

FlexoArt GmbH
Im Kollrieden 6a, 49638 Nortrup
in Zusammenarbeit mit der
Bergischen Universität Wuppertal, Fakultät für Elektrotechnik,
Informationstechnik und Medientechnik
Gaußstraße 20, 42119 Wuppertal

**Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck
aus Recyclingmaterial**

*Phase 1: Qualitative Bewertung der Eigenschaften von
Destillationsrückständen zur Lackplattenherstellung*

Zwischenbericht über die Phase 1 des Forschungsprojektes
gefördert durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt
unter dem Az. 34116/01-21

von

Dipl.-Ing. (FH) Thomas Gerich und Jörg Breukelgen
Nortrup, den 13.12.2021

1. Titelblatt

FlexoArt GmbH
Im Kollrieden 6a, 49638 Nortrup
in Zusammenarbeit mit der
Bergischen Universität Wuppertal, Fakultät für Elektrotechnik,
Informationstechnik und Medientechnik
Gaußstraße 20, 42119 Wuppertal

Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck aus Recyclingmaterial

*Phase 1: Qualitative Bewertung der Eigenschaften von
Destillationsrückständen zur Lackplattenherstellung*

Zwischenbericht über die Phase 1 des Forschungsprojektes
gefördert durch die Deutsche Bundesstiftung Umwelt
unter dem Az. 34116/01-21

von

Dipl.-Ing. (FH) Thomas Gerich und Jörg Breukelgen
Nortrup, den 13.12.2021

Projektkennblatt
der
Deutschen Bundesstiftung Umwelt



Az **34116/01-
21**

Referat **21/2**

Fördersumme

124.282,00 €

Antragstitel **Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck aus Recyclingmaterial**

Stichworte

Laufzeit
12 Monate

Projektbeginn
18.11.2019

Projektende

Projektphase(n)

Zwischenberichte

Bewilligungsempfänger

FlexoArt GmbH
Herr Thomas Gerich
Im Kollrieden 6a
49638 Nortrup

Tel 05436722980

Fax

Projektleitung

Dipl.-Ing. Thomas Gerich

Bearbeiter

Kooperationspartner

Bergische Universität Wuppertal
Fakultät für Elektrotechnik, Informationstechnik und Medientechnik
Prof. Dr.-Ing. Ulrich Jung
Gaußstr. 20
42119 Wuppertal

Zielsetzung und Anlaß des Vorhabens

Bei der Herstellung von Druckformen für den Flexodruck entsteht durch das Auswaschen der bebilderten und belichteten fotopolymeren Platte mit Lösemittel im Prozessverlauf ein Anteil an unvernetztem Polymer als Abfall (bei FlexoArt: 14,4 t/Jahr). Der Destillationsrückstand (**DRS**) muss als Sondermüll kostspielig thermisch entsorgt werden. Das bedeutet eine Verschwendung von nicht-nachwachsenden Ressourcen. Das Projekt soll Wege aufzeigen, diesen noch reaktiven Polymerrückstand ressourcenschonend für neue Platten für den Flexodruck wiederzuverwenden.

Darstellung der Arbeitsschritte und der angewandten Methoden

Im Projektteil 1 wurden Grundlagen erarbeitet und durch den Kooperationspartner physikalische Analysen zu den qualitativen Eigenschaften des Destillatrückstandes durchgeführt. Ziel ist, technische Machbarkeit und Materialeigenschaften in Hinsicht auf die generelle Eignung des Materials beurteilen zu können. Insbesondere soll überprüft werden, ob die Anforderungen an das Endprodukt (vorerst Lackplatten mit niedrigen Ansprüchen) eingehalten werden können. FlexoArt hat im Vorfeld in die benötigte Destillationsanlage investiert und soll entsprechend der Vorgabe des Planes der Bergischen Universität Wuppertal (BUW), Herr Prof. Jung, prozessrelevante Destillationsparameter zu Siedepunkt, Sumpftemperatur, Destillationszeit, Entnahmezzeit und Entnahmetemperatur erarbeiten. Aufgabe von FlexoArt soll ebenfalls sein, eine Vorrichtung zur Entnahme des Destillatrückstandes (DRS) zu bauen und Verfahren zur Plattenherstellung zu entwickeln. Der Kooperationspartner BUW hat einen Ablaufplan mit zeitlich gestaffelten Arbeitspaketen und Zuständigkeiten aufgestellt. Die BUW hat das Destillat und die gelieferten Probekörper auf folgende Parameter zu prüfen: gravimetrische Ermittlung des Restlösemittelgehaltes, rheometrische Untersuchung der viskoelastischen Eigenschaften, Kontaktwinkelmessung zur Ermittlung der Benetzbarkeit, Shore-Härte-Untersuchungen, ATR/FTIR Untersuchungen zur Ermittlung des Polymerisationsgrades und 3D-Laserscanning-Mikroskopie zur Bestimmung der Oberflächenrauheit. Diese Untersuchungen bilden die Basis für eine aussagekräftige Beurteilung der Materialeigenschaften in Hinsicht auf die Wiederverwendung als Druckform. Erwartet wurden insbesondere Aussagen über Restlösemittelgehalt und Polymerisation.

Ergebnisse und Diskussion

FlexoArt konnte folgende Erkenntnisse und Grundlagen für den weiteren Projektverlauf erarbeiten:

- **Prozessparameter für den Aufbereitungsprozess**, die einen reibungslosen Verlauf der Destillation erlauben und eine wirtschaftlich sinnvolle Fertigung von Prüfkörpern ermöglichen.
- unterschiedliche **Entnahmevorrichtungen für Gießversuche**, davon eine mit Überlauf zur Dicken Kalibrierung. Um eine möglichst genaue Dicke der Testkörper zu erzielen, hat FlexoArt ein Walzverfahren entwickelt.

Auch hat sich bei der Erstellung von Testkörpern gezeigt, dass die **Viskosität des DRS mit abnehmender - Temperatur und Restlösemittelgehalt steigt.**

Ausgangstemperaturbereich zwischen 90-110°C als gutes Verarbeitungsfenster. Auch konnten Parameter der Destillation und damit verbundenen Lösemittelanteils festgelegt werden, die eine Aufbereitung des DRS erlaubt und eine weitere Verarbeitung ermöglicht.

- **Einfluss von unerwünschter Belichtung: die vernetzte Schicht stört den Walzprozess.**

FlexoArt hat ein Verfahren erarbeitet, dass einen Lösemittelverlust und eine Vernetzung des DRS vermeidet und somit Lösemittelgehalt und Polymersiationsgrad nach den Entnahmen festhält.

Auch wurde eine wirtschaftliche Betrachtung anhand der vorliegenden Zahlen von FlexoArt durchgeführt und das Projekt **als wirtschaftlich sinnvoll durch FlexoArt bewertet.**

Als weiters trifft die BUW zu den einzelnen Untersuchungsbereichen folgende Aussagen:

Restlösemittelgehalt: die Schwankungsbreite der Destillatplattenchargen (DPC) beträgt 40%, zurückzuführen auf Schichtdickenunterschiede. Die Destillatproben enthielten einen max. Restlösemittelanteil von 39%.

Nach 48h Trocknung bei 60° war kein weiterer Lösemittelaustrieb nachweisbar.

mechanische Eigenschaften: 48h getrocknete und 48h getrocknete und danach belichtete Proben weisen vergleichbare Shore-Härte 000-Ergebnisse auf.

Die Rheometer-Untersuchungen ergaben eine Korrelation zwischen Restlösemittelanteil und ermittelten Unterschieden in den viskoelastischen Eigenschaften. Die Referenzflexodruckplatten (REP) zeigen signifikant höhere Speicher- und Verlustmodule und auch weniger Schwankungen in den Messwerten.

visuelles Erscheinungsbild: ist nur eingeschränkt zu beurteilen. **Die kontinuierliche Verbesserung des Destillatplattenherstellungsprozesses während des Projektes bestätigt die prinzipielle Eignung des DRS zur Erzeugung von Lackplatten.** Die Muster weisen z.T. eine glänzende Oberfläche auf, die auf eine stark gerichtete Lichtreflexion schließen lässt. Das wiederum lässt auf eine niedrige Rauigkeit schließen.

Die ermittelten Kontaktwinkel der Destillatproben zeigen sich abhängig vom verwendeten Lösemittel und ergeben ähnliches, besseres oder schlechteres Benetzungsverhalten.

3D-Laserscanning-Mikroskop: die Untersuchung der Oberflächengüte der DPC und der REP zeigen **die Vergleichbarkeit der Platten untereinander und damit die tendenzielle Eignung des Destillatrückstandes zur Erzeugung von Lackplatten.**

chemische Restreaktivität: durch die Bestimmung des Polymerisationsgrades kann die Restreaktivität der DPC nachgewiesen werden. Die Doppelbindungsumsätze der **Destillatproben lagen zwischen 40% und 70%. Das bedeutet starke Schwankungen zwischen den einzelnen Chargen.** Eine Vorgabe für zu erreichende Polymerisationsgraden von Flexodruckplatten konnte nicht recherchiert werden. Keine der Destillatproben ist voll durchbelichtet und alle noch belichtungsfähig.

Öffentlichkeitsarbeit und Präsentation

Aufgrund der vorläufigen Erkenntnisse der Projektphase 1 und notwendigen weiteren Untersuchungen sind noch keine Ergebnisse veröffentlicht worden.

Fazit

Mittels prozessnaher Entwicklungen bei FlexoArt und physikalischen Untersuchungen der BUW wurde der Destillatrückstand aus dem Herstellungsprozess von Flexodruckplatten auf Wiederverwendbarkeit untersucht. Folgende erste Erkenntnisse bei der Mustererstellung konnten gewonnen werden:

Grundsätzlich kann der DRS verarbeitet werden. Eine wirtschaftliche Aufbereitung des DRS und die weitere Verarbeitung zu einfachen Lackplatten ist möglich. Eine Polymerisation des DRS während der Prozesse muss unbedingt vermieden werden. Oberflächengüte und Dimension können durch einen Walzprozess, einen Gießprozess und möglicherweise durch Extrusion mittels einer Breitschlitzdüse erzeugt werden.

3. Inhaltsverzeichnis

1. Titelblatt.....	1
2. Projektkennblatt.....	2
3. Inhaltsverzeichnis.....	4
4. Verzeichnis der Abbildungen.....	5
5. Verzeichnis der Abkürzungen und Definitionen.....	6
6. Zusammenfassung.....	7
7. Einleitung.....	8
8. Hauptteil.....	10
8.1 Zielsetzung.....	11
8.2 Vorarbeiten bei FlexoArt.....	12
8.3 Vorarbeiten der Bergischen Universität Wuppertal.....	12
8.4 Aufgabenstellung FlexoArt.....	13
8.4.1 Wirtschaftlichkeit.....	13
8.4.2 Erarbeiten der Destillationsparameter.....	14
8.4.3 Entnahmevorrichtung.....	14
8.4.4 Verfahren für Musterherstellung: Gießen/Walzen.....	15
8.5 Aufgabenstellung BUW.....	18
8.5.1 Ökologische und gesetzliche Anforderungen.....	18
8.5.2 Untersuchungen	19
8.6 Diskussion der Ergebnisse	21
8.7 Verbreitung der Vorhabensergebnisse	23
9. Fazit	23
10. Literaturverzeichnis	25

4. Verzeichnis der Abbildungen

Abb. 1 Grundzüge der Herstellung von Flexo-Druckformen (Quelle: SCA)	10
Abb. 2 Kosten Entsorgung	13
Abb. 3 Destille	14
Abb. 4 Temperaturmessung	15
Abb. 5 einfacher Gießversuch auf verschiedenen Untergründen	15
Abb. 6 erste Gießform 1	16
Abb. 7 erste Gießform 2	16
Abb. 8 Gießform für dünne Platten	16
Abb. 9 verschließbarer Umschlag	17
Abb. 10 Umschlag mit Schienen	17
Abb. 11 erster Walzversuch	17
Abb. 12 Weiterentwicklung Walzverfahren	18

5. Verzeichnis der Abkürzungen und Definitionen

AbfRRL, Abfallrahmenrichtlinie

BImSchG, Bundesimmissionsschutzgesetz

BUW, Bergische Universität Wuppertal

DPC, Destillatplattenchargen aus recyceltem Fotopolymer

DRS, Destillatrückstand, Abfallprodukt der Destillationsanlage aus unvernetztem Fotopolymer

Druckvorlage, auch Klischee, Druckform, beim Druck bildgebend

Finishing, Belichtung am Ende des Prozesses zur Nachvernetzung des Polymers

Flexodruck, Hochdruckverfahren für den Verpackungs-, Etiketten- und Zeitungsdruck

Flexo-Druckplatte, weiche Druckvorlage für den Flexodruck, Material: Fotopolymer

Flexo-Lackplatte, einfache Druckvorlage für den Auftrag von Lack zur Veredelung

Klischee, Teil der Druckvorlage aus Polymer

LAMS, Laser-Ablative-Mask-System, lichtundurchlässige Schicht auf Neu-Polymer

PET: Polyethylenterephthalat, Folienmaterial

Polymer, hier Fotopolymer, wird durch UV-Licht zur Vernetzung angeregt

RFP: Referenzflexodruckplatte, handelsüblich

SAV, Sonderabfallverbrennungsanlage

Stripp-Lackplatte: einfache Flexo-Lackplatte, Druckvorlage für die Veredelung von Druckerzeugnissen mit Lack; dünnes Polymer, das an den nicht-druckenden Stellen vom Untergrund abgezogen wird

VOC, volatile organic compounds

6. Zusammenfassung

Im Rahmen des 1. Projektteiles des Forschungsprojektes

Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck aus Recyclingmaterial

wurden die Eigenschaften eines Destillatrückstandes aus der Herstellung von Flexodruckplatten in Hinsicht auf die Wiederverwendbarkeit als Rohstoff für die Lackplattenherstellung untersucht. Dabei waren insbesondere folgende Aspekte Gegenstand der Untersuchungen:

- Wirtschaftlichkeit
- Verfahren zur Entnahme und Probekörperherstellung
- Verfahren zur Formgebung und Dickenkalibrierung
- Restlösemittelanteil und dessen Austriebsmöglichkeit
- mechanische Eigenschaften
- Oberflächenbeschaffenheit
- chemische Restreaktivität

Dabei hat FlexoArt die technische Machbarkeit der Destillatentnahme und Probekörperherstellung in mehreren Verfahren im Labormaßstab nachgewiesen. Zur Anwendung kamen Gieß- und Walzverfahren, die unerwünschte Trocknung und UV-Einfluss minimieren konnten. Gleichzeitig konnten Oberflächen realisiert werden, die eine für diese Phase annehmbare Qualität aufwiesen. Im Rahmen der Wirtschaftlichkeitsüberprüfung wurde das Potential des Forschungsprojektes sowohl wirtschaftlich (positive Deckungsbeitragsrechnung) als auch hinsichtlich der Umweltrelevanz (potenzielle Reduzierung der thermischen Entsorgung von Abfällen aus Unternehmen gleicher Größe der Branche in Deutschland von ca. 500 t/Jahr, ressourcenschonende Reduzierung von Transportaufwand und Herstellung von Neu-Polymer aus nicht-nachwachsenden Rohstoffen) deutlich. Die labortechnischen Untersuchungen der Bergischen Universität Wuppertal ergaben eine generelle Eignung des Destillatrückstandes für die Verwendung als Material für die Klischeeherstellung, d.h. u.a. das Restlösemittel ist auszutreiben, die Oberflächenbeschaffenheit ist kontinuierlich durch FlexoArt verbessert worden und die chemische Restreaktivität zeigt weiteres Potential.

Für das weitere Vorgehen wären ergänzende labortechnische Untersuchungen eines prozessnah belichteten und getrockneten Destillatrückstandes notwendig. Die Aufgabe für die Verfahrenstechnik bestünde im Weiteren darin, das Herstellverfahren für Musterplatten auf ein größeres Plattenformat hochzukalieren und z.B. eine präzisere Gieß-, Walz- oder auch Extrusionstechnik im Hinblick auf glattere Oberflächen und gleichmäßige Dicke anzuwenden.

Dieses Projekt wurde von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt unter dem Az. 34116/01-21 gefördert und von FlexoArt mit dem Kooperationspartner Bergische Universität Wuppertal (BUW) durchgeführt.

7. Einleitung

Der Flexodruck ist ein Hochdruckverfahren, das im Bereich der Verpackungsdrucks auf Wellpappe weit verbreitet ist. Die Druckvorlage (Klischee), die in den Druckereien auf den Druckzylinder gespannt wird, ergibt das Bild, das auf den Bedruckstoff aufgebracht wird. Druckvorlagen werden von sog. Klischeeanstalten im Auftrag der Druckerei hergestellt. FlexoArt ist eine solche Klischeeanstalt. Das Material für die Druckvorlage ist eine relativ weiche Polymerplatte, die durch die Bestrahlung mit UV-Licht zur Vernetzung angeregt wird und so aushärtet. Die Endkonsistenz ist gummiartig. Die Herstellung erfolgt durch die partielle Vernetzung eines Rohfotopolymers mittels Belichtung und dem anschließenden Entfernen der unvernetzten Bereiche. Dieses „Auswaschen“ genannte Verfahren geschieht sowohl mechanisch als auch unter Einsatz von Lösemittel. Es entsteht ein Relief, dessen Oberseite die farbgebenden Bereiche beim Druck definiert. Rest aus dem Auswaschprozess ist ein Gemisch aus Polymermaterial und Lösemittel, wobei FlexoArt das Lösemittel in einer Destillationsanlage weitestgehend vom Polymer trennt und bis zu 97 % der Produktion wieder zuführt.

Abfallprodukt aus dem Destillationsprozess wiederum ist ein Destillationsrückstand, der nach heutigem Stand der Technik nicht weiter verwendet werden kann und als Sondermüll in einer Sonderabfallverbrennungsanlage (SAV) thermisch entsorgt werden muss.

Im Jahr 2020 fielen bei FlexoArt 17 t dieses Materials mit direkten Kosten von ca. 11.000 € an. In Deutschland gibt es ca. 30 Unternehmen der Branche, die eine ähnliche Betriebsgröße wie FlexoArt haben. Es ergibt sich also allein in diesem Bereich eine Masse von über 500 t jährlich, die zur Entsorgung in SAVen ansteht.

Projektidee ist, die im Destillationsschlamm vorhandenen Polymeranteile für die Herstellung von einfachen Druckformen wiederzuverwenden. Grundannahme dabei ist, dass das vorhandene Polymer noch reaktiv ist.

Die Entwicklungen und Untersuchungen sollten die Frage beantworten, ob es möglich und sinnvoll ist, unter ökologischen, ökonomischen, verfahrenstechnischen und physikalisch-chemischen Aspekten aus dem Abfallprodukt Destillatrückstand neue photopolymerische Druckformen herzustellen.

Zielsetzung des Projektes in der ersten Phase sollte eine Erarbeitung der verfahrenstechnischen Möglichkeiten hinsichtlich der Verarbeitung und die Überprüfung des Rohstoffes auf seine relevanten Eigenschaften hin sein.

Diese beiden Bearbeitungsbereiche wurden zwischen FlexoArt und dem Kooperationspartner Bergische Universität Wuppertal (BUW) nach Kompetenzen aufgeteilt und nach einem von der BUW aufgestellten Ablaufplan abgearbeitet.

Gemäß der Projektskizze waren die Aufgaben für FlexoArt, festzustellen, ob:

1. Das verwendete Lösemittel Einflussgröße auf die Qualität der recycelten Fotopolymers ist.
2. Die Restlösemittelgehalte Einflussgröße sind.
3. Die Zeit zwischen Entnahme des Destillationsrückstandes aus dem Destillationsprozess und Herstellung des recycelten Fotopolymers Einflussgröße ist.
4. Die Temperaturführung im Destillationsprozess Einflussgröße ist.
5. Die Provenienz des Neu-Fotopolymers die Eigenschaften des recycelten Polymers beeinflusst.

Die Aufgabe der BUW bestand in der Untersuchung der Destillatproben und der Musterplatten hinsichtlich folgender Eigenschaften:

1. Oberflächenglätte und Oberflächenbeschaffenheit
2. Oberflächenenergie und Gleichmäßigkeit ihrer Verteilung
3. mechanische Eigenschaften wie Kompressibilität und Zugfestigkeit

8. Hauptteil

Der Flexodruck ist ein Hochdruckverfahren, das unter anderem wegen der einfachen Bauart der Druckmaschinen weite Verbreitung gefunden hat. Wesentlicher qualitätsbestimmender Faktor des Druckverfahrens ist die Druckform. Sie wird in einem komplexen Prozess aus einer fotopolymeren Platte hergestellt und mittels selbstklebender Bänder auf den Formzylinder aufgebracht. Die Kompressionseigenschaften der in der Regel recht weichen Druckform im Zusammenspiel mit der Komprimierbarkeit des Unterbaus (Klebebänder) bestimmt die Präzision des Abwälzens der Druckform auf dem Bedruckstoff und damit die Qualität des erzeugten Druckbildes.

Der Herstellungsprozess beginnt damit, dass die anfänglich lichtdicht beschichtete und unvernetzte Fotopolymerplatte mit Hilfe eines Lasers an den späteren druckenden Stellen bestrahlt wird, wodurch die lichtdichte Schicht durchbrochen wird (Abb.1.1). Es entsteht eine Negativform des Druckmotivs. Die Druckplatte wird nun zunächst von der Rückseite her mit UV-Licht bestrahlt (Abb.1.2). Dadurch startet die Polymerisation, bis etwa die Hälfte der Druckplattendicke vollständig auspolymerisiert ist. Nun beginnt die UV-Bestrahlung von der Oberseite (Abb.1.3). Polymerisieren können nur die **nicht** von der lichtdichten Schicht abgedeckten Bereiche, das übrige fotopolymere Material bleibt unvernetzt und wird im nächsten

Schritt mit Lösemittel ausgewaschen (Abb. 1.4). Nach der Trocknung und dem Nachvernetzen (Finishing) ist die Druckplatte fertig. Sie trägt das Druckmotiv in Form erhabener Flächen oder erhabener Rasterpunkte.

