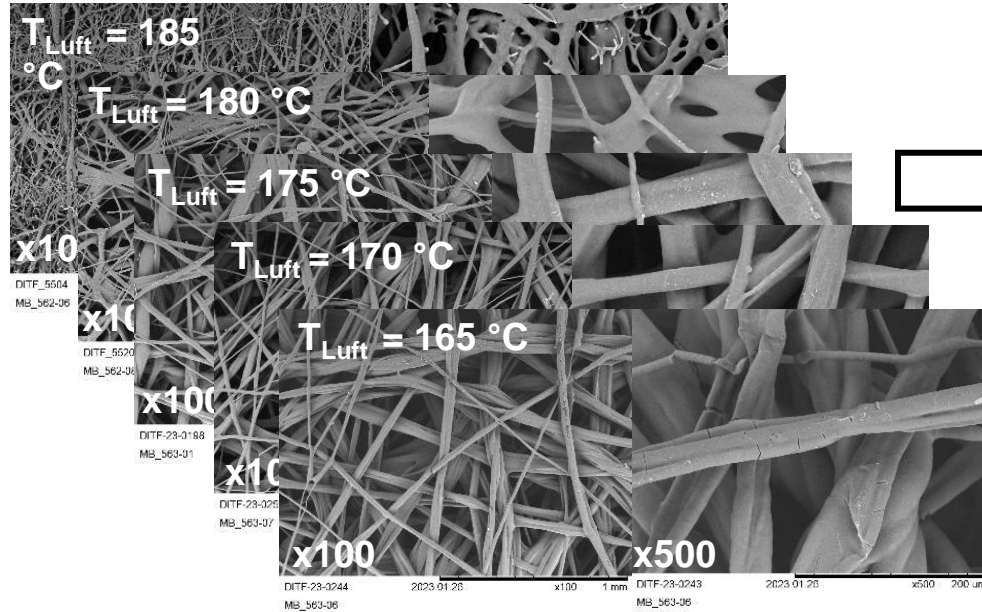
- $T = 180\text{ °C}$  + geringer Durchsatz: Verkleben/“Zusammenlaufen“ der Fasern

- $T = 180\text{ °C}$  + hoher Durchsatz:  
**moderates Verkleben/“Zusammenlaufen“  
der Fasern**

# Meltblown – Prozesscharakterisierung

## Einfluss der Lufttemperatur:

- $T_{\text{Schmelze}}: 180\text{ °C}$



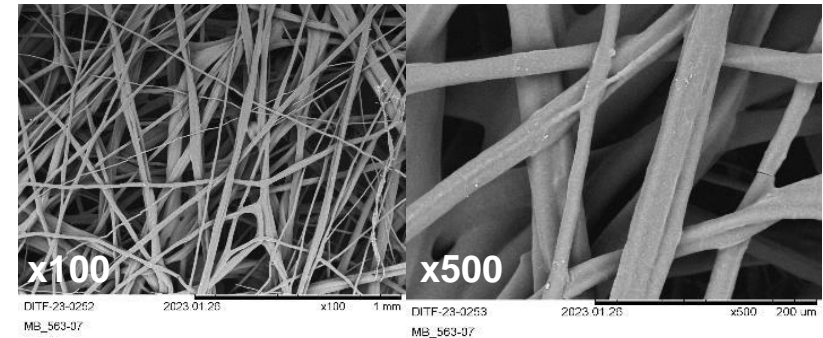
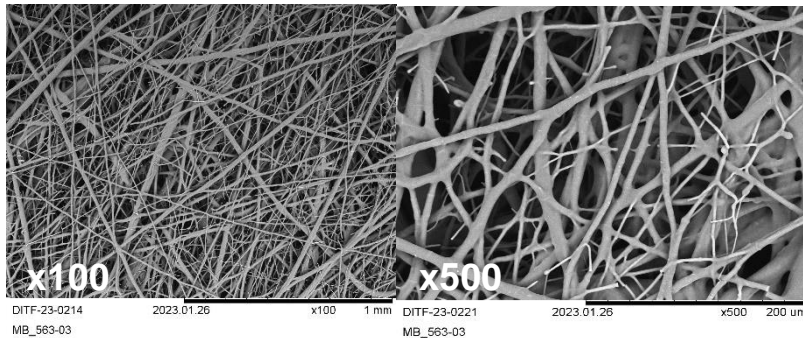
- $T_{\text{Luft}}: 0 - 5\text{ K} > T_{\text{schmelze}}$ 
  - „Verlaufen“
- $T_{\text{Luft}}: 5 - 10\text{ K} < T_{\text{schmelze}}$ 
  - Optimum
- $T_{\text{Luft}}: 15\text{ K} < T_{\text{schmelze}}$ 
  - Versprödung



# Meltblown – Vliescharakterisierung

- $T_{\text{Schmelze}}$ : 180 °C /  $T_{\text{Luft}}$ : 175 °C
- DCD: 500mm
- Durchsatz: 0.39 g/Loch/min
- Luftmenge: 275 Nm<sup>3</sup>/h

- $T_{\text{Schmelze}}$ : 180 °C /  $T_{\text{Luft}}$ : 165 °C
- DCD: 500mm
- Durchsatz: 0.77 g/Loch/min
- Luftmenge: 220 Nm<sup>3</sup>/h

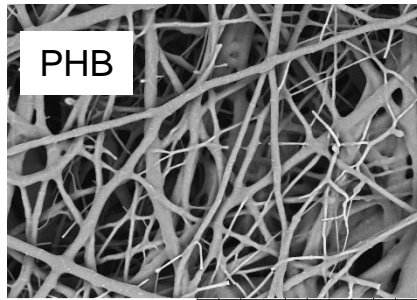


Faserdurchmesser Median Mittelw. [μm]		Luftdurchlässigkeit (200 Pa, 10 cm <sup>2</sup> ) [l/m <sup>2</sup> /s]	E-Modul (MD) [N/mm <sup>2</sup> ]
2,6	6,5	470	129

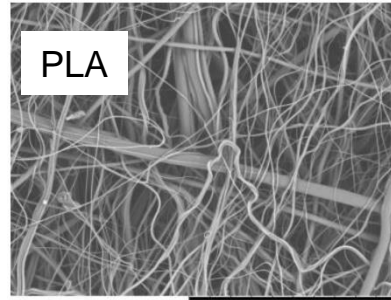
Faserdurchmesser Median Mittelw. [μm]		Luftdurchlässigkeit (200 Pa, 10 cm <sup>2</sup> ) [l/m <sup>2</sup> /s]	E-Modul (MD) [N/mm <sup>2</sup> ]
17,1	19,6	5730	36



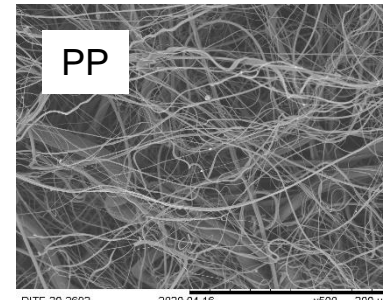
# PHB-Meltblown – Vergleich zu Standard-Polymeren



DITF-23-0221  
 MB\_583-03  
 2023.01.26 x500 200 um



DITF-23-3241  
 MB584-01  
 x500 200 um



DITF-20-2692  
 MB-510-04  
 2020.04.16 x500 200 um

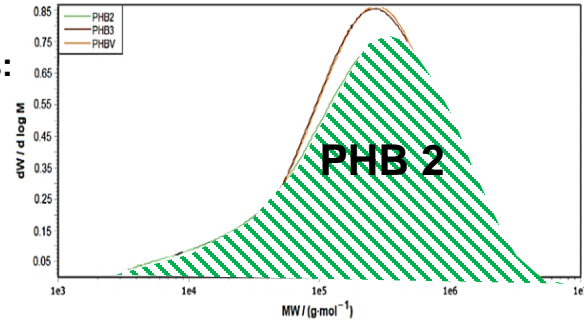
Polymer	Kristallit-Schmelztemperatur [°C]	Prozess Temperatur Polymer/Luft [°C]	Faserdurchmesser (Median) [µm]	Faserdurchmesser (Mittelw.) [µm]	Luftdurchlässigkeit* (200 Pa, 10 cm <sup>2</sup> ) [l/m <sup>2</sup> /s <sup>2</sup> ]
PHB	170	180 / 175	2,6	5,0	470
PLA	170	245 / 260	1,4	1,6	160
PP	150	260 / 300	0,7	1,1	140