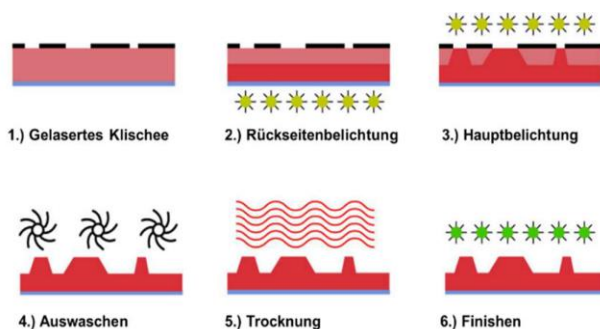


Abb. 1 Grundzüge der Herstellung von Flexo-Druckformen
(Quelle: SCA)

In der Folge des Prozessschrittes „Auswaschen“ bleibt das zum Auswaschen verwendete Lösemittel (Auswaschmittel) mit unterschiedlichen Anteilen an unvernetztem Fotopolymer im Regelfall als Abfall übrig. Das Auswaschmittel besteht aus verschiedenen aliphatischen und geringen Anteilen an aromatischen Kohlenwasserstoffen. Nach Abschluss des Auswaschprozesses wird bei FlexoArt das Auswaschmittel durch eine Destillation von den gelösten Fotopolymeranteilen getrennt und wiederverwendet. Der verbleibende Rückstand aus unvernetztem Fotopolymer ist von honigartiger Konsistenz. Er wird nicht wiederverwendet, sondern nach dem Stand der Technik thermisch entsorgt. Zur thermischen Entsorgung gibt es derzeit keine Alternative. Damit ist die Entsorgung der Destillationsrückstände eine Ressourcenverschwendung und ökologisch bedenklich.

Allein bei FlexoArt fielen im Jahr 2020 ca. 17 t Destillationsrückstand an, die als Sondermüll kostenintensiv entsorgt (ca. 11.000 € Kosten) werden müssen. Damit ist die Entsorgung der Destillationsrückstände eine Ressourcenverschwendung und ökologisch bedenklich.

8.1 Zielsetzung

An diesem Punkt soll das Projekt aufsetzen, in dem es Wege aufzeigt, wie die Destillationsrückstände, die im Wesentlichen aus unvernetztem und noch reaktivem Fotopolymer bestehen und die ursprünglich aus nicht-nachwachsenden Rohstoffen hergestellt wurden, ressourcenschonend und umweltfreundlich zu Rohfotopolymer verarbeitet werden können. Die grundlegende Projektidee ist, dass die Destillationsrückstände der Druckformherstellung für die Produktion von neuen Lackformen eingesetzt werden. Diese Lackformen sollen kostengünstig und für typische transportverpackungstechnische Anwendungen geeignet sein. Beitrag des Projektes zur Umweltentlastung ist es, die heute zur Entsorgung anfallenden Destillatrückstände als Rezyklat für die Druckformherstellung wiederzuverwenden. Es verringern sich dadurch:

- Aufwand, Kosten und Umweltbelastung der thermischen Entsorgung des Destillationsrückstandes
- Materialeinsatz für neuwertige Lackplatten
- und der Transport von neuem Klischeematerial vom Hersteller zum Verarbeiter.

Besonders gut eignen sich dafür Flexo-Lackplatten, weil in der Regel die technischen Ansprüche an sie geringer sind als bei den Flexo-Druckplatten und deshalb erwartet werden kann, dass evtl. Qualitätsminderungen durch den Recyclingvorgang hingenommen werden können. Zu unterscheiden sind zwei verschiedene Arten von fotopolymeren Flexo-Lackplatten, die je nach Anforderungsprofil angewendet werden. Für einfache Lackieraufgaben im Verpackungsdruck finden glatte Lackplatten, die sogenannten Stripp-Platten, Anwendung. Es handelt sich dabei um dünne, in der Oberfläche unstrukturierte Fotopolymerplatten, die mit einem speziellen Klebstoff auf ebenfalls dünne PET-Trägerfolien geklebt werden. Mit Hilfe eines Schneidplotters werden die fotopolymeren Schichten der Platte nach Bedarf zugeschnitten. So werden beispielsweise bei Spotlackierungen die gewünschte lackübertragende Fläche oder bei Lackaussparungen für die Klebeflächen von Faltschachteln die entsprechenden Flächen ausgeschnitten. Die jeweils nicht benötigten Flächen der Fotopolymerschicht werden von der PET-Folie abgezogen (gestrippt). Wesentliche Anforderungen an die Stripp-Platten sind: Definierte Dicke, hohe Dickengleichmäßigkeit und gutes Lackübertragungsvermögen. Mit den preiswerten Stripp-Platten werden etwa 80 % des Marktbedarfs abgedeckt.

Für anspruchsvollere Lackieraufgaben, die im Wesentlichen auf die Veredelung hochwertiger grafischer Erzeugnisse beschränkt bleiben und bei denen Bildschärfe, Registergenauigkeit und die Lackierung komplexer Motive verlangt werden, finden Fotopolymer-Lackplatten Anwendung.

Sie werden in einem digitalen Prozess mit dem gleichen Verfahren wie Flexo-Druckplatten hergestellt, also Bebilderung mit einem digital angesteuerten Laser, Belichten und Auswaschen unvernetzter Fotopolymeranteile. Etwa 15 % des Marktbedarfs entfallen auf die kostenintensiveren digitalen Fotopolymer-Lackplatten. In weiteren Untersuchungen bleibt festzustellen, ob sich der Destillatrückstand auch für diese Anwendung eignet.

FlexoArt fertigt bereits jetzt Druckformen und Lackplatten für reine Flexodruckmaschinen, die u.a. im Wellpappendruck und in der Herstellung flexibler Verpackungen eingesetzt werden. Lackplatten finden auch in Bogenoffsetmaschinen z.B. für die Faltschachtelherstellung Verwendung, deren Lackwerke oft Flexodruckwerke sind. Alle bei FlexoArt hergestellten Lackplatten bestehen aus Fotopolymer, sind also sowohl Stripp-Platten als auch digitale Fotopolymerplatten.

8.2 Vorarbeiten bei FlexoArt

FlexoArt ist sich seiner Verantwortung für die Schonung von Umwelt und Ressourcen bewusst und bereit, zur Erfüllung diese Ziele zu investieren.

Durch den immer größer werdenden Bedarf an Lackplatten für verschiedene Industriezweige wächst auch der Bedarf an Lösemitteln für den Auswaschprozess. Um die damit einhergehende Verschwendung an Ressourcen zu stoppen, wurde im Oktober 2015 bei FlexoArt eine Destillationsapparatur zur Lösemittelrückgewinnung installiert. Dadurch konnte bis zu 97 % des eingesetzten Lösemittels in den Produktionsprozess zurückgegeben werden. Für den im Destillationsprozess entstehende Destillationsrückstand aus unvernetztem Fotopolymer und geringen Anteilen an Lösemittel gibt es bis heute keine Lösung, er muss als Abfall entsorgt werden. Mit dem beantragten Projekt will FlexoArt zusammen mit dem Kooperationspartner Uni Wuppertal auch dafür eine umwelt- und ressourcenschonende Lösung finden.

8.3 Vorarbeiten der Bergischen Universität Wuppertal

Am Lehrstuhl der Digital und Offsetdruck von Prof. Jung wurden in den Jahren 2013 -2016 mehrere studentische Arbeiten mit dem Ziel durchgeführt, sogenannte Sonderlackierungen in Inline-Lackwerken von Bogenoffsetdruckmaschinen zu optimieren. Die Arbeiten wurden in Kooperation mit Heidelberger Druckmaschinen als führender Druckmaschinenhersteller durchgeführt. Im Rahmen dieser Arbeiten konnten die Fertigkeiten des Lehrstuhls hinsichtlich der messtechnischen

Charakterisierung von Lackplatten und insbesondere von Lackplatten, die zur Erzeugung von Sondereffekten ausgelegt waren, weiterentwickelt werden. Hervorzuheben sind die erarbeiteten Korrelationen zwischen Messwerten und visuell beurteiltem Glanz der Lackierung. Auf der Drupa 2016 wurde ein im Rahmen von studentischen Arbeiten entworfener und auf der universitätseigenen Druckmaschine produzierter Musterfächer mit Pseudo-3D-Effekten gemeinsam mit Heidelberger Druckmaschinen dem Fachpublikum präsentiert. Der Lehrstuhl ist somit fachlich prädestiniert, die Entwicklungsarbeiten bei FlexoArt technisch-wissenschaftlich zu begleiten und Arbeitsergebnisse auf eine solide Basis zu stellen.

8.4 Aufgabenstellung FlexoArt

Aufgaben von FlexoArt war es im ersten Schritt, Überlegungen zur Wirtschaftlichkeit anzustellen, Destillationsparameter festzulegen und eine Entnahmevorrichtung für Destillat zu bauen.

Im folgenden Schritt sollten dann Verfahren für die Herstellung von Musterplatten entwickelt werden.

8.4.1 Wirtschaftlichkeit

Bei einer Schichtstärke des Polymers von 0,76 mm, die für die Herstellung einer Stripp-Lackplatte benötigt wird, beträgt das Gewicht des Restpolymers für die Beschichtung eines Quadratmeters ca. 1 kg. Bei 17 t Restpolymer, das durch FlexoArt

Datum	Bezeichnung	Menge in t	Kosten in €
19.02.2020	DSA	1,08	730,26
20.03.2020	DSA	1,35	1093,03
17.04.2020	DSA	1,32	943,20
26.05.2020	DSA	1,79	1263,96
15.06.2020	DSA	1,99	1272,96
14.07.2020	DSA	1,24	890,97
31.07.2020	DSA	1,77	1250,70
07.08.2020	DSA	1,33	785,94
29.09.2020	DSA	1,33	935,85
27.10.2020	DSA	2,36	1607,64
31.12.2020	DSA	1,38	961,35
	Summe:	16,94	11735,86

entsorgt werden müsste, könnten ca. 17.000 m² Stripp-Platten hergestellt werden. Der Preis für die auf dem Markt üblichen Stripp-Platten liegt in einem Bereich von 52 bis 89 €/m². Da es sich bei den angedachten Platten um ein reines Substitutionsgut handelt, sollte der Preis unter den bestehenden Angeboten liegen, um erfolgreich auf dem Markt eingeführt werden zu können.

Abb. 2 Kosten Entsorgung

Für eine erste wirtschaftliche Betrachtung kann 40 €/m² angenommen werden. So könnte beim Verkauf von 17.000 m² Stripp-Platten ein Umsatz von 680.000 € erzielt werden.

Um eine Stripp-Lackplatte (Stärke 1,16 mm) herzustellen, benötigt man eine Trägerfolie. Im Projekt hat sich die bei FlexoArt gebräuchliche PET-Folie als Trägerfolie geeignet erwiesen. Die Kosten liegen bei ca. 2,61/m². Für die Trägerfolien würden beim Verkauf von 17.000 m² Stripp-Platten Kosten in Höhe von 44.370 € entstehen.

Die Produktionskosten für Belichtung und Trocknung liegen für FlexoArt bei ca. 1,45 €/m². Diese Kostenstelle würde beim Verkauf von 17.000 m² mit 24.650 € zu Buche schlagen. Unter der Annahme, dass FlexoArt aus den im Jahre 2020 entstandenen ca. 17 t Rückstand Stripp-Platten hergestellt hätte, ergäbe sich unter Berücksichtigung der Einsparung der Entsorgungskosten ein Deckungsbeitrag von 622.000 €. Inwieweit dieser Betrag die eigentlichen Kosten für die Herstellung der Lackplatten deckt, ist erst nach der detaillierten Festlegung des Herstellungsverfahrens möglich und Teil der folgenden Projektschritte.

8.4.2 Erarbeiten der Destillationsparameter

Die Verarbeitungsparameter der Destillationsanlage sind nur in engen Grenzen variabel und sollen primär die gewünschte Funktion der Anlage gewährleisten. FlexoArt hat für den internen Ablauf optimale Anlageneinstellungen der Destillationsanlage vorgenommen mit dem Ziel, durch bestmögliche Aufbereitung einen hohen Reinheitsgrad des Lösemittels für die Wiederverwendung zu erreichen. Außerdem wurde während der Laufzeit des Projektes auf ein umweltfreundlicheres Lösemittel umgestellt, was wiederum neue Anlageneinstellungen nach sich zog. Die derzeit gültigen Destillenparameter sind unter den Bedingungen bei FlexoArt:

- Ausdestillationszeit 120 min.
- Hauptdestillation Temperatur 153°C
- Ausdestillationstemperatur 113°C
- Verweilzeit in Speicher 10 min.

8.4.3 Entnahmeverrichtung

Auf den letzten Arbeitsschritt der Destillationsanlage (Vakuumkanter) erfolgt das Ablassen des Destillatrückstandes über einen pneumatisch gesteuerten Schieber in eine fahrbare Wanne ausreichenden Volumens. Darin findet der Transport zum Behälter für Sondermüll statt.



Abb. 3 Destille

Der Schieber ist auch für eine Dosierung geeignet. Diese Funktion ermöglicht nicht nur das Ablassen der kompletten Charge, sondern auch die Befüllung einer Form mit begrenztem Inhalt für das Gießverfahren. Die geringeren Mengen für das Walzverfahren wurden per Hand mit einem Spachtel aus dem abgelassenen Destillationsrückstand entnommen.

8.4.4 Verfahren für Musterherstellung: Gießen/Walzen

8.4.4.1 Vorbemerkung

Da der Destillationsrückstand sich gerade im heißen Zustand mit fast jeglichem Untergrund verbindet, hat sich für beide Verfahren als praktikabel erwiesen, die Musterplatten als double-layer herzustellen. Das Material wird auf eine Trägerfolie aufgebracht und über die Temperatur des Destillationsrückstandes mit der Folie laminiert. So kann man einerseits die Musterplatte von der Form lösen und hat andererseits einen Aufbau der Musterplatte mit Folie und Klischee, der theoretisch bereits als Druckform verwendet werden kann.

8.4.4.2 Gießverfahren

Für das angedachte Gießverfahren zur Herstellung von Musterplatten ist die Fließfähigkeit des Materials von entscheidender Bedeutung. Grundsätzlich wurde bereits bei FlexoArt festgestellt, dass die Viskosität des Destillationsrückstandes über die Temperatur und den Lösemittelgehalt steuerbar ist. Bei zunehmender Temperatur und Lösemittelgehalt nimmt die Viskosität ab. Ein hoher Lösemittelgehalt ist aufgrund der Destillationsparameter nicht gegeben und wegen der Gesundheitsgefährdung durch Dämpfe in der Verarbeitung und dem Energieaufwand für die längere Trocknung auch nicht wünschenswert.



Abb. 4 Temperaturmessung

Die Temperatur als Parameter für die Fließfähigkeit des Materials in der Probenherstellung ist also maßgeblich. Die Messungen hierzu fanden mit einem Infrarot-Thermometer statt. Da diese Messmethode nur eine Oberflächentemperatur liefert, hat FlexoArt sowohl Erfahrungswerte zum Temperaturverlauf innerhalb des Materials gesammelt als auch Annahmen durch laufende Messungen bestätigt. Die Versuche haben ergeben, dass bei Temperaturen oberhalb 120°C eine Verformung der Trägerfolie auftritt. Bei Temperaturen unterhalb 80°C ist die Viskosität für ein Gießverfahren zu hoch.

Ein einfacher Gießversuch auf Folie und auf Wellpappe mit einer Neigung von 45° visualisiert diese Eigenschaft als zurückgelegte Strecke des Destillats (rechts 100°C, links 60°C). Somit ergibt sich eine Range von 90 – 110°C als Ausgangstemperatur des Destillatrückstandes für das Gießverfahren.



Abb. 5 einfacher Gießversuch auf verschiedenen Untergründen

Ziel der Musterplattenherstellung ist in beiden Verfahren, eine homogene Platte in gleichmäßiger Stärke und glatter Oberfläche zu erzielen. FlexoArt hat im ersten

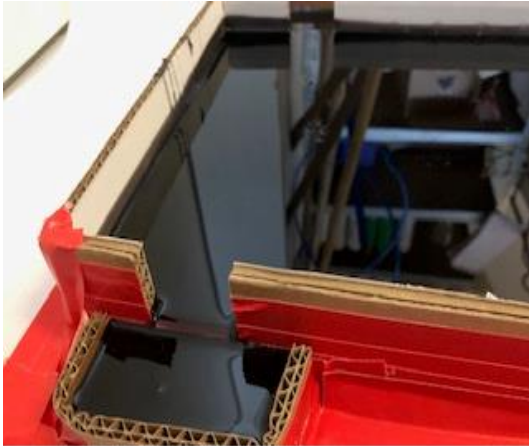


Abb. 6 erste Gießform 1

Ansatz eine einfache Gießform mit Dickenkalibrierung durch Überläufe gebaut.

Gut sichtbar ist schon hier die spiegelnde Oberfläche, die auf Glattheit schließen lässt.



Abb. 7 erste Gießform 2



Abb. 8 Gießform für dünne Platten

Eine zweite Gießform für dünnere Platten hat die Dickenkalibrierung auf einer Schmalseite der Form.

8.4.4.3 Walzverfahren

Eine bestimmende Materialeigenschaft eines Photopolymers ist die Aushärtung durch Vernetzung mittels UV-Einfluss. Dieser Prozess findet sofort ab Exposition, auch bei üblichem Tageslicht, statt. In der Produktion werden deshalb definierte Mengen an UV-Strahlung nach Wellenlänge, Intensität und Dauer verwendet, um

die gewünschte Produktqualität zu erzielen. FlexoArt hat diese Problematik für die Herstellung von Musterplatten erkannt.

Für die Herstellung von Proben im Walzverfahren hat FlexoArt besonderes Augenmerk auf den Schutz vor UV-Einfluss und Verlust von Lösemittel gelegt. Ziel war es, unkontrollierte Veränderungen des Materials bis zu den Untersuchungen der BUW auszuschließen. Grundidee hierbei ist eine Art „Umschlag“, in den lichtundurchlässige Folien eingelegt werden, zwischen denen das Destillat gewalzt wird.

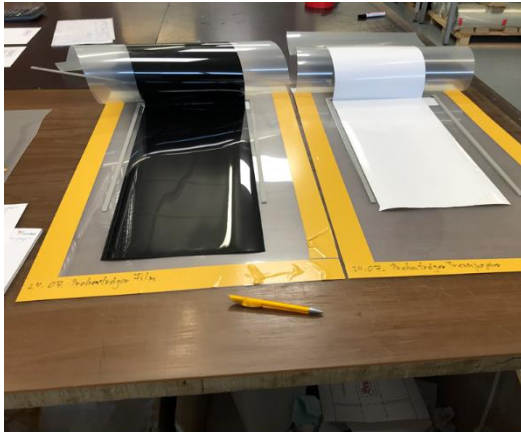


Abb. 9 verschließbarer Umschlag

Während des Walzvorgangs wird der Umschlag mit Hilfe der gelben doppel-seitigen Klebebänder sofort luftdicht verschlossen. Lösemittelverlust und Belichtung können erst nach dem Öffnen der Verpackung stattfinden.

Im Weiteren hat FlexoArt einen Umschlag mit seitlichen Schienen entworfen, die eine Dickenkalibrierung beim Walzen ermöglicht.

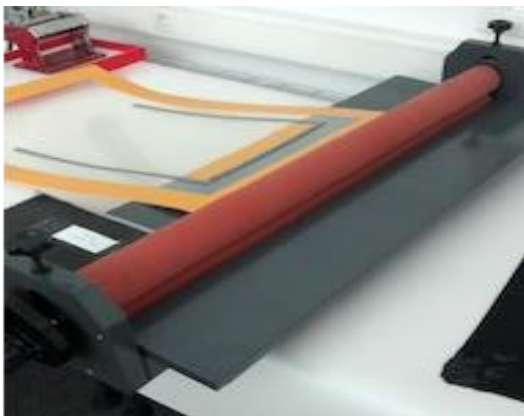
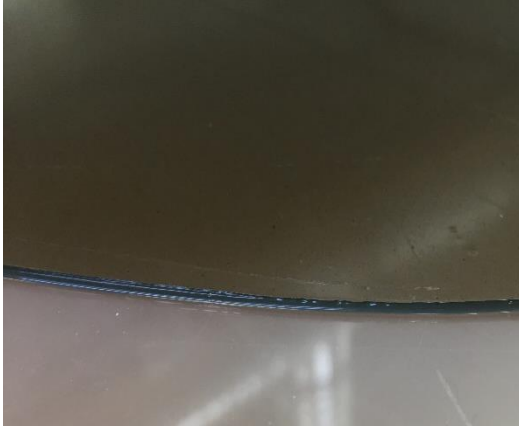


Abb. 10 Umschlag mit Schienen

Ein erster Walzversuch hat nebenstehendes Ergebnis erbracht.



Abb. 11 erster Walzversuch



Die Schienen ermöglichen ein Walzverfahren, das sowohl eine deutlich gleichmäßigere und glattere Oberfläche als auch ein gleichmäßigere Dicke ergibt.

Abb. 12 Weiterentwicklung Walzverfahren

8.5 Aufgabenstellung BUW

Aufgaben des Kooperationspartners BUW war es, die ökologischen und gesetzlichen Anforderungen zu betrachten, Destillat und Musterplatten zu untersuchen und auszuwerten und einen Abschlussbericht zu erstellen. Dieser Bericht ist von der BUW gesondert eingereicht worden und liegt auch FlexoArt als Teilabschlussbericht vor.

Der Teilabschlussbericht der Phase 1 von FlexoArt wird die Verfahren und Methoden der Untersuchungen der BUW im Folgenden lediglich im Ergebnis zitieren und nicht mehr detailliert darstellen.

8.5.1 Ökologische und gesetzliche Anforderungen

In der graphischen Industrie sind die Richtlinie VOC und das BImSchG zu beachten. (Jung & Patejdl, 2021)

Über den Betrieb der Destille kann über 90% des Lösemittels aufbereitet für den Prozess rückgewonnen werden (Abfallvermeidung im Sinne von Art. 3 Nr. 12 der Richtlinie (EU) 2018/851 und Art. 3 Nr. 12 AbfRRL). (Jung & Patejdl, 2021)

„Für die entstehenden Abfälle sind die Bestimmungen des Gesetzes zur Förderung der Kreislaufwirtschaft und Sicherung der umweltverträglichen Bewirtschaftung von Abfällen (KrW-/AbfG) zu beachten. Die entsprechenden Abfallschlüsselnummern können der Abfallverzeichnis-Verordnung (AVV) entnommen werden und sind im Sinne des § 41 Abs. 1 Satz 1 und Abs. 3 Nr. 1 des KrW-/AbfG besonders überwachungsdürftig.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Die Literaturrecherche ergab weiterhin, dass "bei der Entsorgung ungehärteter Produkte oder Makulatur, Farb- und Lackresten" die Vorgaben der Richtlinie 91/689/EWG zu beachten sind. Über den Hausmüll können vollständig ausgehärtete UV-Farben und UV-Lacke entsorgt werden. Ähnliche Zusammenhänge

werden für die nicht ausgehärteten Schichtbestandteile des Destillationssumpfs angenommen.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Ziel des Projektvorhabens (Verringerung von Abfällen und Lösemittlemissionen), nach oben genannten einzuhaltenden Vorgaben, ist es, die aus Destillationsrückstand gefertigten Destillatplatten weitestgehend vollständig durchzuhärten und den Lösemittelanteil weitestgehend zu minimieren. Eine weitestgehend vollständige Durchhärtung ist essenziell für die Produktsicherheit von Lackplatten. Eine weitgehende Trocknung der Lackplatten aus Destillationsrückstand erhöht potenziell den Aufwand bzgl. der Trocknungsenergie und -zeit und muss deshalb bei der wirtschaftlichen Beurteilung des Projektes berücksichtigt werden.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Eine Vorgabe für zu erreichende Polymerisationsgrade von Flexodruckplatten konnte nicht recherchiert werden. Nach mündlicher Befragung eines namenhaften Herstellers von Lackplatten werden diese auch nicht von den Herstellern geprüft. Eine Empfehlung unsererseits könnten die Polymerisationsgradeinstellungen von UV-Lacken sein.“ (Jung & Patejdl, 2021)

8.5.2 Untersuchungen

Die Bergische Universität Wuppertal hat die aus recyceltem Fotopolymer hergestellten Destillatplattenchargen (DPC) auf folgende Parameter hin untersucht:

- Restlösemittelanteil
- mechanische Eigenschaften
 - Shore-Härte
 - elastisches und viskoses Verhalten
- Oberflächeneigenschaften
- visuelles Erscheinungsbild
- Kontaktwinkelmessungen
 - mikroskopische Untersuchungen mit 3D-Laserscanning Mikroskop
- chemische Restreaktivität

8.5.2.1 Bewertung des Lösemittleinflusses der DPC, bezogen auf Flexosol-i

„Der Restlösemittelanteil der Destillatproben wurde gravimetrisch ermittelt. Dabei wurden die Messungen zu festen Trocknungszeiten und Trocknungsbedingungen durchgeführt.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Die Destillatproben im ungetrockneten und unbelichteten Zustand enthielten einen max. Restlösemittelanteil von 39%. Nach 48h Trocknungszeit und einer Trocknungstemperatur von 60°C war kein weiterer Lösemittelaustrieb nachweisbar.“ (Jung & Patejdl, 2021)

8.5.2.2 Bewertung der mechanischen Eigenschaften der DPC

„48h getrocknete Destillatproben und 48h getrocknete Destillatproben mit anschließender Belichtung weisen nach 15 s Belastungszeit vergleichbare Shore-Härte 000-Ergebnisse auf. Für die 48h getrockneten Destillatproben wurden Härten zwischen 74 Shore 000 und 86 Shore 000 und für 48h getrocknete und belichtete Destillatproben Härten zwischen 73 Shore 000 und 86,5 Shore 000 festgestellt.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Es konnte eine sehr gute Korrelation zwischen Restlösemittelanteil und den ermittelten Unterschieden in den viskoelastischen Eigenschaften, d.h. Verlauf und Höhe der Speicher und Verlustmodule gefunden werden. Die Unterschiede der DPC und deren Trocknungszuständen sind besonders in den elastischen Eigenschaften (Speichermodulen) zu erkennen und zeigen reproduzierbare typische Werte nach Tab. 6. Dies trifft auch auf die Referenz-Flexodruckplatten zu (TAB 8). Bei hohen Lösemittelanteilen, also vor der Trocknung, dominiert das vorhandene Lösemittel offenbar die viskoelastischen Eigenschaften der Destillatproben. Je mehr Restlösemittel (RLM) ausgetrieben wird, desto stärker werden die Schwankungen der elastischen und viskosen Eigenschaften innerhalb der untersuchten Chargen als auch von Charge zu Charge. (Jung & Patejdl, 2021)

8.5.2.3 Bewertung der Oberflächeneigenschaften der DPC

„Das visuelle Erscheinungsbild der DPC wurde stark von den Bedingungen beeinflusst, die aufgrund der Transportverpackungen und Transportbedingungen entstanden. Leider war dadurch das visuelle Erscheinungsbild teilweise nur eingeschränkt beurteilbar. Die Dokumentation zeigt insbesondere häufiger entstandene Oberflächendefekte auf nicht belichteten Proben, die das Erscheinungsbild dominierten. Durch Optimierung der Randbedingungen auf Seiten der Firma FlexoArt konnte die verwendete Verpackungseinheit optimiert und die Einflüsse minimiert werden. Die kontinuierliche Verbesserung des Destillatplattenherstellungsprozesses während des Projektes und die Anpassung des Destillatplattenzustands auf den Zustand 2 (3h-ige Trocknung der DPC mit anschließender Belichtung) bestätigt die prinzipielle Eignung des Destillationsrückstands zur Erzeugung von Lackplatten. Die Muster weisen zum Teil eine glänzende Oberfläche auf, die auf eine stark gerichtete Lichtreflexion schließen lässt. Das wiederum lässt auf eine niedrige Rauigkeit der Oberflächen schließen.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Die Kontaktwinkelmessungen zeigen bei den DPC eine tendenzielle Erhöhung des Kontaktwinkels mit aufsteigendem Trocknungszustand (2-5). Die Kontaktwinkel werden durch den Belichtungsvorgang nochmals erhöht (Tab. 10).“ (Jung & Patejdl, 2021)

Die DPC Proben haben ein Benetzungsverhalten ähnlich der REP. (Jung & Patejdl, 2021)

„Die Kontaktwinkelmessergebnisse der DPC mit Flexosol-i (3h-ig getrocknet und belichtet) liegen unterhalb des oben genannten Kontaktwinkelbereichs der RFP. Die für die Kontaktwinkelmessung eingesetzte Testflüssigkeit Diiodmethan benetzt diese DPC also besser als die RFP.

Die Kontaktwinkelmessergebnisse der DPC mit Flexosol-x (3h-ig getrocknet und belichtet) zeigen Kontaktwinkel, die über denen der RFP liegen, d.h. die Testflüssigkeit Diiodmethan zeigt einen höheren Kontaktwinkel von 70° und somit schlechtere Benetzungseigenschaften auf als bei den DPC mit Flexosol-i.“ (Jung & Patejdl, 2021)

„Die Untersuchung der Oberflächengüte der DPC 12 bis 14 (3h-ig getrocknet und belichtet, Flexosol-i), der DPC 15 (3h-ig getrocknet und belichtet, Flexosol-x) und der RFP 10 und 11, mit Hilfe der Rauheitsparameter Sa, Sdr und Str bestätigen die Vergleichbarkeit dieser Platten untereinander (Tab. 11). Die Messergebnisse der DPC im Vergleich zu den RFP zeigen damit die tendenzielle Eignung der Destillationsrückstände zur Erzeugung von Lackplatten auf.“ (Jung & Patejdl, 2021)

8.5.2.4 Bewertung der chemischen Restreaktivität

„Die Doppelbindungsumsätze der Destillatproben lagen zwischen 40% und 70%. Die Polymerisationsgrade der belichteten Proben schwanken also stark von Charge zu Charge. Diese Ergebnisse sind klare Indikatoren für die Schwankungen. Ein möglicher störender Einfluss kann die LAMS-Schicht sein, da von dieser unterschiedliche Anteile im Destillationsrückstand a) zu erwarten sind und b) ein hoher Einfluss, aufgrund der Absorptionseigenschaften der Schichtanteile, zu erwarten sind. Der Einfluss der LAMS-Schicht auf die Restreaktivität der Destillatprobe kann zum jetzigen Zeitpunkt nicht abschließend bestimmt werden.“ (Jung & Patejdl, 2021)

8.6 Diskussion der Ergebnisse

Während der Bearbeitung hat sich herausgestellt, dass einige Fragestellungen der Projektskizze präziser formuliert oder durch andere, praxisrelevante Fragen ersetzt werden mussten. So ist z. B. die ursprüngliche Aufgabenstellung, zu erforschen, ob das verwendete Lösemittel Einfluss auf die Qualität des Rezyklats hat, zwar von der BUW beantwortet, aber in Phase 1 von untergeordneter Relevanz. Diese Einflussgröße ist von den Herstellervorgaben des Destillenherstellers und Prozessparametern der Produktion determiniert und im Sinne eines störungsfreien Ablaufes des Prozesses nicht veränderbar.

Die Prozessrealität liefert einen Destillenrückstand, den FlexoArt in der ersten Phase des Projektes in der jeweils vorliegenden Konsistenz für die Versuche verwendet hat. Im Sinne eines Feintunings bezgl. der Herstellung von Druckformen aus Restpolymer bestünde in Zukunft zumindest theoretisch die Möglichkeit, die Destillenparameter zu hinterfragen.

Gleiches gilt momentan für die Frage, ob die Temperaturführung im Destillationsprozess Einflussgröße ist oder die Provenienz des verarbeiteten Polymers die Eigenschaften des recycelten Polymers beeinflusst.

Ein weiterführender Ansatz wäre jedoch, den IST-Zustand des Destillenrückstandes in Bezug zum jeweils verwendeten Produktionsmaterial zu untersuchen, um

den Einfluss von gegebenen Schwankungen durch unterschiedliche Provenienz qualifizieren zu können.

Während des Projektverlaufs hat FlexoArt außerdem auf ein umweltfreundlicheres Lösemittel umgestellt. Daraus folgten andere Destillenparameter und ein geringerer Energieverbrauch aufgrund niedrigerer Prozesstemperaturen.

Eine weitere Erkenntnis bezieht sich auf die temperaturabhängige Viskosität des Materials während der Verarbeitung. Unter Raumtemperatur kühlt der Destillationsrückstand ständig ab, was zu größerer Zähflüssigkeit und damit schlechteren Verarbeitungsbedingungen führt. Die ursprüngliche Fragestellung, ob der Zeitraum zwischen Destillationsende und Entnahme zur Verarbeitung einen Einfluss auf die Qualität der Proben hat, ist durch diese Eigenschaft determiniert und deshalb nicht weiter untersucht worden. Bei einer Weiterführung des Projektes ist deshalb ein beheizbarer und lichtdicht verschließbarer Behälter für Transport und Musterherstellung angedacht, um die Polymerisierung des Materials zu verhindern und die Viskosität steuern zu können.

In einer Fortschreibung des Projektes sollten weitere Untersuchungen ausschließlich am prozessnah belichteten und getrockneten Material durchgeführt werden. Aufbauend auf der bestätigten generellen Eignung des Destillationsrückstandes als **Rohstoff** zur Herstellung von Flexo-Lackplatten, wären in einer Fortführung des Projektes Aussagen über die Eigenschaften des **Endproduktes** (einfache Lackformen aus recyceltem Rohpolymer) zielführend. Wir erwarten z.B., dass die Doppelbindungsumsätze bei kontrolliert und prozessnah belichteten Mustern deutlich bessere Werte erzielen.

Durch die Verwendung von belichteten Mustern für folgende Untersuchungen wäre auch ausgeschlossen, dass Muster unbrauchbar werden, weil sie während des Transports zum Ort der Untersuchung bei sommerlichen Temperaturen zu fließen beginnen.

Auch bei den Untersuchungen der BUW mussten die ursprünglich geplanten mechanischen Untersuchungen durch andere Methoden ersetzt werden. "Die im Projektablaufplan aufgeführten mechanischen Untersuchungen mittels Zugprüfungen und Kompressibilitätsmessungen ließen aufgrund der zahlreichen Oberflächendefekte keine reproduzierbaren Ergebnisse erwarten. Stattdessen wurden als alternative Messmethode Shore-Härte-Messungen durchgeführt, die aufgrund der Messnorm geringere Empfindlichkeiten gegenüber Oberflächendefekten besitzen. Insbesondere wurde aufgrund der Weichheit der Materialien auf die Shore-Härte 000-Messung zurückgegriffen. Zwecks Erzielung erweiterter Erkenntnisse wurden Messungen des Fließverhaltens mittels Rheometermessungen durchgeführt." (Jung & Patejdl, 2021)

8.7 Verbreitung der Vorhabensergebnisse

Aufgrund der Tatsache, dass die vorliegenden Ergebnisse unvollständig und vorläufig sind, ist derzeit keine seriöse Veröffentlichung möglich.

FlexoArt kommuniziert aber zu seinen Kunden sehr wohl die Arbeit an Forschungsprojekten und deren Inhalt. Die Erfahrung bestätigt ein ständiges Interesse der Kundenseite an Neuerungen jeder Art. Das betrifft sowohl qualitative als auch Verbesserungen auf Kostenseite.

Mit der Ankündigung eines Projektes zur Kostenreduzierung stoßen wir auf offene Ohren.

9. Fazit

Grundsätzlich ist der derzeitige Status des Projektes zu beachten. Die Ergebnisse sind lediglich als Zwischenstand zu bewerten, trotzdem zeigen sie bereits jetzt die hohen Erfolgsaussichten einer Fortsetzung des Projekts. Im Hinblick auf eine Umsetzung der Umweltentlastung durch industrielle Nutzung ist es notwendig und wünschenswert, dass die hier beschriebene Phase 1 mit weiteren Entwicklungen und Untersuchungen fortgeschrieben wird.

Notwendig sind weitere Erkenntnisse durch physikalische Untersuchungen über die Eigenschaften von prozessnah hergestellten Mustern, d.h. wie verhalten sich Flexo-Lackplatten aus Destillatrückstand im Vergleich zu Referenz-Lackplatten aus Neumaterial?

Ebenso notwendig sind fortführende Entwicklungen auf dem Gebiet der Verfahrenstechnik zur Herstellung von Platten (z.B. präzise Walze, Thermobehälter).

Über die Untersuchungen zu Eigenschaften und technischer Machbarkeit der Herstellung hinaus sind in einem weiteren Schritt Versuche zur drucktechnischen Umsetzung und Qualifizierung der Ergebnisse erforderlich. Das bedeutet für das Laborformat Andruckversuche auf einer hauseigenen Labordruckmaschine bei FlexoArt zwecks der Ermittlung der Lackübertragungseigenschaften.

Phase 1 hat allerdings bereits jetzt nachgewiesen, dass

- es verfahrenstechnische Lösungen für die Überwindung von Anfangshindernissen gibt
- es verschiedene Möglichkeiten der Herstellung von Musterplatten im Labormaßstab gibt. Während der Laufzeit des Projektes konnte das Format von ca. DIN-A-4 verdoppelt werden und die Oberflächenqualität verbessert werden
- der Destillatrückstand, also das Abfallprodukt aus dem Herstellungsprozess, generell geeignet ist für die Herstellung von einfachen Flexo-Lackformen.

Eine Umweltentlastung durch die Ergebnisse des Projektes entsteht vor allem durch zwei Faktoren: Ressourcenschonung und Energieeinsparung. Eine Ressourcenschonung tritt durch die reduzierte Verwendung von Roh-Fotopolymer für die Herstellung von neuen Flexo-Druckformen über die Wiederverwendung von „Abfall“ ein und durch den reduzierten Verbrauch an Treibstoff für den Transport (Neumaterial zum Verarbeiter, „Abfall“ zur Entsorgung). Im Bereich Energieeinsparung und Emissionsreduzierung entsteht ein Vorteil durch geringere Neuproduktion und den Wegfall der thermischen Entsorgung.

10. Literaturverzeichnis

Jung, U. & Patejdl, S., 2021. *Teilabschlussbericht Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck aus Recyclingmaterial*, Wuppertal: Bergische Universität Wuppertal, Lehrstuhl für Digital- und Offsetdruck.



Teilabschlussbericht

Herstellung von Lackplatten für den Flexodruck aus Recyclingmaterial

gefördert unter dem Aktenzeichen 34116/01-21
von der Deutschen Bundesstiftung Umwelt

Versuchsleitung: Prof. Dr.-Ing. Ulrich Jung

Projektbearbeiterin: M.Sc. Sarah Patejdl

Bergische Universität Wuppertal
Lehrstuhl für Digital- und Offsetdruck

9. Februar 2021, Wuppertal

Inhaltsverzeichnis

I. Abbildungsverzeichnis	5
II. Tabellenverzeichnis	7
III. Abkürzungsverzeichnis	8
IV. Formelverzeichnis	10
V. Begriffe und Definitionen	12
1. Motivation	14
2. Ökologische und gesetzliche Anforderungen	14
3. Untersuchungsvorbereitung	16
3.1. Untersuchtetes Plattenmaterial	16
3.2. Eingesetzte Messgeräte und ihre Messaufgabe	17
3.3. Konfektionierung Plattenmaterialien	17
3.4. Messproben pro Messzyklus	17
4. Sichtprotokoll	19
4.1. Plattenmaterialverpackung	19
4.2. Beschädigungen der Außen-/Innenverpackung	20
4.3. Abweichende Verpackungsmaterialien	20
4.4. Formatabweichungen Destillatplatten	20
4.5. Erscheinungsbild der Plattenmaterialien	21
4.5.1. Erscheinungsbild Destillatplatten (Zustand 1)	21
4.5.2. Einfluss der Temperatur auf Plattenmaterialien (Zustand 1)	21
4.5.3. Erscheinungsbild Destillatplatten (Zustand 2 und 4)	22
4.5.4. Erscheinungsbild Referenz-Flexodruckplatten (Zustand 3)	22
5. Wägeuntersuchung	23
5.1. Auswertung Wägungen	23
6. Rheometeruntersuchung	27
6.1. Vorgehensweise Rheometermessungen	27
6.2. Auswertung Rheometer (Zustand 1)	27
6.2.1. Rohzustand	27
6.2.2. Bestimmung des RLMA mittels rheologischer Untersuchung	29
6.2.3. Nach 3h, 48h Trocknung und nach Belichtung	30
6.3. Auswertung Rheometer (Zustand 2 und 4)	32
6.4. Auswertung Rheometer (Zustand 3)	34

7. Shore Härte 000 Untersuchung	36
7.1. Vorgehensweise Shore-Härte-Prüfung 000	36
7.2. Auswertung Shore-Härte-Prüfung 000	36
8. Kontaktwinkeluntersuchung	39
8.1. Vorgehensweise Kontaktwinkelmessung	39
8.2. Auswertung Kontaktwinkel (Zustand 1 - 4)	39
9. 3D-Laserscanning-Mikroskop Untersuchung	41
9.1. Vorgehensweise 3D-Laserscanning-Mikroskop	41
9.2. Auswertung Oberflächenrauheit	41
10.ATR/FTIR Untersuchung	43
10.1. Vorgehensweise ATR/FTIR	43
10.2. Auswertung ATR/FTIR (DPC Zustand 1)	43
11. Bewertung	46
11.1. Bewertung des Lösemiteleinflusses von Destillatplattenchargen	46
11.1.1. Vorbemerkung	46
11.1.2. Restlösemittelanteil - Ergebnisse	46
11.2. Bewertung der mechanischen Eigenschaften der Destillatplattenchargen .	47
11.2.1. Vorbemerkungen	47
11.2.2. Shore-Härte-000 Ergebnisse	48
11.2.3. Rheometer Messungen - Ergebnisse	48
11.3. Bewertung der Oberflächeneigenschaften der Destillatplattenchargen . . .	48
11.3.1. Vorbemerkungen	48
11.3.2. Visuelles Erscheinungsbild - Ergebnisse	49
11.3.3. Kontaktwinkelmessung - Ergebnisse	49
11.3.4. 3D-Laserscanning-Mikroskop - Ergebnisse	50
11.4. Bewertung der chemischen Restreaktivität	50
11.4.1. Vorbemerkung	50
11.4.2. Chemische Restreaktivität - Ergebnisse	51
12. Anhang 1: Bildnachweise aus Sichtprotokollen	52
13. Anhang 2: Wägungsergebnisse	53
14. Anhang 3: Rheologische Messdaten	55
15. Anhang 4: Kontaktwinkelmessungen	67
16. Anhang 5: Shore-Härte-Messungen	74
17. Anhang 6: 3D-Laserscanning-Mikroskop Messdaten	78

Abbildungsverzeichnis

1.	Eingesetzte Ringstanzen und Konfektionierungsaufbau	17
2.	Eingesetzte(r) Messgeräte und Flexodruckplattenbelichter	18
3.	Verpackungseinheit Destillatplatten	19
4.	Abweichende Innenverpackungen von Plattenmaterial	20
5.	Formatunterschiede Destillatplatten	21
6.	Oberflächendefekte (Zustand 2)	22
7.	Oberflächendefekte (Zustand 3)	22
8.	Ermittelte Wäageergebnisse in [g] der DPC 1, 2, 3, 4, 5 und 7 Destil- latproben (ø80 mm) über definierte Trocknungszustände 2-5 bei 60°C Trocknungstemperatur	25
9.	Ermittelte Wäageergebnisse in [%] der DPC 1, 2, 3, 4, 5 und 7 Destil- latproben (ø80 mm) über definierte Trocknungszustände 2-5 bei 60°C Trocknungstemperatur	26
10.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodulkurven von DPC im Rohzustand .	28
11.	Ermittelte Speichermodule von DPC im Rohzustand zur Bestimmung des RLM	29
12.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC nach 3h Trocknung . .	30
13.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC nach 48h Trocknung .	31
14.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC nach Belichtung . . .	32
15.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC (Zustand 2 und 4 . . .	34
16.	Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der RFP 10 (Flint) und 11 (Du- Pont) (Zustand 3)	35
17.	Dynamisches Verhalten der DPC (Zustand 1) im Rohzustand	37
18.	Ermittelte Shore Härte 000-Ergebnisse der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung und Belichtung	38
19.	DPC 15	42
20.	Belichtete, ausgewaschen und getrocknete Destillatplatte mit Schriftzug .	45
21.	Oberflächendefekte (Zustand 1)	52
22.	Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 im Rohzustand	56
23.	Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 3h Trocknung	58
24.	Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 48h Trocknung	60
25.	Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 4, 5, 7 nach Belichtung UVA: 8 min, UVC: 2 min	62
26.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 (Zustand 1) im Rohzustand	68
27.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 (Zustand 1) nach 3h Trocknung	69
28.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 3, 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung	70