\*100 g/m<sup>2</sup>

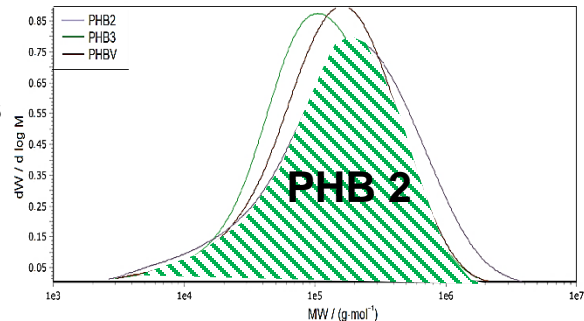
# PHB-Meltblown – Abbauverhalten

## Molmassenverteilung

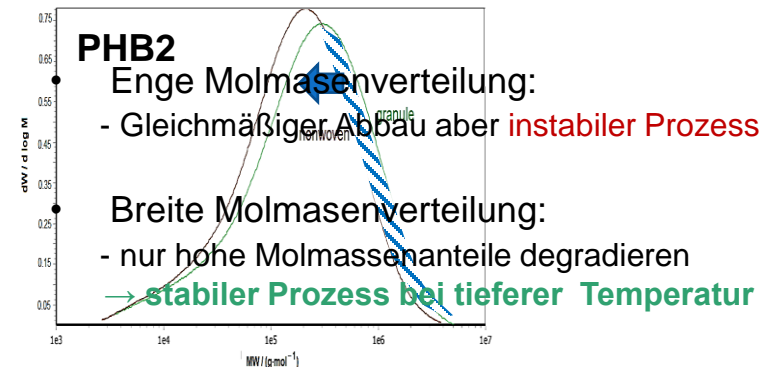
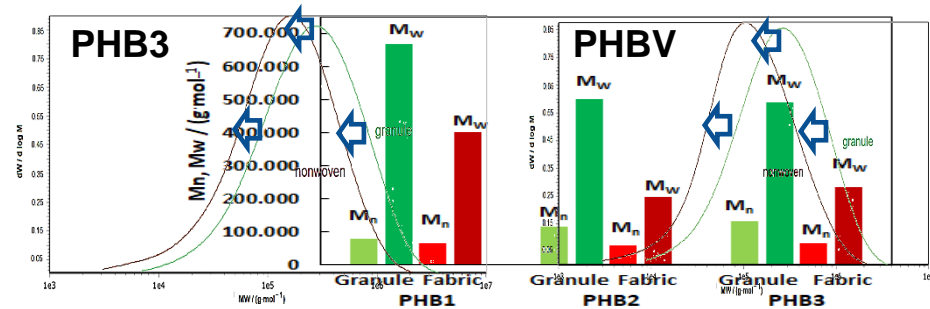
Vor  
Prozess:



Nach  
Prozess



## Vergleich vor/nach Prozess:



# PHB2Pro: Zusammenfassung

- **Synthese von PHB über Synechocystis sp. PCC 6803**
    - Produktion von PHB im 12 m<sup>3</sup>-Maßstab
    - Vgl. zur PHB-Gewinnung über Bakterien: identische Ausbeute (8%)  
im Labor dargestellt
  - **Nächster Skalierungsschritt:**
    - Produktion von PHB im 100 m<sup>3</sup>-Maßstab
  - **Screening industrieller PHB-Typen auf Materialeigenschaften**
    - deutliche Unterscheide trotz „Typengleichheit“ (Spritzguss)
  - **Verarbeitung industrieller PHB-Typen im Meltblow-Verfahren**
    - Identifizierung von Prozessfenstern über vorherige Materialanalyse
    - Herstellung von Vliesen mit feineren Faserdurchmessern\* erfolgreich
    - Gegenüber Standard-Polymeren: Degradation im Prozess vorherrschend
- **Identifizierung idealer Material“voraussetzungen“  
für PHB-Meltblow**



\*Fortschritt im Vergleich  
zum aktuellen Publikationstand



DITF

DEUTSCHE INSTITUTE FÜR  
TEXTIL+ FASERFORSCHUNG

novis  
BioBased Technology

IKT KUNSTSTOFF  
TECHNIK  
STUTT GART

Bioabbaubarer Kunststoff für Produktentwicklung (PHB2Pro) –

BWIN330173 (Ministerium für Ernährung, Ländlichen Raum und Verbraucherschutz Baden-Württemberg)

Die Zukunft ist Textil

# PHB2Pro: Fertigung von 3-dimensionalen Strukturen online im Meltblow-Prozess



	„Baumarkt“- Topf	Hanfasertopf	PHB Tianan	PHB Biomer
<b>Flächengewicht / gsm</b>	300	475	<b>150</b>	<b>150</b>
<b>Dicke / mm</b>	1500	3000	<b>600</b>	<b>600</b>
<b>E-Modul / (N/mm<sup>2</sup>)</b>	74	50	62	75
<b>Luftdurchlässigkeit / (l/m<sup>2</sup>/s)</b>	<b>27</b>	<b>114</b>	<b>2010</b>	<b>1060</b>
<b>Wasserrückhalt* / %</b>	<b>0</b>	<b>0</b>	<b>100</b>	<b>100</b>