29.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung	71
30.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 2) und DPC 15 (Zustand 4) nach 3h Trocknung und Belichtung	72
31.	Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 10 und 11 (Zustand 3) nach Belichtung, Auswaschung und 20 min Trocknung . .	73

Tabellenverzeichnis

1.	Übersicht erzeugter/untersuchter Plattenmaterialien	16
2.	Eingesetzte Messgeräte und deren Messaufgabe	17
3.	Benötigte Anzahl von Messproben pro Messzyklus und Messaufgabe	18
4.	Definition Trocknungszustände	18
5.	Min. und max. ermittelter RLMA	26
6.	Übersicht gemittelter Speicher- und Verlustmodule über Trocknungszustände von DPC (Zustand 1)	32
7.	Übersicht gemittelter Speicher- und Verlustmodule der DPC (Zustand 2 und 4)	34
8.	Übersicht gemittelter Speicher- und Verlustmodule der RFP (Zustand 3)	35
9.	Ermittelte Shore-Härten 000 der DPC (Zustand 1) über Trocknungszustand 3, 4 und nach Belichtung	36
10.	Ermittelte Kontaktwinkel-Mediane der Plattenmaterialien (Zustand 1, 2, 3, 4)	40
11.	Auswertung Rauheitsparameter S_a , S_{dr} und S_{tr}	42
12.	Ermittelte Polymerisationsgrade x der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1)	44
13.	Gewichtsabnahme der untersuchten DPC-Destillatproben in g	53
14.	Ermittelte Restlösemittelabnahme in % der Destillatproben	54
15.	Rheometer Auswertung der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) im Rohzustand	55
16.	Rheometer Auswertung der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) nach 3h Trocknung	57
17.	Rheometer Auswertung der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) nach 48h Trocknung	59
18.	Rheometer Auswertung der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung	61
19.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC 3, 4, 5, 7, 9 im Rohzustand	62
20.	gemittelte Speicher- und Verlustmodule von DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 3h-iger Trocknung	63
21.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5 und 7 nach 48h-iger Trocknung	63
22.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 4, 5 und 7 nach 48h-iger Trocknung	63
23.	Rheometer Auswertung der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 nach Belichtung	64
24.	Rheometer Auswertung der DPC 15 nach Belichtung	65
25.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 und 15 nach 3h-iger Trocknung	65
26.	Rheometer Auswertung der DPC 10 und 11 (Zustand 3) nach Belichtung, Auswaschen und Trocknung	66
27.	Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 10 und 11 Zustand 3	66
28.	Auswertung Kontaktwinkel der Plattenmaterialien nach Trocknungszuständen	67
29.	Shore-Härte 000 über Destillatprobengewicht ($\varnothing 52$ mm) über Rohzustand	74
30.	Shore-Härte 000 über DPC ($\varnothing 52$ mm) über Rohzustand	75

31.	Shore-Härte 000 über Destillatproben (Ø52 mm) 3h nach Trocknung . . .	76
32.	Shore-Härte 000 über Destillatproben (Ø52 mm) 48h nach Trocknung . .	77
33.	Shore-Härte 000 über Destillatplattenproben (Ø52 mm) nach Belichtung	77
34.	Ermittelte Rauheitswerte S_a , S_{dr} und S_{tr} für Destillatproben (DPC 12 - 15) und Referenzproben (DPC 10 und 11).	78

III. Abkürzungsverzeichnis

VOC	Volatile organic compounds
BImSchG	Bundes-Immissionsschutzgesetz
AbfRRL	Abfall-Rahmen-Richtlinie
EU	Europäische Union
AS	Abfallschlüssel
SAV	Sonderabfallverbrennungsanlage
KrW-/AbfG	Kreislaufwirtschafts- und Abfallgesetz
EWG	Europäische Wirtschaftsgemeinschaft
AVV	Abfallverzeichnis-Verordnung
Abs.	Absatz
Art.	Artikel
DRS	Destillationsrückstand
DPC	Destillatplattencharge
DP	Destillatplatte
LAMS	Laser-Ablative-Mask-System
BUW	Bergische Universität Wuppertal
LM	Lösemittel
RLM	Restlösemittel
RLMA	Restlösemittelanteil
Tab.	Tabelle
Abb.	Abbildung
Kap.	Kapitel
Diagr.	Diagramm
RFP	Referenz-Flexodruckplatte
LVEB	Linear viskoelastischer Bereich

POM	Polyoxymetylen
max.	maximal
min.	minimal
UV-A	Ultraviolettstrahlung im Wellenlängenbereich von 315 nm bis 380 nm
UV-C	Ultraviolettstrahlung im Wellenlängenbereich von 280 nm bis 100 nm
PP	Platte-Platte
fps	(engl. frames per second) Bilder pro Sekunde
S_a	Oberflächenrauheit über Fläche
Sdr	Prozentuale Oberflächenvergrößerung
Str	Maß für die Gleichförmigkeit einer Oberflächentextur
C	Kohlenstoff
O	Sauerstoff
v.l.n.r	von links nach rechts

IV. Formelverzeichnis

Formelzeichen	SI-Einheit	Bezeichnung
γ	-	Scherdeformation
G'	Pa	Speichermodul
G''	Pa	Verlustmodul
A	m^2	Fläche
F	N	Kraft
t	s	Zeit
$t(\theta)$	$^{\circ}\text{C}$	Temperatur
\bar{x}	-	Arithmetisches Mittel
τ	Pa	Schubspannung
ω	s^{-1}	Kreisfrequenz
σ	m^{-1}	Wellenzahl
θ	$^{\circ}$	Kontaktwinkel
m	kg	Masse
m_{∞}	kg	Schichtbestandteile plus Lösemittelmenge mit un- endlich langer Trocknung
m_0	kg	Schichtbestandteile + Lö- semittelmenge nach Destil- lation
m_1	kg	Schichtbestandteile + Lösemittelmenge nach 1h Trocknung
m_3	kg	Schichtbestandteile + Lösemittelanteil nach 3h Trocknung
m_{24}	kg	Schichtbestandteile + Lösemittelanteil nach 24h Trocknung

Formelzeichen	SI-Einheit	Bezeichnung
m_{48}	kg	Schichtbestandteile + Lösemittelanteil nach 48h Trocknung
l	m	Länge
x	-	Polymerisationsgrad
$RLMA_1$	-	Angenäherter prozentualer Restlösemittelanteil nach 1h Trocknung
$RLMA_3$	-	Angenäherter prozentualer Restlösemittelanteil nach 3h Trocknung
$RLMA_{24}$	-	Angenäherter prozentualer Restlösemittelanteil nach 24h Trocknung
$RLMA_{48}$	-	Angenäherter prozentualer Restlösemittelanteil nach 48h Trocknung

V. Begriffe und Definitionen

Destillationsrückstand

Der Destillationsrückstand (DRS) bezeichnet das Halbzeug, welches nach Beendigung des Destillationsprozesses als sogenannter „Sumpf“ bei der Firma FlexoArt in der Destille verbleibt.

Hauptbestandteile des DRS sind die durch den Belichtungsprozess von Flexodruckplatten mittels Niedrigenergielaser abgelöste schwarze Laser-Ablative-Mask-Schicht (LAMS-Schicht) mit $0,3\mu\text{m} - 5\mu\text{m}$ ¹ Schichtdicke, das zum Auswaschen von unbelichtetem Flexodruckplattenpolymer verwendete organische Lösemittel (LM) Flexosol-i bzw. Flexosol-x und das nach dem Belichtungsprozess ausgewaschene unbelichtete Flexodruckplattenpolymer.

Destillatplattencharge

Je nach Auftragslage von FlexoArt besitzt der DRS eine abweichende Zusammensetzung (Restlösemittelanteil (RLMA), Art und Anteil ausgewaschenes Flexodruckplattenpolymer und LAMS-Schicht).

Mit jedem durchgeführten Destillationsprozess verbleibt ein **spezifischer** DRS in der Destille. Aufgrund der anschließenden Verarbeitung des spezifischen DRS zu Plattenmaterial werden diese in Destillatplattenchargen (DPC) unterschieden.

Referenz-Flexodruckplatte

Flexodruckplatte aus Polymer-Reinmaterial (RFP).

Destillatplatte

Zu Plattenmaterial gewalzter DRS (DP).

Plattenmaterial

Sammelbegriff für DP aus unterschiedlichen DPC und RFP.

Plattenmaterialzustand

Der Plattenmaterialzustand beschreibt den Ausgangszustand der DPC und RFP hinsichtlich ihrer Trocknungs- und Belichtungsparameter. Es werden vier Plattenmaterialzustände wie folgt definiert:

- **Zustand 1**

Ungetrocknete und unbelichtete DPC, im weiteren Verlauf auch als „Rohzustand“ bezeichnet, unter Verwendung des LM Flexosol-i.

¹<https://patents.google.com/patent/WO2016188981A1/de>

- **Zustand 2**

3h-ig bei 60°C getrocknete und belichtete (UVA: 8 min, UVC: 22 min) DPC unter Verwendung des LM Flexosol-i

- **Zustand 3**

Belichtete, ausgewaschene und 20 min bei 60°C getrocknete RFP unter Verwendung des LM Flexosol-i

- **Zustand 4**

3h-ig bei 60°C getrocknete und belichtete (UVA: 50 min, UVC: 15 min) DPC unter Verwendung des LM-Flexosol-x

Messprobe

Konfektionierte Destillat- und Referenzprobe.

Destillatprobe

Konfektionierte Messprobe aus DPC für Messaufgaben.

Referenzprobe

Konfektionierte Messprobe aus RFP (Polymer-Reinmaterial) für Messaufgaben.

1. Motivation

Das Projektvorhaben soll einen Beitrag zur Umweltentlastung leisten in dem, nach dem heutigen Stand der Technik, die nicht verwertbaren und deshalb zu entsorgenden Fotopolymerreste, entstehend durch den Auswaschprozess von belichteten Flexodruckplatten, für die Herstellung neuer Lackplatten genutzt werden sollen. Dieser innovative Ansatz soll den Aufwand und die Kosten der thermischen Entsorgung des Destillationsrückstands reduzieren und die normalerweise zur Lackplattenherstellung eingesetzten Ressourcen (Polymer-Reinmaterial) reduzieren.

Ziel des Projektvorhabens ist deshalb die Erarbeitung von Grundlagen, die nötig sind, um aus der Aufbereitung von Destillationsrückständen recyceltes Fotopolymer zu gewinnen, dessen qualitative Eigenschaften die Herstellung neuer Lackplatten erlauben. Entsprechende Untersuchungen der gefertigten Plattenmaterialien zur Qualifizierung und Quantifizierung wurden von der Bergischen Universität Wuppertal durchgeführt.

2. Ökologische und gesetzliche Anforderungen

Die Druckformherstellung im Flexodruck basiert auf der sujetabhängigen (partiellen) Vernetzung von reaktivem Polymer-Reinmaterial mittels UV-Strahlung. Die nicht vernetzten Stellen werden nach dem Belichtungsprozess mit einem Lösemittelgemisch (Kohlenwasserstoffgemisch) ausgewaschen und anschließend einer Trocknung (60°C) zugeführt, um das im Polymermaterial befindliche Lösemittelgemisch auszutreiben.

In grafischen Industriebetrieben sind dabei die VOC-Richtlinie (Volatile organic compounds) und das Bundes-Immissionsschutzgesetz (BImSchG) zu beachten.

Über 90%² des eingesetzten Lösemittelgemisches kann über Destillation (ex-geschützt) zurückgewonnen und als Rohstoff dem Produktionsprozess aufbereitet wieder zugeführt werden (Abfallvermeidung im Sinne von Art. 3 Nr. 12 der Richtlinie (EU) 2018/851 und Art. 3 Nr. 12 AbfRRL).

„Ab einer Anreicherung von etwa 6% Schichtbestandteilen verlieren die Auswaschlösungen ihre Wirkung und es fällt als zu entsorgender Abfall nur ein Destillationsschlamm an, der unter der AS 555 09 (Farbreste) als Sonderabfall entsorgt“ werden muss. (vgl. ³)“.

Nach Beendigung der Destillation verbleibt der sogenannte Destillationssumpf mit einem Restlösemittelanteil in der Destille, der manuell oder automatisch abgelassen werden kann. Dieser Destillationssumpf wird in entsprechenden Gefahrstoffcontainern gesammelt und der Entsorgung zugeführt (Sonderabfallverbrennungsanlage (SAV)).

Für die entstehenden Abfälle sind die Bestimmungen des Gesetzes zur Förderung der Kreislaufwirtschaft und Sicherung der umweltverträglichen Bewirtschaftung von Abfäl-

²<https://flexotiefdruck.de/aus-der-praxis/auswaschloesemittel-wiederaufbereitung-ist-die-bessere-loesung/>

³Zentraler Fachdienst Wasser – Boden – Luft – Abfall – Altlasten bei der Landesanstalt für Umweltschutz Baden-Württemberg Handbuch Abfall 1 Beratungsprogramm zur Reststoffvermeidung und –verwertung in Baden-Württemberg Untersuchung von Druckereien Branchengutachten

len (KrW-/AbfG) zu beachten. Die entsprechenden Abfallschlüsselnummern können der Abfallverzeichnis-Verordnung (AVV) entnommen werden und sind im Sinne des § 41 Abs. 1 Satz 1 und Abs. 3 Nr. 1 des KrW-/AbfG besonders überwachungsdürftig ⁴.

Die Literaturrecherche ergab weiterhin, dass "bei der Entsorgung ungehärteter Produkte oder Makulatur, Farb- und Lackresten" die Vorgaben der Richtlinie 91/689/EWG zu beachten sind. Über den Hausmüll können vollständig ausgehärtete UV-Farben und UV-Lacke entsorgt werden. Ähnliche Zusammenhänge werden für die nicht ausgehärteten Schichtbestandteile des Destillationssumpfs angenommen.

Ziel des Projektvorhabens (Verringerung von Abfällen und Lösemittlemissionen), nach oben genannten einzuhaltenden Vorgaben, ist es, die aus Destillationsrückstand gefertigten Destillatplatten weitestgehend vollständig durchzuhärten und den Lösemittelanteil weitestgehend zu minimieren. Eine weitestgehend vollständige Durchhärtung ist essenziell für die Produktsicherheit von Lackplatten. Eine weitgehende Trocknung der Lackplatten aus Destillationsrückstand erhöht potenziell den Aufwand bzgl. der Trocknungsenergie und -zeit und muss deshalb bei der wirtschaftlichen Beurteilung des Projektes berücksichtigt werden. Eine Vorgabe für zu erreichende Polymerisationsgrade von Flexodruckplatten konnte nicht recherchiert werden. Nach mündlicher Befragung eines namenhaften Herstellers von Lackplatten werden diese auch nicht von den Herstellern geprüft. Eine Empfehlung unsererseits könnten die Polymerisationsgradeinstellungen von UV-Lacken sein. ⁵.

⁴<https://www.sbb-mbh.de/rechtsgrundlagen/avv-2016/avv-anlage-kapitelindex/avv-kapitel-07.html>

⁵http://weilburgergraphics.eu/files/active/0/Vortrag_Dr_Juergen_Stropp.pdf

3. Untersuchungsvorbereitung

3.1. Untersuchtetes Plattenmaterial

Während der Projektlaufzeit wurden fünfzehn Plattenmaterialien (Kap. V) von FlexoArt hergestellt und von einem Lieferdienst, in stehender Form, an die Bergische Universität Wuppertal (BUW) ausgeliefert, fortlaufend nummeriert und mit verschiedenen Messmethoden auf ihren Restlösemittelanteil, ihre Oberflächen- und mechanischen Eigenschaften und ihre chemische Restreaktivität untersucht.

Anhand der Plattenmaterialien wurden vier Plattenmaterialzustände, definiert in Kap. V, identifiziert und in Tab. 1 zugeordnet.

Platten- material (DPC/RFP)	Plattenmaterial- anzahl	Plattenmaterial- zustand (Anzahl)			
		1	2	3	4
0	9	x			
1	1	x			
2	4	x			
3	3	x			
4	3	x			
5	3	x			
6	3	x(2)	x(1)		
7	3	x(2)	x(1)		
8	1		x		
9	3	x(2)	x(1)		
10	1			x	
11	1			x	
12	1		x		
13	1		x		
14	1		x		
15	1				x

Tabelle 1: Übersicht erzeugter/untersuchter Plattenmaterialien unter Angabe der eingegangenen Plattenmaterialanzahl und des Plattenmaterialzustands

3.2. Eingesetzte Messgeräte und ihre Messaufgabe

Zur Charakterisierung der Plattenmaterialien werden die Messgeräte nach Tab. 2 inklusive ihrer spezifischen Messaufgabe eingesetzt und in Abb. 2 (a) - (f), sowie der eingesetzte Flexoplattenbelichter in Abb. 2 (g) zur Trocknung und Belichtung der Destillatproben (Zustand 1), dargestellt.

Messgerät	Hersteller	Modell	Messaufgabe
Laborwaage	Mettler	AE 200	Restlösemittelanteil
Rheometer	Anton Paar	MCR 101	Speicher-/Verlustmodul
Kontaktwinkelmessgerät	Dataphysics	OCA 50	Kontaktwinkel
Shore-Härte Messgerät	Bareiss	000	Härteprüfung
ATR/FTIR-Messgerät	Perkin Elmer	Spectrum Two	Polymerisationsgrad
3D-Laserscanning-Mikroskop	Keyence	VK-150X	Oberflächenrauigkeit

Tabelle 2: Eingesetzte Messgeräte und deren Messaufgabe zur Charakterisierung der Plattenmaterialien

3.3. Konfektionierung Plattenmaterialien

Die Plattenmaterialien werden entsprechend der Messaufgaben mit Ringstanzen ($\varnothing 80$ mm, $\varnothing 52$ mm und $\varnothing 26$ mm) und Ringstanzenaufnahme in Abb. 1(a), sowie mittels einer manuellen Buchpresse (Abb. 1(b)) und POM-Plattenmaterial (Gegendruckmaterial) zu Destillat- und Referenzproben konfektioniert (Abb. 1(c)).

Die entsprechende Konfektionierung der Plattenmaterialien ist der Tab. 3 zu entnehmen.

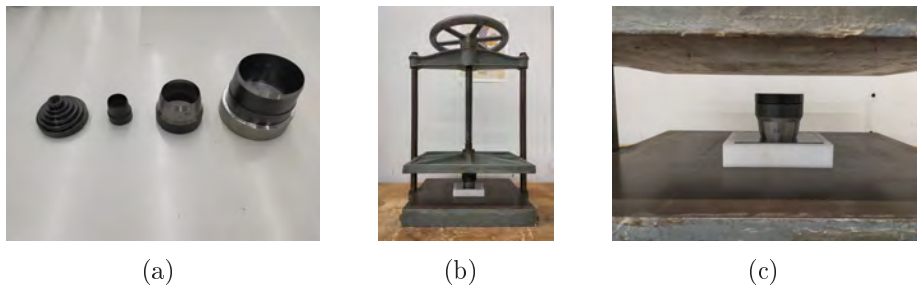


Abbildung 1: (a) v.l.n.r.: Ringstanzenaufnahme und verwendete Ringstanzen $\varnothing 26$ mm, $\varnothing 52$ mm und $\varnothing 80$ mm zur Konfektionierung der Plattenmaterialien. In (b) ist die zur Konfektionierung eingesetzte manuelle Buchpresse und in (c) der Aufbau zur Stanzung der Plattenmaterialien zu erkennen.

3.4. Messproben pro Messzyklus

Die Tab. 3 zeigt die benötigte Messprobenanzahl, deren Konfektionierung und die durchzuführenden Messungen entsprechend der Messaufgaben (Tab. 2) auf. Die Plattenmaterialien des Zustands 2, 3 und 4 durchlaufen **einmal**, die Plattenmaterialien des Zustands

1 **mehrfach** den Messzyklus, aufgrund verschiedener Trocknungszustände (Tab. 4) und durch eine abschließende Belichtung, sodass sich die Messprobenanzahl um den Faktor 5 erhöht.

Messaufgabe	Messprobenanzahl	Messungen	Konfektionierung
Restlösemittelanteil	3	3	∅80 mm
Speicher-/Verlustmodul	5	5	∅26 mm
Kontaktwinkel	1	20	∅80 mm
Härteprüfung 000	9	3	∅52 mm
Polymerisationsgrad	5	5	∅26 mm
Oberflächenrauigkeit	1	3	∅80 mm

Tabelle 3: Benötigte Anzahl von Messproben pro Messzyklus und Messaufgabe

Trocknungszustand	Trocknungszeit und -temperatur (60°C)
1	ungetrocknet
2	1h
3	3h
4	24h
5	48h

Tabelle 4: Definition Trocknungszustände der Destillatproben (Zustand 1)

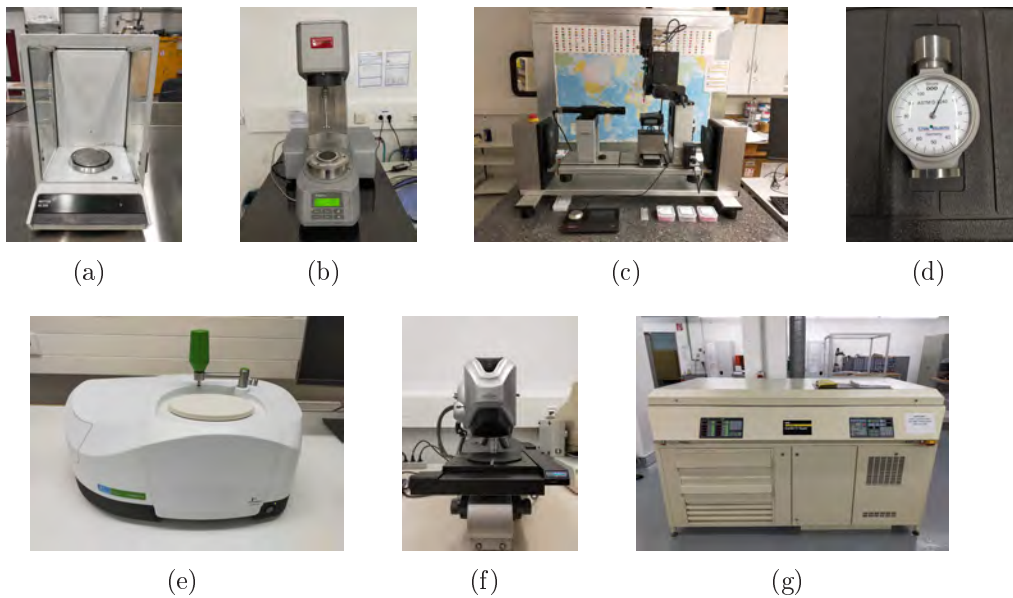


Abbildung 2: Eingesetzte(r) Messgeräte und Flexodruckplattenbelichter (g): (a) Laborwaage (b) Rheometer, (c) Kontaktwinkelmessgerät, (d) Shore-Härte Messgerät, (e) ATR/FTIR-Messgerät, (f) 3D-Laserscanning-Mikroskop

4. Sichtprotokoll

Vor Untersuchungsbeginn wird für jedes Plattenmaterial eine Sichtprüfung durchgeführt und die Ergebnisse protokolliert. Notiert werden Beschädigungen der Außen-/Innenverpackung, abweichende Verpackungsmaterialien, das Format der Plattenmaterialien (max. Länge und Breite) und das Erscheinungsbild der Plattenmaterialoberflächen.

4.1. Plattenmaterialverpackung

Die Plattenmaterialien wurden in einer stabilen mit Paketband 4-seitig verklebten Wellpappenverpackung (Abb. 3(a)) mit ca. 7 mm Materialstärke angeliefert (Außenverpackung).

Die Innenverpackung (Abb. 3(b)) der Destillatplatten (DP) (Zustand 1) bestand aus einer transparenten Ober- und Unterfolie (Format: ca. 72 cm x 48 cm, 0,36 mm Materialstärke), die übereinanderliegend mit doppelseitigem Klebeband flächig an den Seitenrändern miteinander verbunden sind, einem Schaumstoffrahmen, zur Auslauf- und Formatbegrenzung des Destillationsrückstands (DRS), während des Walzvorganges im Kaltlaminator, und einem lichtundurchlässigen analogen Belichtungsfilmstreifen (Format: ca. 28,5 cm x 127 cm, 0,16 mm Materialstärke).

In Abb. 3(c) ist der aufgeklappte analoge Belichtungsfilmstreifen mit innen liegender DP zu erkennen. Der analoge Belichtungsfilmstreifen erfüllte dabei nicht nur die Funktion die DP vor Lichteinfall und somit vor der Aushärtung zu schützen, sondern diente gleichzeitig auch als ihr Trägermaterial und als Medium zur Definition der Oberflächengüte. Der analoge Belichtungsfilm wurde bei den DP (Zustand 2 und 4) weggelassen, da diese belichtet wurden.

Die Funktion der Verpackungseinheit ist die Plattenmaterialien während des Transportes vor Beschädigung zu schützen und den Lösemittelaustritt aus diesen auf das Möglichste zu reduzieren. Die Lagerung, einstündige Konditionierung und Konfektionierung der Plattenmaterialien erfolgt im fachbereichsinternen Drucksaal der BUW.

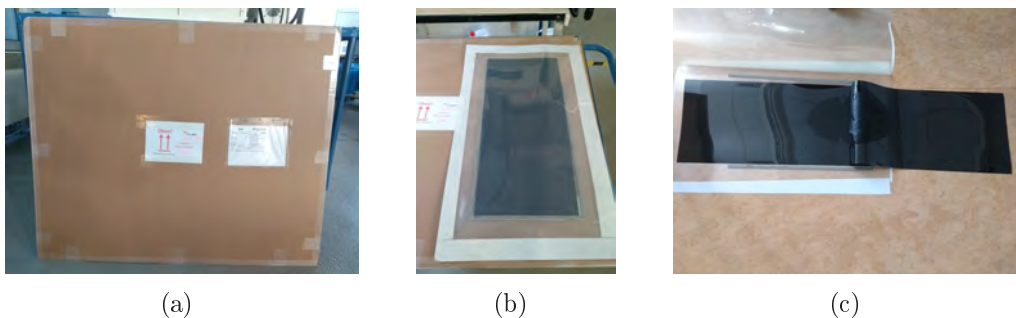


Abbildung 3: Verpackungseinheit der Destillatplatten (Zustand 1)

4.2. Beschädigungen der Außen-/Innenverpackung

Keine der Verpackungseinheiten (Innen- und Außenverpackung) wies Beschädigungen auf.

4.3. Abweichende Verpackungsmaterialien

Die Innenverpackung der DP (Zustand 1) wich im Untersuchungszeitraums von der in Kap. 4.1 genannten ab. Es wurde teilweise auf die Verklebung von transparenter Ober- und Unterfolie verzichtet (Abb. 4a) oder nur eine Seite zusammengeklebt (Abb. 4(b)). In Abb. 4(c) wurden die DP durch eine Kunststoffolie voneinander getrennt, unverklebt und in Lagen in der Außenverpackung gestapelt.

Die DP (Zustand 2 und 4) besaßen als Trägerfolie nicht mehr den analogen Belichtungsfilm, sondern eine transparente Kunststoffolie, wie in Abb. 3(b) ersichtlich, und wurden zwischen zwei dünnen weißen Kunststofffolienbogen gestapelt.

Die RFP (Zustand 3) wurden zwischen zwei weichen Kunststoffolien in der Außenverpackung transportiert (Abb. 4(c)).

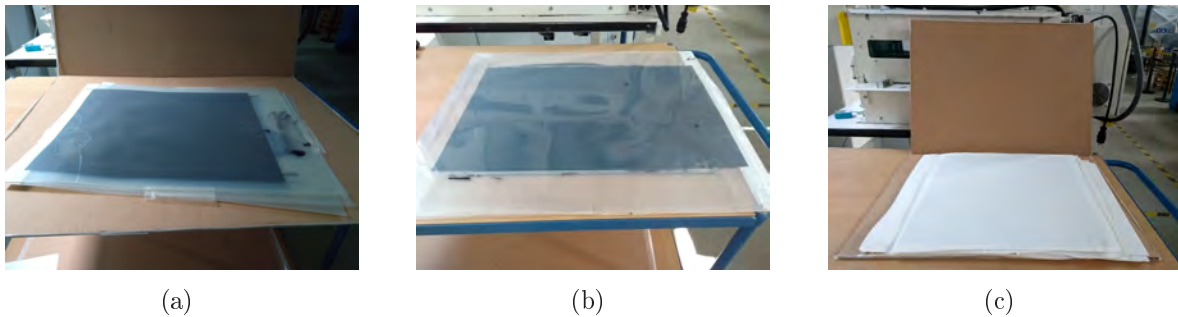


Abbildung 4: Abweichende Innenverpackungen von Plattenmaterialien (Zustand 1)
v.l.n.r.: DPC 4, DPC 3, DPC 2

4.4. Formatabweichungen Destillatplatten

Aufgrund der Verwendung voneinander abweichender DRS-Mengen für die Herstellung der Destillatplatten (Zustand 1, 2, 4) fallen die Destillatplattenformate über und innerhalb der Destillatplattenchargen DPC unterschiedlich aus (Abb. 5(a - b)).



Abbildung 5: Beispielhaft aufgetretene Formatunterschiede der Destillatplatten (Zustand 1). 1 (a) Format: ca. 51 cm x 48 cm und 9 (b) Format: ca. 48 cm x 42 cm

4.5. Erscheinungsbild der Plattenmaterialien

4.5.1. Erscheinungsbild Destillatplatten (Zustand 1)

Die Destillatplattenoberflächen (Zustand 1) wiesen eine Vielzahl von Oberflächendefekten auf (Abb. 21 im Anhang 12). Von großflächigen Blasen, Vertiefungen (ca. $200\ \mu\text{m}$ - $300\ \mu\text{m}$) und welligen Oberflächen (a - c), Kratzern in der Oberfläche (d) und Luftein schlüssen in der DP (f), konnten außerdem visuell Schichtdickenunterschiede und Destillatplattenteilabrisse, entstehend durch das Abziehen des analogen Belichtungsfilms, festgestellt werden. Nach einer Änderung der Vorgehensweise bei der Destillatplattenherstellung konnten die Destillatplattenoberflächen verbessert werden.

4.5.2. Einfluss der Temperatur auf Plattenmaterialien (Zustand 1)

Weiterhin wurde festgestellt, dass auch die Transporttemperatur Auswirkungen auf die Qualität der Destillatplattenoberflächen (Zustand 1) hat.

Die DPC 3 wies nach Ankunft an der BUW eine inhomogene Oberfläche und starke visuelle Schichtdickenunterschiede auf. An den Transporttagen traten Außentemperaturen von über 32°C auf. Nach Herstellerangaben dürfen unbelichtete Flexodruckplatten nur einem Temperaturbereich von 4°C - 32°C ausgesetzt sein. Über 32°C erreichen sie ihren Fließpunkt. Der stehende Transport der DPC (Zustand 1) begünstigte die oben genannten Defekte.

4.5.3. Erscheinungsbild Destillatplatten (Zustand 2 und 4)

Die Destillatplattenoberflächen (Zustand 2 und 4) zeigten eine wesentlich bessere Oberflächengüte mit weniger Defekten als die des Zustands 1 auf.

Vertiefungen, Blasen und Ausrisse waren auch dort festzustellen, aber die Oberflächen wiesen im Gegensatz zu Zustand 1 in großen Teilen sehr glatte Oberflächen auf. Eine Charakterisierung der Oberflächengüte erfolgt in Kap. 9.2.

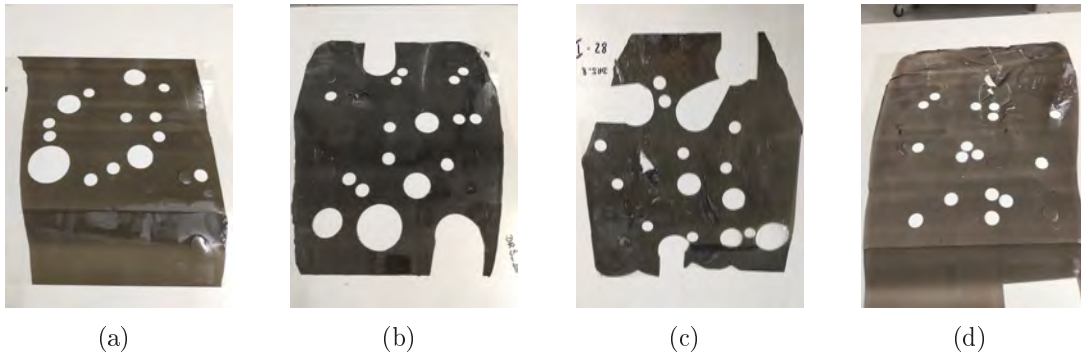


Abbildung 6: Oberflächendefekte (Zustand 2) mit Ausstanzungen resultierend aus der Konfektionierung

4.5.4. Erscheinungsbild Referenz-Flexodruckplatten (Zustand 3)

Die RFP (Zustand 3) wiesen eine visuell glatte Oberfläche ohne Defekte auf (Abb. 7). In Kap. 9.2 wird diese Oberflächengüte mit entsprechenden Rauheitsparametern charakterisiert.

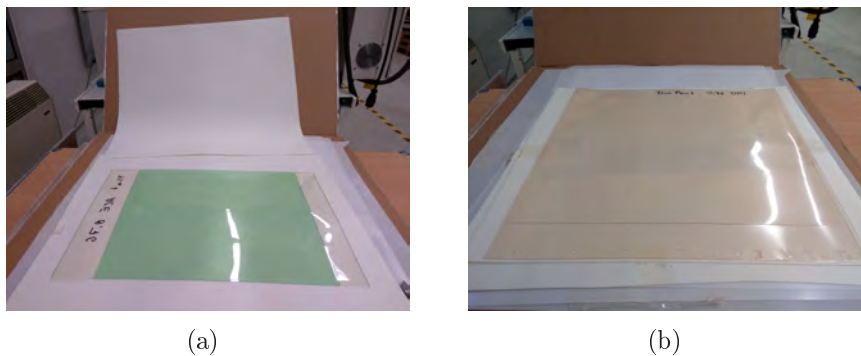


Abbildung 7: Referenz-Flexodruckplatten (Zustand 3) von Flint (a) und DuPont (b)

5. Wägeuntersuchung

Ziel der Wägeuntersuchung war es den RLMA (Flexosol-i) der Destillatproben (Zustand 1) zu bestimmen. Dafür wurden diese nach Tab. 3 und 4 bei 60°C im Flexodruckplattenbelichter getrocknet und im Anschluss an die jeweilige Trocknungszeit nach 15 min Abkühlzeit mit der Laborwaage gravimetrisch vermessen.

Die genannte Vorgehensweise ermöglicht es das während der Trocknungszeiten relativ verdunstete Restlösemittel aus den ungetrockneten und unbelichteten Destillatproben zu ermitteln, so dass annäherungsweise mit der Formel (5) auf den prozentualen Restlösemittelanteil in der ungetrockneten Destillatmasse geschlossen werden kann.

Die RLMA werden nach folgenden Formeln ermittelt:

Basisformel zur Ermittlung des Restlösemittelanteils:

$$RLMA_{\infty} = \frac{m_0 - m_{\infty}}{m_0} \quad (1)$$

Angenäherte Formel zur Ermittlung des Restlösemittelanteils nach 1h-, 3h-, 24h- und 48h Trocknung:

$$RLMA_1 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \quad (2)$$

$$RLMA_3 = \frac{m_0 - m_3}{m_0} \quad (3)$$

$$RLMA_{24} = \frac{m_0 - m_{24}}{m_0} \quad (4)$$

$$RLMA_{48} = \frac{m_0 - m_{48}}{m_0} \quad (5)$$

5.1. Auswertung Wägungen

Von neun DPC (Zustand 1) konnten vier (DPC 3, 4, 5, 7) mit vollständigen und zwei DPC mit unvollständigen Wägeergebnissen (DPC 1, 2) über die Trocknungszustände ausgewertet werden (Tab. 13, Diagr. 8).

Die DPC 0 wurde nicht ausgewertet, da die DP eine Vielzahl von Oberflächendefekten aufwies und beim Abziehen des analogen Belichtungsfilms zerrissen und somit nicht konfektioniert werden konnten. Aufgrund von Flexoplattenbelichterausfällen konnten die Wägeergebnisse für die DPC 2 nur teilweise und die DPC 9 nicht ausgewertet werden.

Eine Frisch-Lösemittelhinzufügung ein bis zwei Tage vor der DPC-Herstellung sorgte für den Ausschluss der DPC 6 von den Untersuchungen, da sie nicht als repräsentatives Plattenmaterial angesehen werden konnte.

Die entsprechend der Trocknungszustände ermittelten min. und max. RLMA des Lösemittels Flexosol-i, nach Formel (2) - (5), der DPC 1, 2, 3, 4, 5 und 7 sind der Tab. 14, als auch zusammengefasst der Tab. 5 zu entnehmen.

In Diagr. 8 ist die Gewichtsabnahme der Destillatproben über die Trocknungszustände grafisch dargestellt. Die daraus ersichtliche Gewichtsabnahme resultiert aus dem ausgetriebenen Restlösemittel (LM) Flexosol-i.

Dem Diagr. 9 kann entsprechend der Formeln (2) - (5) die ermittelte Lösemittelverdunstung des Lösemittels Flexosol-i über die Trocknungszustände entnommen werden.

Anhand der eingewogenen Destillatmasse m_0 der Destillatproben ist ersichtlich, dass, obwohl die Destillatproben konfektioniert wurden, Gewichtsunterschiede im Bereich von 3,97g bis 9,64g auftraten (Tab. 13). Die Schwankungsbreite der ungetrockneten und unbelichteten Destillatproben beträgt ca. 40%. Da alle Destillatproben durch die Konfektionierung einen identischen Durchmesser aufweisen sind die Gewichtsschwankungen auf Schichtdickenunterschiede zurückzuführen.

Auch zeigt die Wägeuntersuchung, dass die DPC unterschiedliche RLMA, durch Annäherung nach Formel (2) - (5), aufweisen. Nach 48h-iger Trocknungszeit konnte über alle DPC ein RLMA zwischen 31% und 38% festgestellt werden.

Nach 1h-iger Trocknung waren zwischen 11% und 19%, nach 3h-iger Trocknung zwischen 16% und 27%, nach 24h-iger Trocknung zwischen 29% und 37% des Lösemittels Flexosol-i aus den Destillatproben (Ausgangszustand: m_0) ausgetrieben.

Die Restlösemitteldifferenzen der Trocknungszustände (1h/3h, 3h/24h und 24h/48h) können der Tab. 14 entnommen werden. Im Trocknungszeitraum 24h/48h liegt die prozentuale Lösemittelabnahme im Mittel zwischen 1,3% und 1,7%. Die Destillatprobentrocknung wurde an dieser Stelle aufgrund der geringen Restlösemittelabnahme im Verhältnis zur Trocknungszeit beendet.

Aussagen über das Lösemittel Flexosol-x können nicht adäquat getroffen werden, da alle Destillatproben mit Flexosol-x ausschließlich im Zustand 3h getrocknet und belichtet vorlagen. Es ist davon auszugehen, dass die gewonnenen Erkenntnisse bezüglich des Trocknungsverhaltens nur bedingt übertragbar sind.

Zu den Auswirkungen des in der Destillatprobe verbleibenden RLMA auf den Druckprozess und die Druckqualität kann derzeit noch keine Aussage getätigt werden.

Gemittelte Gewichtsabnahme von ungetrockneten und unbelichteten DPC 1, 2, 3, 4, 5, 7
(\varnothing 80 mm) nach definierten Trocknungszuständen bei 60°C Trocknungstemperatur

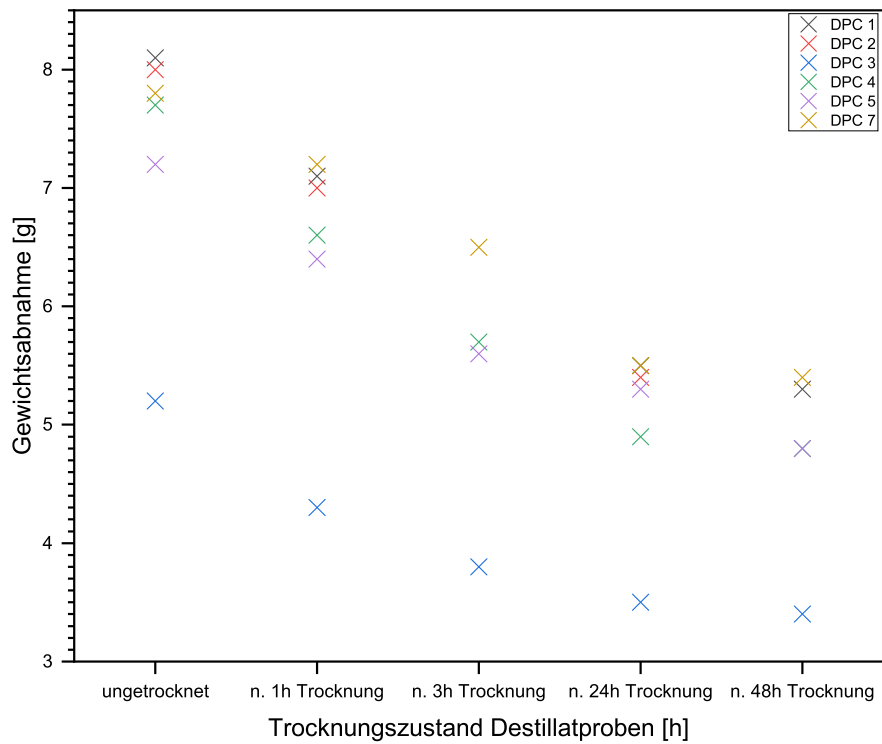


Abbildung 8: Ermittelte Wägeregebnisse in [g] der DPC 1, 2, 3, 4, 5 und 7 Destillatproben (\varnothing 80 mm) über definierte Trocknungszustände 2-5 bei 60°C Trocknungstemperatur

Ermittelte relative Lösemittelverdunstung anhand von ungetrockneten und unbelichteten DPC 1, 2, 3, 4, 5, 7 (\varnothing 80 mm) nach definierten Trocknungszuständen bei 60°C Trocknungstemperatur

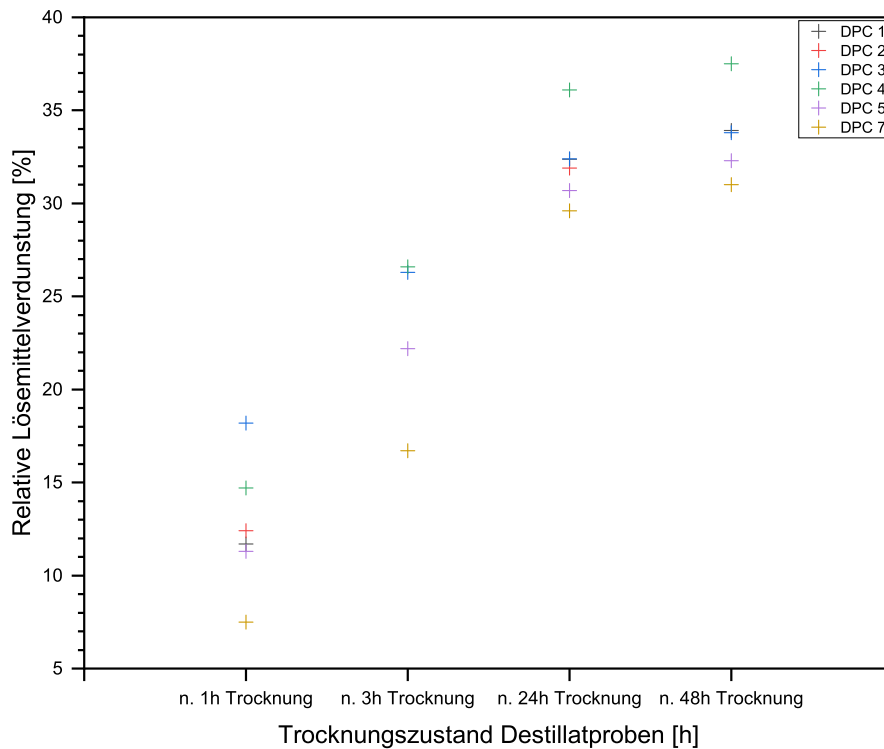


Abbildung 9: Ermittelte Wägeergebnisse in [%] der DPC 1, 2, 3, 4, 5 und 7 Destillatproben (\varnothing 80 mm) über definierte Trocknungszustände 2-5 bei 60°C Trocknungstemperatur

Trocknungszustand	min. RLMA	max. RLMA
DPC (Zustand 1)	[%]	[%]
2	6,51	22,17
3	16,02	28,46
4	29,58	36,85
5	30,91	38,28

Tabelle 5: Min. und max. ermittelter RLMA der DPC 1, 2, 3, 4, 5, 7 (Zustand 1) in % über Trockenzustand 2-5

6. Rheometeruntersuchung

Um mögliche Unterschiede oder etwaige Inhomogenität innerhalb und zwischen den DPC aufzeigen zu können, wurde von der BUW eine Untersuchungsmethode am Rheometer definiert und angewendet.

Bei den Destillatproben handelt es sich um viskoelastische Stoffe, die sowohl elastische als auch viskose Materialeigenschaften aufweisen. Aufgrund dessen wurden die Destillatproben aus den unterschiedlichen DPC mittels eines darauf abgestimmten Amplitudentests auf ihr Speicher- und Verlustmodul untersucht.

Das Speichermodul G' kennzeichnet dabei das elastische Verhalten der Destillatprobe (Maß für die gespeicherte Deformationsenergie während des Scherprozesses) und das Verlustmodul G'' das viskose Verhalten der Destillatprobe, welches als Maß für die verlorene Deformationsenergie während des Scherprozesses gilt (vgl.[1]).

6.1. Vorgehensweise Rheometermessungen

Die Plattenmaterialien wurden nach Tab. 3 konfektioniert und das Rheometer 1h vor den Messungen eingeschaltet und initialisiert. Als Messsystem wurde das PP25 (Platte-Platte, 25 mm) in die Rheometerkupplung eingesetzt und auf Nullspalt gefahren. Es wurden jeweils fünf Destillatproben aus den DPC (Zustand 1) nach Trocknungszustand 1, 3, 4, nach der Belichtung, sowie der DPC (Zustand 2 und 4) und den RFP (Zustand 3) vermessen.

Für alle Destillat- und Referenzproben abweichend vom Rohzustand wurde $\varnothing 26$ mm doppelseitiges Klebeband, zur Fixierung der Destillatprobe auf der temperierten Heizplatte (23°C), gestanzt.

Aufgrund der unterschiedlichen Destillatproben-Schichtdicken wurde das Bewegungsprofil des Messsystems auf Vorgabe F 25 N eingestellt, um den vollständigen Kontakt von Messsystemoberfläche zur Destillatprobenoberfläche während der Messung sicherzustellen.

Der Amplitudentest wurde über eine Scherdeformation γ von 0,001 % bis 500 % mit einer Kreisfrequenz von 10 rad/s durchgeführt. Pro Messung wurden 29 Messpunkte ermittelt und das Ende des linear viskoelastischen Bereichs (LVEB), der LVE Vorschlag und der Fließpunkt bestimmt. Die Messergebnisse sind den Tab. 15, 16, 17,18, 23, 26, 24 im Anhang 14 zu entnehmen.

6.2. Auswertung Rheometer (Zustand 1)

6.2.1. Rohzustand

Die gemittelten Speicher- und Verlustmodule der untersuchten Destillatproben der DPC 3, 4, 5, 7, und 9 weisen weitestgehend ähnliche Verlaufskurven mit geringen Standardabweichungen auf (Diagr. 10).

Die Dominanz des elastischen gegenüber des viskosen Verhaltens im LVE-Bereich, bis

zu einer Scherdeformation γ von ca. 0,1 %, weisen die DPC im ungetrockneten und unbelichteten Zustand (Rohzustand) als Materialien mit Gel-Charakter ($G' > G''$) und Fließpunkt aus (Tab. 15).

Bei einer Scherdeformation γ von 0,0103 % (Messpunkt 13, im LVE-Bereich) weisen die Speicher- und Verlustmodule (\bar{x}) Werte nach Tab. 6 auf. Aus dieser sind die min. und max. gemessenen und anschließend gemittelten Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, und 9 ersichtlich. Die Messwerte zeigen eine typische Bandenbreite auf (Tab. 6), anhand derer sich der Rohzustand der Destillatproben identifizieren lässt.

Gemittelte Speicher- und Verlustmodule DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) im Rohzustand mit aufgetragener Standardabweichung über Scherdeformation von 0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

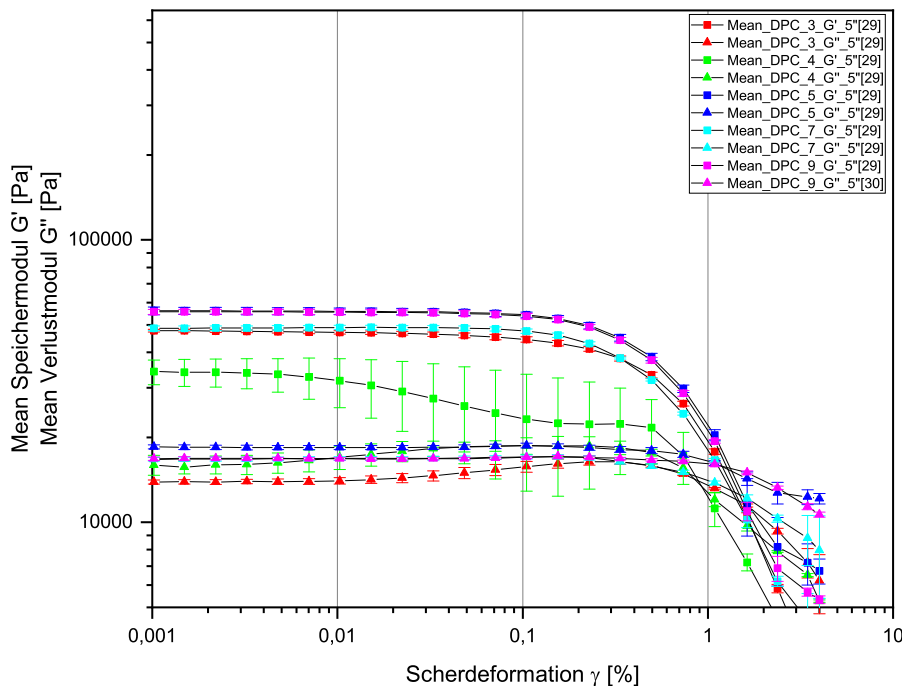


Abbildung 10: Gemittelte Speicher- und Verlustmodulkurven der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 (Zustand 1) im Rohzustand mit aufgetragenen Standardabweichungen

In Diagr. 10 sind Abweichungen der DPC 4 Speichermodulkurve und der Verlustmodulkurve der DPC 3 und DPC 4 im Rohzustand zu erkennen.

Von den ermittelten Speichermodulkurven der DPC 4 zeigen zwei Destillatproben deutlich abfallende Abweichungen beginnend ab einer Scherdeformation γ von 0,003 % (Diagr. 22). Dies spricht dafür, dass diese Destillatproben andere elastische Eigenschaften als der Rest der DPC 4 Destillatproben aufweisen.

Bei den Verlustmodulen der DPC 3 und 4 ist ein signifikanter Anstieg der Deformationsenergie im Bereich 0,01 % bis 0,2 % Scherdeformation γ ersichtlich. Das Diagr. 22 zeigt

außerdem, dass die Speicher- und Verlustmodulmessungen der DPC 3 alle ähnliche Verlaufstendenzen zeigen. Dies spricht dafür, dass diese untersuchten Destillatproben der DPC 3 andere Eigenschaften aufweisen als der Rest der untersuchten Destillatproben im Rohzustand, die zum jetzigen Zeitpunkt nicht weiter definiert werden können.

6.2.2. Bestimmung des RLMA mittels rheologischer Untersuchung

Die Auswertung der Speichermodule der DPC im Rohzustand zeigt eine Korrelation zu den ermittelten Wäageergebnissen der Destillatproben der DPC 3, 4, 5 nach 48h-iger Trocknung (Diagr. 11).

Je höher die Speichermodulwerte liegen, desto weniger Restlösemittel (RLM) befand sich in den Destillatproben im Rohzustand.

Je niedriger die Speichermodulwerte liegen, desto höher war der RLMA der Destillatproben im Rohzustand.

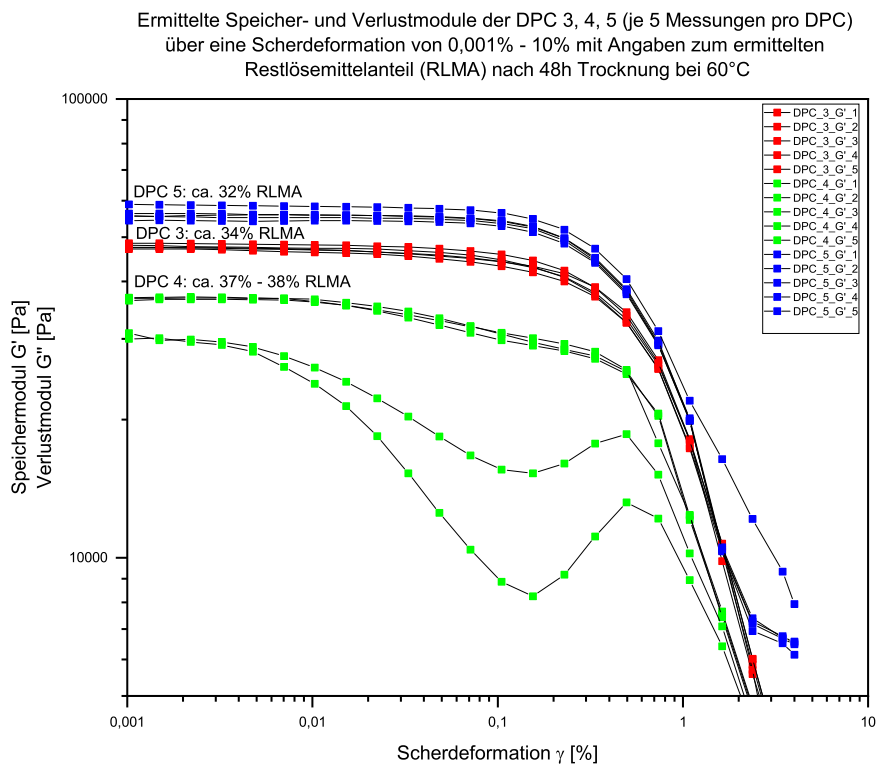


Abbildung 11: Ermittelte Speichermodule der DPC 3 , 4 , 5 (Zustand1) im Rohzustand. Bestimmung des RLMA der DPC (Zustand 1) ist über rheologische Untersuchung möglich

6.2.3. Nach 3h, 48h Trocknung und nach Belichtung

Das Ende des LVE-Bereiches der DPC (Trocknungszustand 3, 4, 5) ist in den Diagr. 12, 13 und 14 wieder bei ca. 0,1 % Scherdeformation γ zu erkennen. Die Destillatproben weisen jedoch keinen Gel-Charakter mehr auf, wie im Rohzustand, sondern die Eigenschaften eines Feststoffs, da kein Fließpunkt ermittelt werden konnte.

Der Einfluss des ausgetriebenen RLM Flexosol-i nach Trocknungszustand verdeutlicht die viskoelastischen Eigenschaften der Destillatproben.

Allgemein weisen die ermittelten Speicher- und Verlustmodulkurven der Destillatproben über die Trocknungszustände 3, 4 und 5 ähnliche Verlaufstendenzen auf.

Der RLMA in den Destillatproben dominiert im Rohzustand die viskoelastischen Eigenschaften. Je mehr RLM ausgetrieben wird, desto deutlicher werden die elastischen und viskosen Eigenschaften der Destillatproben innerhalb der entsprechend untersuchten Charge als auch von Charge zu Charge. Die ermittelten Messwerte spannen dabei spezifische Bandenbreiten auf.

Inwiefern die festgestellten Abweichungen den Druckprozess und die Druckqualität beeinflussen, sollte weiter untersucht werden.

Die gemittelten Speicher- und Verlustmodulmesswerte und die daraus resultierende Bandenbreiten sind der Tab. 6 zu entnehmen. Es wurden die Speicher- und Verlustmodulwerte bei einer Scherdeformation von 0,0103 % als Grundlage für die Messdatenauswertung verwendet.

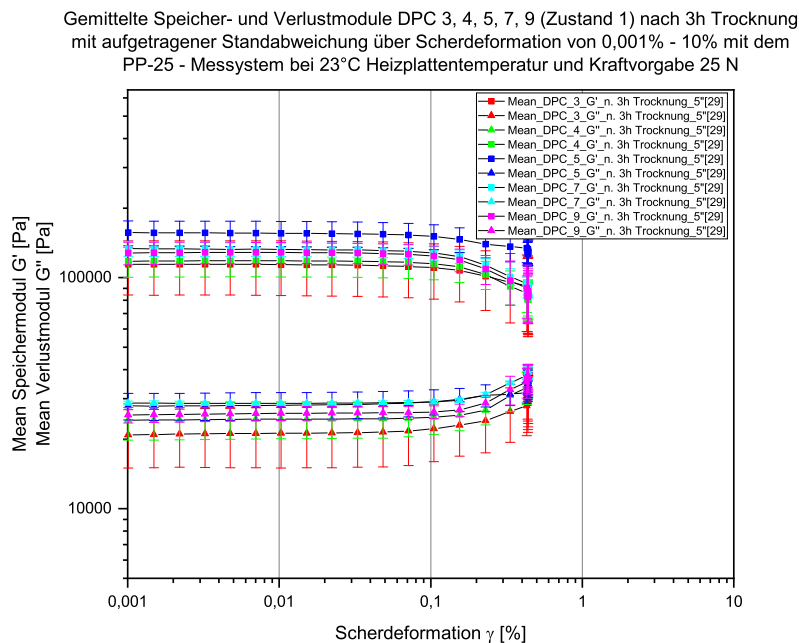


Abbildung 12: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) nach 3h Trocknung bei 60°C mit aufgetragenen Standardabweichungen

Gemittelte Speicher- und Verlustmodule DPC 3, 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung mit aufgetragener Standardabweichung über Scherdeformation von 0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

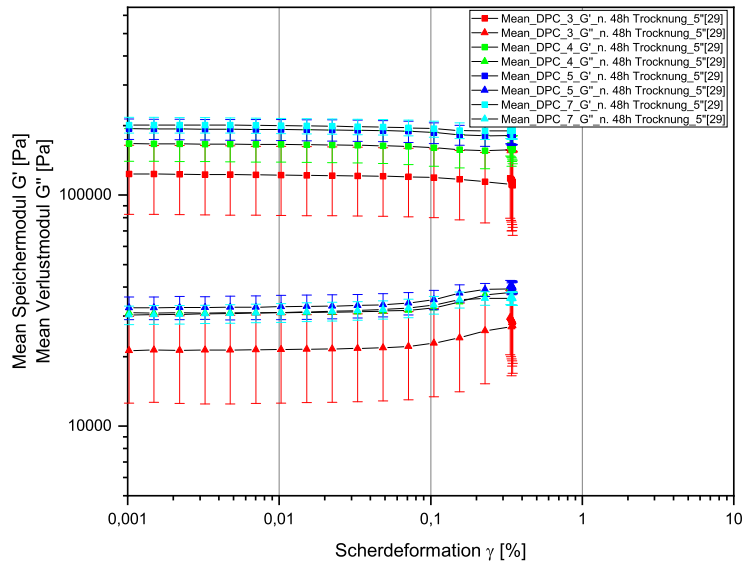


Abbildung 13: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung bei 60°C mit aufgetragenen Standardabweichungen

Gemittelte Speicher- und Verlustmodule DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung
(UVA: 8 min, UVC: 2 min) mit augetragener Standardabweichung über Scherdeformation von
0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

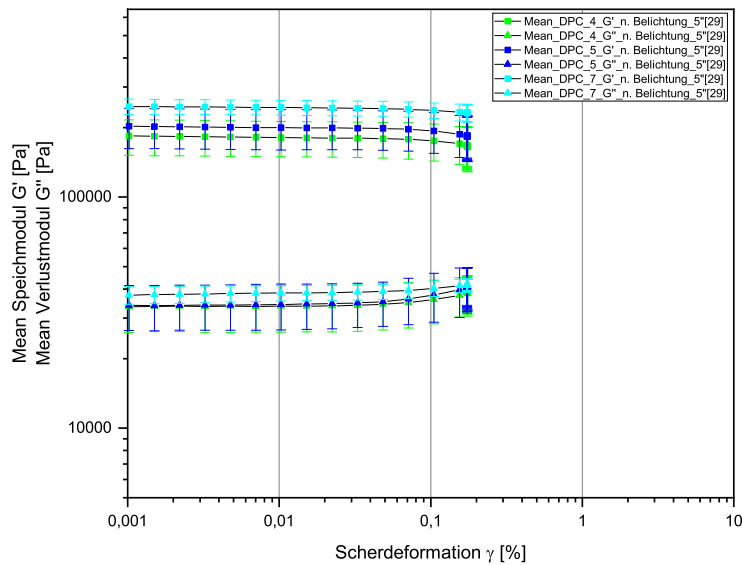


Abbildung 14: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 2 min) mit aufgetragenen Standardabweichungen

DPC- Zustand 1	Scherde- formation [%]	G' (\bar{x})		Differenz G'	G'' (\bar{x})		Differenz G''
		min. [Pa]	max. [Pa]	min./max [Pa]	min. [Pa]	max. [Pa]	min./max [Pa]
Rohzustand	0,0103	31763	55905	24142	14025	18399	4374
N. 3h Trocknung	0,0103	113986	155720	41734	21215	28618	7403
N. 48h Trocknung	0,0103	122092	199746	77654	21465	32879	11414
N. Belichtung	0,0103	181128	244170	63042	33704	38476	4772

Tabelle 6: Differenz aus gemittelten Speicher- und Verlustmodul (5 Messungen/DPC) der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 über die Trocknungszustände Rohzustand, nach 3h Trocknung, nach 48h Trocknung und nach der Belichtung bei einer Scherdeformation γ von 0,00103 %

6.3. Auswertung Rheometer (Zustand 2 und 4)

Innerhalb des Flexodruckplattenbelichtungsprozesses bei FlexoArt werden die belichteten und ausgewaschenen Flexodruckplatten typischerweise ca. 3h getrocknet. Aufgrund dessen wurden die DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 2) und DPC 15 (Zustand 4) auch 3h getrocknet. Die Belichtung der DPC (Zustand 2) erfolgte mit UVA: 8 min und UVC: 22 min. Die Belichtung der DPC (Zustand 4) erfolgte anschließend mit UVA: 50 min und

UVC: 15 min, da sonst die Deckfolie beim Destillatplattenherstellungsprozess nicht ohne Beschädigungen der DP abgezogen werden konnte. Die 3h-ige Trocknung und entsprechende Belichtung der DPC sollte Defekte, entstehend durch den Transport, vermindern. Es wurden sechs DPC (Zustand 2) und eine DPC (Zustand 4) mittels Amplitudentest auf ihre Speicher- und Verlustmodule untersucht.

Die DPC (Zustand 2) weisen alle ähnliche Verlaufstendenzen in ihren Speicher- und Verlustmodulkurven auf. Lediglich die DPC 14 (Zustand 2) zeigt eine deutliche Abweichung in ihren gemittelten Speicher- und Verlustmodulen im Vergleich zu den restlichen DPC (Zustand 2). Woraus diese Abweichung resultierte konnte in den Untersuchungen nicht festgestellt werden.

Ein Unterschied entstehend durch den Wechsel von LM Flexosol-i auf Flexosol-x in Bezug auf die ermittelten Speicher- und Verlustmodule konnte nicht festgestellt werden. Die Speichermodulkurve der DPC 15 (Zustand 4) weisen zwar einen niedrigeren gemittelten Speichermodulwert bei 0,0103 % Scherdeformation γ auf als die DPC (Zustand 2), aber dies kann auch aus der abweichenden Belichtungsdauer resultieren. Aufgrund abweichender Belichtungsparameter und gleichzeitigem Lösemittelwechsel kann der Einfluss des LM Flexosol-i und Flexosol-x noch nicht direkt erfolgen. Die gemittelten Speicher- und Verlustmodulwerte können der Tab. 15 entnommen werden. Auch hier zeigt sich eine typische Messdaten-Bandenbreite entsprechend des Belichtungs- und Trocknungszustands der Destillproben auf.

Gemittelte Speicher- und Verlustmodule DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 2) und DPC 15 (Zustand 4) nach 3h Trocknung und Belichtung mit aufgetragener Standardabweichung über Scherdeformation von 0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

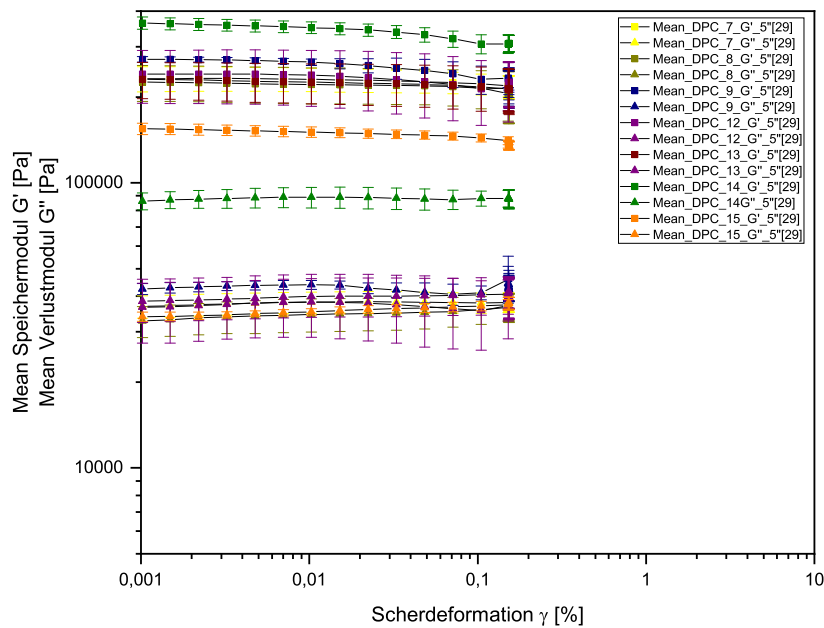


Abbildung 15: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 2) nach 3h Trocknung und Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 22 min) und DPC 15 (Zustand 4) nach 3h Trocknung und Belichtung (UVA: 50 min, UVC: 15 min) mit aufgetragener Standardabweichung

DPC- Zustand 2	Scherde- formation [%]	G' (\bar{x})		Differenz G'	G'' (\bar{x})		Differenz G''
		min. [Pa]	max. [Pa]	min./max [Pa]	min. [Pa]	max. [Pa]	min./max [Pa]
N. 3h Trocknung und Belichtung	0,0103	221164	350216	129052	34540,2	89021,4	54481

Tabelle 7: Differenz aus gemittelten Speicher- und Verlustmodulen über die DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 1) und DPC 15 (Zustand 4) bei einer Scherdeformation von 0,00103 % nach 3h Trocknung und Belichtung

6.4. Auswertung Rheometer (Zustand 3)

Zusätzlich zu den untersuchten DPC (Zustand 1, 2, 4) werden zwei RFP (Zustand 3) mittels Amplitudentest vermessen. Die RFP wurden, wie folgt, von FlexoArt belichtet:

- Flint: Rückseitenbelichtung: 20 s, Hauptbelichtung: 540 s
- DuPont: Rückseitenbelichtung: 114 s, Hauptbelichtung: 600 s

Die ermittelten Speicher- und Verlustmodulmesswerte und deren Bandenbreite können der Tab. 8 entnommen werden.

Die gemittelten Speicher- und Verlustmodule der DPC (Zustand 3) weisen in ihren Minima und Maxima deutliche höhere Werte als die untersuchten DPC (Zustand 1) nach der Belichtung auf (Vergleich Tab. 6 mit 8). Zudem sind die Schwankungen der Messwerte der Referenz-Flexodruckplatten gering. Aufgrund der deutlich höheren Schwankungen der DPC im Vergleich zu den RFP muss von einer starken Inhomogenität innerhalb der Chargen als auch von Charge zu Charge ausgegangen werden.

Ermittelte Speicher- und Verlustmodule RFP 10 und 11 (Zustand 3) nach 20 min Trocknung und Belichtung mit aufgetragener Standabweichung über Scherdeformation von 0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

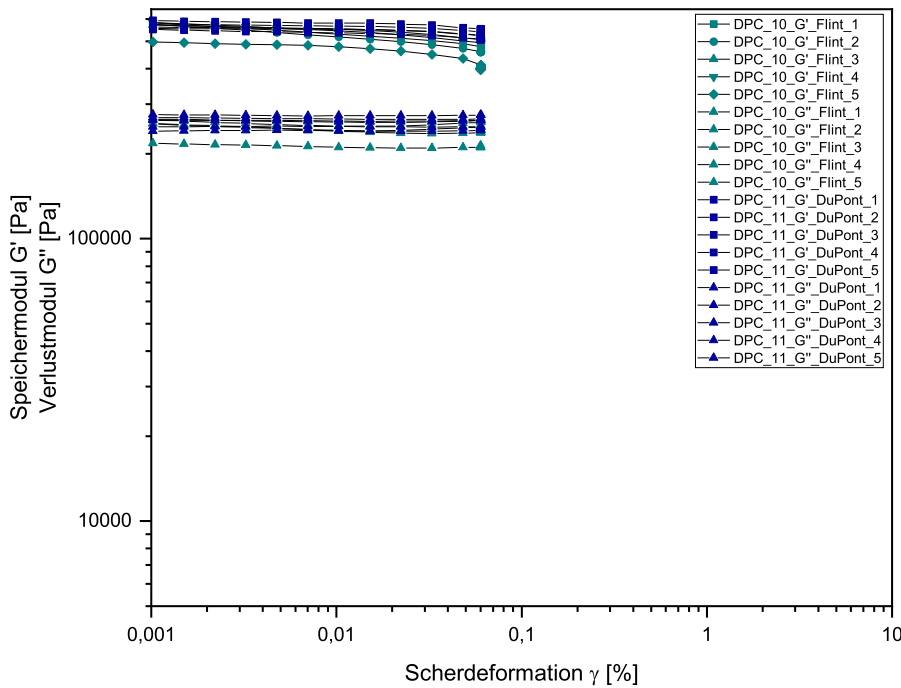


Abbildung 16: Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der RFP 10 (Flint) und 11 (DuPont) (Zustand 3)

DPC-Zustand 3	Scherdeformation [%]	G' (\bar{x}) [Pa]		Differenz G' min./max [Pa]	G'' (\bar{x}) [Pa]		Differenz G'' min./max [Pa]
		min.	max.		min.	max.	
RFP	0,0103	524822	557592	32770	240528	258036	17508

Tabelle 8: Differenz aus gemittelten Speicher- und Verlustmodul (5 Messungen/DPC) der DPC 10 und 11 Zustand 3 bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

7. Shore Härte 000 Untersuchung

Das Shore-Härte 000 Handmessgerät wird zur Durchführung der Härteprüfung nach DIN EN ISO 7619-1 eingesetzt. Da die DPC (Zustand 1) im Rohzustand sehr weich und im getrockneten bzw. belichteten Zustand eine höhere Härte aufzeigen und beide Zustände nicht mit der Shore A Härteprüfung auf **einer** Messskala dargestellt werden können, wird ein Shore-Härte 000 Handmessgerät eingesetzt. Das Shore-Härte 000 Handmessgerät besitzt einen kugelförmigen Eindringkörper mit einem Kugelradius von $6,350 \pm 0,030$ mm und eine Druckplatte mit einer Fläche von 1139 mm^2 .

7.1. Vorgehensweise Shore-Härte-Prüfung 000

Für die Shore-Härte-Prüfung wurden jeweils neun Destillatproben (Zustand 1) nach Tab. 3 konfektioniert und zu je drei Lagen möglichst deckungsgleich übereinandergelegt, sodass drei Shore-Härte 000 Prüfungen durchgeführt werden können. Vor Messbeginn wurde der 3-lagige Aufbau mit der Laborwaage gewogen. Der dreilagige Destillatproben-Aufbau wird auf eine Keramikplatte gelegt, das Handgerät aufgesetzt und die Prüfungszeit mittels Stoppuhr nach 120 s bzw. 15 s, da dies der Standardprüfdauer für thermoplastische Elastomere nach DIN EN ISO 7619-1 entspricht, die Shore-Härte-Ergebnisse mittels Videoaufnahme ermittelt.

Die restlichen DPC (Zustand 2 und 4) und RFP (Zustand 4) werden nicht ausgewertet, da diese haftfest mit der jeweiligen Trägerfolie verbunden sind und somit nicht mehr der Norm entsprechend ausgewertet werden können.

7.2. Auswertung Shore-Härte-Prüfung 000

Aufgrund des RLMA der DPC im Rohzustand, weisen die Destillatproben eine entsprechende Dynamik, und zeigen damit ihre Belastungsempfindlichkeit, auf (Diagr.17).

Nach 48h Trocknung und nach der Belichtung zeigen die DPC 4, 5, 7 nach 15 s Prüfdauer vergleichbare Messergebnisse (Diagr. 18). Die ermittelten min. und max. Shore Härten 000 nach 15 s Prüfungsdauer können der Tab. 9 entnommen werden.

Shore-Härte 000	min.	max.
DPC (Zustand 1)	[Shore 000]	[Shore 000]
Rohzustand	39,5	62
Nach 3h Trocknung	56,5	81
Nach 48h Trocknung	74	86
Nach Belichtung	73	86,5

Tabelle 9: Ermittelte Shore Härten 000 DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) über Trockenzustand 3, 4 und nach der Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 2 min).

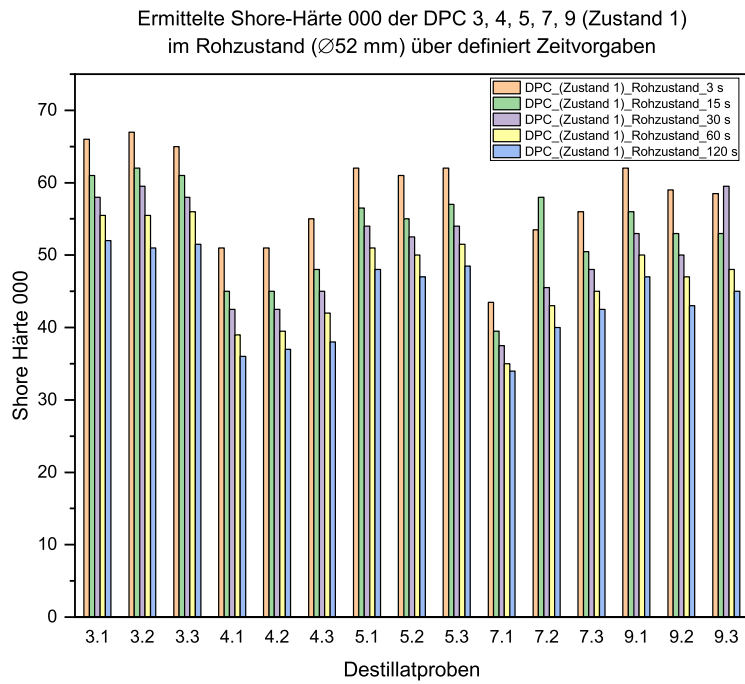


Abbildung 17: Ermittelte Shore Härte 000-Ergebnisse der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) im Rohzustand zeigen ihr dynamisches Verhalten unter länger einwirkender Belastung

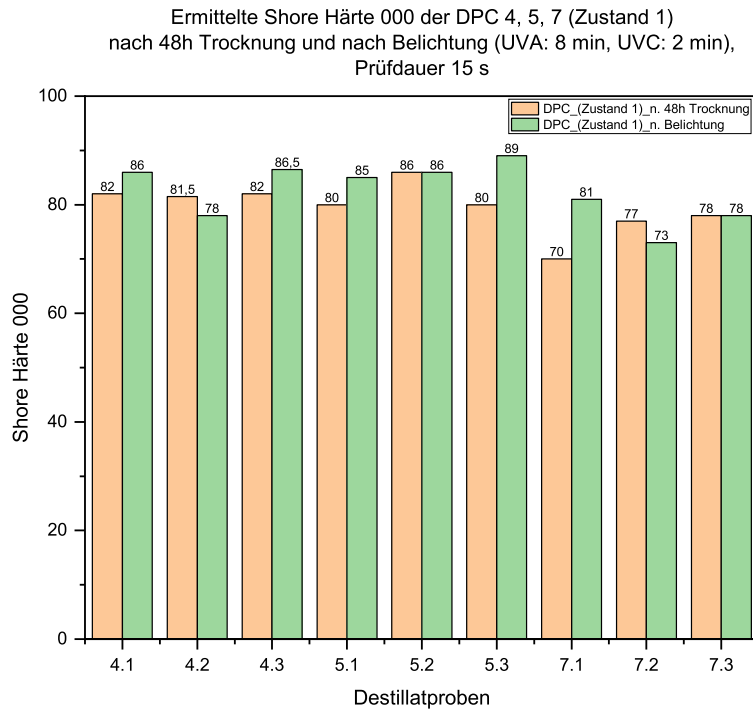


Abbildung 18: Ermittelte Shore Härte 000-Ergebnisse der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung und Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 2 min)

8. Kontaktwinkeluntersuchung

Mittels Kontaktwinkelmessungen werden die Plattenmaterialien auf ihre Benetzbarkeit geprüft. Anhand der RFP können Anhaltspunkte darüber erlangt werden, in wie weit sich die untersuchten DPC (Zustand 1, 2, 4) von den RFP in ihrer Benetzbarkeit voneinander unterscheiden.

8.1. Vorgehensweise Kontaktwinkelmessung

Die Plattenmaterialien wurden nach Tab. 3 konfektioniert und mittels Diiodmethan-Testflüssigkeit zu 20 Tropfen mit je 1 μl Tropfenvolumen mit einer sehr langsamen Dosierate über eine Dosieradel (1,5 " und I- \varnothing 0,25 mm) auf die jeweilige Messprobe (\varnothing 80 mm) appliziert. 3 Frames nach Abholung des Diiodmethan-Tropfens mit dem Probenstisch wurde der entsprechende Kontaktwinkel Θ per Videoaufnahme (10 fps) ermittelt.

8.2. Auswertung Kontaktwinkel (Zustand 1 - 4)

Die Kontaktwinkelmessungen der DPC (Zustand 1) zeigen tendenziell, dass sich der Kontaktwinkel Θ mit aufsteigendem Trocknungszustand (2-5) und auch mit der Belichtung erhöht (Tab. 10).

Die Abweichungen der Kontaktwinkel-Mediane der DPC (Zustand 1, 2, 3, 4) sind aus dem Anhang 15 der Tab. 28 zu entnehmen.

Bei den Kontaktwinkelmessungen der DPC 3 (Zustand 1) nach 3h- und 48h Trocknung trat ein Nachlaufen der Testflüssigkeit Diiodmethan aus der Dosieradel auf, sodass das Tropfenvolumen an dieser Stelle variierte. Dies ist deutlich in den entsprechenden Boxplots zu erkennen (Diagr. 27, 28). Warum dies auftrat konnte noch nicht geklärt werden. Die Referenz-Flexodruckplatten (Zustand 3) weisen Kontaktwinkel zwischen 49° und 69° auf. Ermittelte Kontaktwinkel nach 48h-iger Trocknung und anschließender Belichtung von DPC (Zustand 1) liegen zwischen 54° und 60° . Somit zeigen die DPC (Zustand 1) ähnliche Benetzungseigenschaften wie die RFP.

Die ermittelten Kontaktwinkel-Mediane für die DPC (Zustand 2) liegen zwischen 39° und 49° und besitzen somit bessere Benetzungseigenschaften als die Referenz-Flexodruckplatten unter Verwendung der Testflüssigkeit Diiodmethan.

Der ermittelte Kontaktwinkel-Median der DPC (Zustand 4) liegt hingegen bei 70° . Die DPC (Zustand 4) weist somit unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-x schlechtere Benetzungseigenschaften als die Referenz-Flexodruckplatten auf.

Die eingesetzten Lösemittel haben also einen starken Einfluss auf die Benetzungseigenschaften der Destillatplatten.

Aufgrund des festgestellten Einflusses von Belichtung, Trocknung und Lösemittel konnten die Plattenmaterialien leider nur eingeschränkt miteinander verglichen werden.

Die Kontaktwinkelmessdaten sind tabellarisch und grafisch in Form von erstellten Boxplots im Anhang 15 dargestellt.

Kontaktwinkel Θ	min. Median	max. Median
DPC (Zustand 1)	[°]	[°]
Rohzustand	26°	37°
Nach 3h Trocknung	26°	38°
Nach 48h Trocknung	43°	49°
Nach Belichtung	54°	60°
DPC (Zustand 2)		
Nach 3h Trocknung/Belichtung	39°	49°
RFP (Zustand 3)		
Referenz-Flexodruckplatten	49°	69°
DPC (Zustand 4)		
Nach 3h Trocknung/Belichtung	70°	70°

Tabelle 10: Ermittelte Kontaktwinkel- Mediane DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) über Trockenzustand 2 - 5 und nach der Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 2 min). Ermittelte Kontaktwinkel- Mediane DPC 7, 8, 9, 12, 13 ,14 (Zustand 2) über Trockenzustand 2 - 5 und nach der Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 22 min), Ermittelte Kontaktwinkel- Mediane DPC 10 und 11 (Zustand 3) belichtet, ausgewaschen und 20 min getrocknet, Ermittelte Kontaktwinkel- Mediane DPC 15 (Zustand 4) UVA: 50 min, UVC: 15 min

9. 3D-Laserscanning-Mikroskop Untersuchung

Mithilfe des konfokalen 3D-Laserscanning-Mikroskops wurde die Oberflächengüte der RFP 10 und 11 (Zustand 3) und der DPC 12, 13, 14 (Zustand 2) und DPC15 (Zustand 4) mittels Rauheitsparameter bestimmt und miteinander verglichen.

9.1. Vorgehensweise 3D-Laserscanning-Mikroskop

Für die Untersuchungen der DPC 12-14 (Zustand 2), der DPC 15 Destillatproben (Zustand 4) und der Referenzproben 10 und 11 (Zustand 3) werden die Rauheitsparameter S_a , Sdr und Str herangezogen.

Der S_a - Rauheitsparameter ermöglicht es die Rauheit einer Probe nicht nur über einen Profilschnitt, sondern über ein Fläche zu bewerten.

Der Str- Rauheitsparameter ist ein Maß für die Gleichförmigkeit einer Oberflächentextur. Dabei entspricht ein ermittelter Wert „0“ einer gleichförmigen Oberflächentextur, ein Wert gegen „1“ einer unregelmäßigen Oberflächentextur.

Der Rauheitsparameter Sdr steht für die prozentuale Oberflächenvergrößerung. Bei einer vollständig planaren Oberfläche besitzt der Sdr Rauheitsparameter einen Wert von „0“. Für die Ermittlung der Rauheitsparameter S_a , Sdr und Str wird mit einem 20x- Objektiv die jeweilige Messprobenoberfläche vermessen. Für die Auswertung der Messprobenoberfläche wird jeweils über den gesamten Messausschnitt ($6250 \mu\text{m} \times 4511 \mu\text{m}$) manuell eine Referenzfläche über die Mikroskop-Auswertungssoftware "MultiFile Analyzer" gelegt. Die entsprechend ermittelten Messdaten werden auf diese Bezugsebene vom System umgerechnet. Zur Berechnung der S_a Oberflächenrauheit wird auf der Mikroskopaufnahme ein Messausschnitt von $4000 \mu\text{m} \times 4000 \mu\text{m}$ definiert und mit entsprechend zugewiesenen Filtereinstellungen die Rauheitsparameterwerte ermittelt. Es wird mit einem doppelten Gaußfilter, einem S-Filter von $10 \mu\text{m}$ und einem L-Filter von $0,2 \text{ mm}$ gearbeitet. Es werden je 3 Messungen an den Messproben durchgeführt und ausgewertet (Tab. 11).

9.2. Auswertung Oberflächenrauheit

Die gemittelten Rauheitsparameter S_a , Sdr und Str bestätigen die Vergleichbarkeit der untersuchten Plattenmaterialien (DPC 12 -14, DPC 15 und RFP 10 und 11) und damit auch die Ansätze des Destillatplattenherstellungsprozess von FlexoArt unter der Verwendung der Lösemittel Flexosol-i und Flexosol-x. Die entsprechende Messwerte sind zusammengefasst aus Tab. 11 ersichtlich und im Anhang 17 detailliert aufgeführt.

Die RFP weisen S_a -Werte zwischen $0,06 \mu\text{m}$ und $0,17 \mu\text{m}$, Sdr-Werte zwischen $0,02\%$ und $0,07\%$ und Str-Werte zwischen $0,70 \mu\text{m}$ und $0,83 \mu\text{m}$ auf.

Die bestimmten Rauheitsparameter für die DPC unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-x liegen in den Bereichen der RFP und bestätigen somit den derzeitigen Stand des Destillatplattenherstellungsprozess.

Die festgestellten S_a -Werte der DPC 12 bis 14 unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-i liegen mit $0,05 \mu\text{m}$ und $0,16 \mu\text{m}$ im Bereich der RFP.

Die Str-Werte weisen darauf hin, dass diese untersuchten Proben eine gleichförmigere

Oberflächentextur aufweisen als die RFP.

Die ermittelten Sdr-Werte liegen zwischen 0,005% und 0,13%. Dies bedeutet, dass die Proben eine variierende Oberflächenvergrößerung aufweisen. Es muss damit gerechnet werden, dass mit den hergestellten Destillatplatten unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-i die Übertragung der Lackmenge variiert.



Abbildung 19: DPC 15

Destillatprobe/Referenzprobe	S_a	Sdr	Str
	[μm]	[%]	[μm]
DPC 12 (LM Flexosol-i)	0,16	0,13	0,68
DPC 13 (LM Flexosol-i)	0,12	0,03	0,59
DPC 14 (LM Flexosol-i)	0,05	0,005	0,30
DPC 15 (LM Flexosol-x)	0,07	0,04	0,38
RFP 10 (Flint)	0,17	0,07	0,83
RFP 11 (DuPont)	0,06	0,02	0,70

Tabelle 11: Gegenüberstellung der gemittelten Rauheitsparameter S_a, Sdr und Str von DPC 12-14 unter Verwendung des Lösemittels Flexosol-i, der DPC 15 unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-x und der Referenz-Flexodruckplatten 10 (Flint) und 11 (DuPont)

10. ATR/FTIR Untersuchung

Zum Nachweis der Restreaktivität werden die Destillatproben der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) mittels des ATR/FTIR Messgerätes auf ihre spezifischen Absorptionsspektren untersucht und mit einer Auswertungsmethodik der Doppelbindungsumsatz quantitativ ermittelt. Der Doppelbindungsumsatz beschreibt die Bildung von C-C-Doppelbindungen während der Belichtung. Ein hoher Doppelbindungsumsatz entspricht dabei einem hohen Polymerisationsgrad. Verglichen werden die ungetrockneten und unbelichteten Destillatproben mit den belichteten Destillatproben (UVA: 8 min, UVC: 2 min).

10.1. Vorgehensweise ATR/FTIR

Für die Messungen werden jeweils fünf Destillatproben aus den jeweiligen DPC (Zustand 1) nach Tab. 3 konfektioniert und vermessen. Dafür wird eine Destillatprobe mit der zu untersuchenden Oberfläche nach unten auf die Oberplatte des ATR/FTIR Messgerätes, mit darin integriertem Diamantkristall, aufgelegt und die Destillatprobe zwischen Druckhebelarm und Diamantkristall mit ausreichendem Kontakt fixiert. Im Wellenzahlbereich 4000 cm^{-1} - 450 cm^{-1} werden pro zu untersuchender Destillatprobe vier Spektrenscans durchgeführt und im Mittel hinterlegt.

10.2. Auswertung ATR/FTIR (DPC Zustand 1)

Die ermittelten Absorptionsspektren weisen Intensitätssabweichungen, bedingt durch den Messaufbau auf, welche es erfordern die Absorptionsspektren zu normieren. Zur Normierung wird eine Referenzbande herangezogen, die bekannt dafür ist, dass sie sich durch die Vernetzung nicht verändert, um messsystemtypische Schwankungen in der Absorptionsintensität auszugleichen. Zur Normierung der Spektren wird die Carbonylbande (C=O, 1720 cm^{-1}) herangezogen. Durch die Definition je einer Basislinie für die C=O und die C=C Bande und die Ermittlung der max. Peakhöhe der C=O und der C=C Bande kann mithilfe einer Verhältnisrechnung (unbelichtete Probe/belichteter Probe) eine Aussage über den Polymerisationsgrad x der DPC getroffen werden und somit Anhaltspunkte über den Polymerisationsgrad der DPC gewonnen werden.

Dafür wird eine unbelichtete Destillatprobe aus jeder zu untersuchenden DPC ausgewählt und als „Standard“ hinterlegt. Dieser Standard wird auf die belichteten Destillatproben angewendet und der Polymerisationsgrad ermittelt (Tab. 12).

Die Polymerisationsgrade nach Standard (nach 48h Trocknung) und belichteten Destillatproben liegen zwischen 40% und 70%.

Woraus diese großen Unterschiede resultieren ist zum jetzigen Zeitpunkt noch unklar und bedarf weitergehender Untersuchungen hinsichtlich der DPC-Zusammensetzung, Bestrahlungsart/Bestrahlungsdauer und die Polymerisationsgrade sind an RFP-Polymerisationsgraden zu messen.

Die Weilburger Graphics GmbH ⁶ bewertet den Polymerisationsgrad von UV-Lacksystemen unter Nutzung der IR-Analyse ab 81% - 85% als „befriedigend“ und Polymerisationsgrade größer 85% als „gut“ gehärtet. Angaben zu typischen Polymerisationsgraden von Flexodruckplatten wurden nicht gefunden. Ein negativer Einfluss der vorhandenen LAMS-Schicht auf die Reaktivität konnte vorerst nicht ausgeschlossen werden.

Festzuhalten ist aber, dass die Destillatproben eine Restreaktivität aufweisen. Diese wird anhand eines Praxisversuchs bei der Firma FlexoArt in Abb. 20 aufgezeigt.

Destillatprobe	nach 48h Trocknung
	[%]
4.1	56,11
4.2	70,73
4.3	76,63
4.4	56,79
4.5	83,31
x	68,71
5.1	48,70
5.2	59,46
5.3	60,99
5.4	67,77
5.5	56,88
x	58,76
7.1	39,91
7.2	48,93
7.3	40,49
7.4	43,85
7.5	36,09
x	41,86

Tabelle 12: Ermittelte Polymerisationsgrade der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1). Als Standard wird der jeweilige nicht belichtete Zustand (nach 48h Trocknung) der Destillatproben hinterlegt und auf die belichteten Destillatproben angewendet.

⁶http://weilburgergraphics.eu/files/active/0/Vortrag_Dr_Juergen_Stropp.pdf



Abbildung 20: Belichtete, ausgewaschen und getrocknete Destillatplatte mit Schriftzug

11. Bewertung

Die aus recyceltem Fotopolymer hergestellten Destillatplattenchargen (DPC) der Firma FlexoArt wurden von der BUW zu folgenden Kriterien untersucht und bewertet:

- Restlösemittelanteil,
- Mechanische Eigenschaften,
 - Shore-Härte
 - Elastisches und viskoses Verhalten
- Oberflächeneigenschaften,
 - Visuelles Erscheinungsbild
 - Kontaktwinkelmessungen
 - Mikroskopische Untersuchungen mit 3D-Laserscanning Mikroskop
- Chemische Restaktivität

Von allen untersuchten Proben wurden Sichtprotokolle zur Dokumentation der ermittelten Messdaten angefertigt, ausgewertet und interpretiert. Die identischen Messmethoden wurden soweit einsetzbar ebenso für die Referenzproben bestehend aus Flexodruckplatten (RFP) angewendet.

11.1. Bewertung des Lösemiteleinflusses von Destillatplattenchargen

11.1.1. Vorbemerkung

Der Restlösemittelanteil der Destillatproben wurde gravimetrisch ermittelt. Dabei wurden die Messungen zu festen Trocknungszeiten und Trocknungsbedingungen durchgeführt.

11.1.2. Restlösemittelanteil - Ergebnisse

Die Wägungen der ungetrockneten und unbelichteten konfektionierten Destillatproben weisen ein minimales und maximales Probengewicht von 3,94g und 9,64g über alle DPC auf. Im Mittel besaßen die Destillatproben ein Probengewicht von 7,1 g, sodass davon ausgehend eine Abweichung von ± 3 g und eine Standardabweichung von 1,28g für die Destillatproben festgestellt werden konnte. Die Schwankungsbreite der ungetrockneten und unbelichteten Destillatproben beträgt somit ca. 40%. Innerhalb der einzelnen DPC lag die Schwankungsbreite der Probengewichte (max. Probengewicht - min. Probengewicht) im Minimum bei 0,27g (DPC 1) und im Maximum bei 2,66g (DPC 2).

Da alle Destillatproben durch die Konfektionierung einen identischen Durchmesser aufweisen, sind die Gewichtsschwankungen auf Schichtdickenunterschiede zurückzuführen. Die Destillatproben im ungetrockneten und unbelichteten Zustand enthielten einen max. Restlösemittelanteil von 39%. Nach 48h Trocknungszeit und einer Trocknungstemperatur von 60°C war kein weiterer Lösemittelaustrieb nachweisbar.

Alle ermittelten Restlösemittelanteile beziehen sich auf den Trocknungszustand nach 48h (m_{48}). Der Schwankungsbereich des Restlösemittelanteils über alle DPC lag zwischen 31% und 38%.

Nach 1h-iger Trocknung waren zwischen 11% und 19%, nach 3h-iger Trocknung zwischen 16% und 27%, nach 24h-iger Trocknung zwischen 29% und 37% des Restlösemittels Flexosol-i aus den Destillatproben (Ausgangszustand: m_0) ausgetrieben.

Die Wägedifferenz (m_{24}/m_{48}) zeigt im Mittel einen geringen Restlösemittelaustrieb zwischen 1,3% und 1,7% auf. Aufgrund der geringen Lösemittelverdunstung nach 48h Trocknungszeit wurden die Destillatproben max. 48h getrocknet.

Der oben beschriebene Trocknungsprozess bezieht sich auf das Lösungsmittel Flexosol-i. Aussagen über das Lösungsmittel Flexosol-x können nicht adäquat getroffen werden, da alle Destillatproben mit Flexosol-x ausschließlich im Zustand 3h getrocknet und belichtet vorlagen. Es ist davon auszugehen, dass die gewonnenen Erkenntnisse bezüglich des Trocknungsverhaltens und des Belichtungsprozesses nur bedingt übertragbar sind.

11.2. Bewertung der mechanischen Eigenschaften der Destillatplattenchargen

11.2.1. Vorbemerkungen

Die im Projektablaufplan aufgeführten mechanischen Untersuchungen mittels Zugprüfungen und Kompressibilitätsmessungen ließen aufgrund der zahlreichen Oberflächendefekte keine reproduzierbaren Ergebnisse erwarten. Stattdessen wurden als alternative Messmethode Shore-Härte-Messungen durchgeführt, die aufgrund der Messnorm geringere Empfindlichkeiten gegenüber Oberflächendefekten besitzen. Insbesondere wurde aufgrund der Weichheit der Materialien auf die Shore-Härte 000-Messung zurückgegriffen. Zwecks Erzielung erweiterter Erkenntnisse wurden Messungen des Fließverhaltens mittels Rheometermessungen durchgeführt. Die Rheometermessungen erlauben Rückschlüsse über das elastische Verhalten (Speichermodul) als auch über das Dämpfungsverhalten (Verlustmodul), auch viskoses Verhalten genannt. Beide Eigenschaften werden auch als viskoelastisches Verhalten bezeichnet. Neben der direkten Ermittlungen der Messwerte pro Charge, können durch Vergleiche der Messungen auch Rückschlüsse über die Homogenität der Proben innerhalb einer Charge als auch von Charge zu Charge vorgenommen werden. Für die Vermessungen der Messproben am Rheometer musste zuvor eine spezifische Auswahl von Messprogrammen qualifiziert werden. Rheometermessungen bei verschiedenen Temperaturen konnten aufgrund der schnellen irreversiblen Verblockung des Destillationsrückstands nicht durchgeführt werden.

11.2.2. Shore-Härte-000 Ergebnisse

Die Shore-Härte 000 Messungen zeigen die hohe Belastungsempfindlichkeit der DPC im Zustand 1 (ungetrocknet und unbelichtet) auf.

48h getrocknete Destillatproben und 48h getrocknete Destillatproben mit anschließender Belichtung weisen nach 15 s Belastungszeit vergleichbare Shore-Härte 000-Ergebnisse auf. Für die 48h getrockneten Destillatproben wurden Härten zwischen 74 Shore 000 und 86 Shore 000 und für 48h getrocknete und belichtete Destillatproben Härten zwischen 73 Shore 000 und 86,5 Shore 000 festgestellt.

Die Proben, die bei der Firma FlexoArt getrocknet und belichtet wurden, konnten entsprechend der Norm aufgrund ihrer haftfesten Verbindung zum Trägermaterial nicht ausgewertet werden. Auch der Einfluss der unterschiedlichen Trägermaterialien dieser Proben auf die Messergebnisse ist sehr groß, sodass keine belastenden Messergebnisse gefunden werden konnten.

11.2.3. Rheometer Messungen - Ergebnisse

Es konnte eine sehr gute Korrelation zwischen Restlösemittelanteil und den ermittelten Unterschieden in den viskoelastischen Eigenschaften, d.h. Verlauf und Höhe der Speicher- und Verlustmodule gefunden werden.

Die Unterschiede der DPC und deren Trocknungszuständen sind besonders in den elastischen Eigenschaften (Speichermodulen) zu erkennen und zeigen reproduzierbare typische Werte nach Tab. 6. Dies trifft auch auf die Referenz-Flexodruckplatten zu (Tab. 8).

Bei hohen Lösemittelanteilen, also vor der Trocknung, dominiert das vorhandene Lösemittel offenbar die viskoelastischen Eigenschaften der Destillatproben. Je mehr Restlösemittel (RLM) ausgetrieben wird, desto stärker werden die Schwankungen der elastischen und viskosen Eigenschaften innerhalb der untersuchten Chargen als auch von Charge zu Charge. Die RFP zeigen signifikant höhere Speicher- und Verlustmodule als die untersuchten DPC nach Trocknung und Belichtung auf. Zudem sind die Schwankungen der Messwerte für die RFP gering. Aufgrund der deutlich höheren Schwankungen der DPC im Vergleich zu den RFP muss von einer starken Inhomogenität von Charge zu Charge der DPC ausgegangen werden.

Ein Vergleich zwischen Destillatplatten unter Verwendung der Lösemittel Flexosol- i und Flexosol- x kann nicht direkt erfolgen, da Belichtungsparameter, Trocknungszeiten und Lösemittel geändert wurden.

11.3. Bewertung der Oberflächeneigenschaften der Destillatplattenchargen

11.3.1. Vorbemerkungen

Alle Proben wurden einer visuellen qualitativen Prüfung unterzogen. Die Ergebnisse wurden durch Fotografien (Anhang 12) dokumentiert.

Zur quantitativen Untersuchung der Oberflächeneigenschaften wurden weiterhin zum

einen Kontaktwinkelmessungen durchgeführt und zum anderen mittels konfokalem 3D-Laserscanning-Mikroskop die Oberflächengüte ermittelt. Als Maßzahl für die Oberflächengüte wurden die Rauheitsparameter S_a , S_{tr} und S_{dr} verwendet. Die Kontaktwinkelmessungen wurden mit Diiodmethan durchgeführt, da mit dest. Wasser als Testflüssigkeit der Kontaktwinkel nicht detektierbar war. Nach einer Recherche wird für Kontaktwinkelmessungen bei Flexoplattenherstellern häufig die Testflüssigkeit Diiodmethan eingesetzt und deshalb auch für diese Untersuchungen verwendet.

11.3.2. Visuelles Erscheinungsbild - Ergebnisse

Das visuelle Erscheinungsbild der DPC wurde stark von den Bedingungen beeinflusst, die aufgrund der Transportverpackungen und Transportbedingungen entstanden. Leider war dadurch das visuelle Erscheinungsbild teilweise nur eingeschränkt beurteilbar. Die Dokumentation zeigt insbesondere häufiger entstandene Oberflächendefekte auf nicht belichteten Proben, die das Erscheinungsbild dominierten. Durch Optimierung der Randbedingungen auf Seiten der Firma FlexoArt konnte die verwendete Verpackungseinheit optimiert und die Einflüsse minimiert werden.

Die kontinuierliche Verbesserung des Destillatplattenherstellungsprozesses während des Projektes und die Anpassung des Destillatplattenzustands auf den Zustand 2 (3h-ige Trocknung der DPC mit anschließender Belichtung) bestätigt die prinzipielle Eignung des Destillationsrückstands zur Erzeugung von Lackplatten.

Die Muster weisen zum Teil eine glänzende Oberfläche auf, die auf eine stark gerichtete Lichtreflexion schließen lässt. Das wiederum lässt auf eine niedrige Rauigkeit der Oberflächen schließen.

11.3.3. Kontaktwinkelmessung - Ergebnisse

Die Kontaktwinkelmessungen zeigen bei den DPC eine tendenzielle Erhöhung des Kontaktwinkels mit aufsteigendem Trocknungszustand (2-5). Die Kontaktwinkel werden durch den Belichtungsvorgang nochmals erhöht (Tab. 10).

Aufgrund des festgestellten Einflusses von Belichtung und Trocknung können Vergleiche zwischen verschiedenen Plattenmaterialien nur bedingt gezogen werden.

Die RFP weisen Kontaktwinkel zwischen 49° und 69° auf. Dieser Bereich wird als Vergleichswert für die Beurteilung der Benetzungseigenschaften der Destillatplatten herangezogen. Die ermittelten Kontaktwinkel der Destillatproben 48h und belichtet lagen im Bereich 54° und 60° . Damit zeigen die DPC-Proben ein Benetzungsverhalten, das dem der Referenz-Flexodruckplatten sehr ähnlich ist.

Die Ergebnisse zeigen außerdem, dass die Destillatplatten möglichst weitgehend getrocknet werden sollten, damit die DPC RFP-ähnliche Benetzungseigenschaften aufweisen können.

Die Kontaktwinkelmessergebnisse der DPC mit Flexosol-i (3h-ig getrocknet und belichtet) liegen **unterhalb** des oben genannten Kontaktwinkelbereichs der RFP. Die für die Kontaktwinkelmessung eingesetzte Testflüssigkeit Diiodmethan benetzt diese DPC also besser als die RFP.

Die Kontaktwinkelmessergebnisse der DPC mit Flexosol-x (3h-ig getrocknet und belichtet) zeigen Kontaktwinkel, die **über** denen der RFP liegen, d.h. die Testflüssigkeit Diiodmethan zeigt einen höheren Kontaktwinkel von 70° und somit schlechtere Benetzungseigenschaften auf als bei den DPC mit Flexosol-i.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Benetzungseigenschaften der DPC unter der Verwendung der Lösemittel Flexosol-x und Flexosol-i unterschiedlich sind. Welche Auswirkungen diese Randwinkeldifferenzen auf den späteren Verwendungszweck als Lackplatte haben muss überprüft werden.

11.3.4. 3D-Laserscanning-Mikroskop - Ergebnisse

Die Untersuchung der Oberflächengüte der DPC 12 bis 14 (3h-ig getrocknet und belichtet, Flexosol-i), der DPC 15 (3h-ig getrocknet und belichtet, Flexosol-x) und der RFP 10 und 11, mit Hilfe der Rauheitsparameter S_a , Sdr und Str bestätigen die Vergleichbarkeit dieser Platten untereinander (Tab. 11). Die Messergebnisse der DPC im Vergleich zu den RFP zeigen damit die tendenzielle Eignung der Destillationsrückstände zur Erzeugung von Lackplatten auf.

Die RFP weisen S_a -Werte zwischen $0,06\mu\text{m}$ und $0,17\mu\text{m}$, Sdr-Werte zwischen $0,02\%$ und $0,07\%$ und Str-Werte zwischen $0,70\mu\text{m}$ und $0,83\mu\text{m}$ auf.

Die Rauheitsparameter der DPC 15 liegen in dem Bereich der RFP-Rauheitswerte.

Die Str-Werte der DPC 12 bis 14, im Bereich $0,30\mu\text{m}$ - $0,63\mu\text{m}$, zeigen, dass diese untersuchten Proben sogar eine gleichförmigere Oberflächentextur aufweisen als die der RFP. Die ermittelten Sdr-Werte für die DPC 12 bis 14 zeigen aber auf, dass die Proben eine variierende Oberflächenvergrößerung ($0,005\%$ - $0,13\%$) im Vergleich zu den RFP aufweisen. Das heißt, es muss damit gerechnet werden, dass mit den hergestellten Destillatplatten unter der Verwendung des Lösemittels Flexosol-i die Übertragung der Lackmenge variiert.

11.4. Bewertung der chemischen Restreaktivität

11.4.1. Vorbemerkung

Durch die Bestimmung des Polymerisationsgrades kann die Restreaktivität der DPC (ungetrocknet und unbelichtet) nachgewiesen werden. Zum Einsatz kam eine konventionelle FTIR-Messmethode, die den Polymerisationsgrad an der Oberfläche erfasst. Der Doppelbindungsumsatz beschreibt die Bildung von C-C-Doppelbindungen während der Belichtung. Ein hoher Doppelbindungsumsatz entspricht dabei einem hohen Polymerisationsgrad. Zum Nachweis der Restreaktivität werden die Destillatproben der DPC (Chargennummer 4, 5, 7) mittels des ATR/FTIR Messgerätes auf ihre spezifischen Absorptionsspektren untersucht. Die Auswertungsmethodik erlaubt die quantitative Bestimmung des Doppelbindungsumsatz bzw. des Polymerisationsgrads.

Untersucht wurden die Destillatproben der DPC 4, 5, 7 nach 48h-iger Trocknung im unbelichteten und belichtetem Zustand.

11.4.2. Chemische Restreaktivität - Ergebnisse

Die Doppelbindungsumsätze der Destillatproben lagen zwischen 40% und 70%.

Die Polymerisationsgrade der belichteten Proben schwanken also stark von Charge zu Charge. Diese Ergebnisse sind klare Indikatoren für die Schwankungen.

Ein möglicher störender Einfluss kann die LAMS-Schicht sein, da von dieser unterschiedliche Anteile im Destillationsrückstand a) zu erwarten sind und b) ein hoher Einfluss, aufgrund der Absorptionseigenschaften der Schichtanteile, zu erwarten sind. Der Einfluss der LAMS-Schicht auf die Restreaktivität der Destillatprobe kann zum jetzigen Zeitpunkt nicht abschließend bestimmt werden.

Die vorangegangene Literaturrecherche lieferte lediglich Polymerisationsgrade von UV-Lacken. Die Empfehlung spricht von Polymerisationsgraden von größer 85 % für eine „gute“ Aushärtung. Deshalb empfiehlt die BUW vorerst diese Polymerisationsgradeinstellungen als Benchmark zu verwenden (Kap. 10.2).

12. Anhang 1: Bildnachweise aus Sichtprotokollen



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

Abbildung 21: Aufgetretene Oberflächendefekte (Zustand 1): (a) DPC 2, (b) DPC 3
(c) DPC 4, (d) DPC 5, (e) DPC 6, (f) DPC 7

13. Anhang 2: Wägungsergebnisse

DPC- Zustand 1	Trocknungszustand				
	m ₀	m ₁	m ₃	m ₂₄	m ₄₈
	[g]	[g]	[g]	[g]	[g]
1.1	7,92	7,01	-	5,38	5,26
1.2	8,13	7,19	-	5,49	5,37
1.3	8,19	7,21	-	5,52	5,39
2.1	9,64	8,68	-	6,63	-
2.2	7,17	6,27	-	4,89	-
2.3	6,98	5,95	-	4,70	-
3.1	6,60	5,64	5,01	4,49	4,39
3.2	4,90	4,02	3,61	3,32	3,25
3.3	3,97	3,09	2,84	2,66	2,61
4.1	7,45	6,37	5,46	4,81	4,70
4.2	7,98	6,82	5,91	5,11	5,00
4.3	7,68	6,52	5,59	4,85	4,74
5.1	6,77	5,93	5,20	4,68	4,57
5.2	7,70	6,90	6,06	5,33	5,21
5.3	7,01	6,24	5,47	5,88	4,76
7.1	8,80	8,03	7,39	6,18	6,06
7.2	7,37	6,89	6,12	5,19	5,09
7.3	7,15	6,64	5,92	5,03	4,94
9.1	9,28	8,50	7,70	-	6,40
9.2	8,42	7,71	6,99	-	5,91
9.3	8,60	7,85	7,14-	-	6,01

Tabelle 13: Gewichtsabnahme der untersuchten DPC-Destillatproben in g (Ø80 mm) über verschiedene Trocknungszeiten bei 60°C

DPC	Trocknungszustand					Differenz	Differenz	Differenz
Zustand 1	m ₀	m ₁	m ₃	m ₂₄	m ₄₈	m ₃ /m ₁	m ₂₄ /m ₃	m ₄₈ /m ₂₄
	[g]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]
1.1	7,92	11,49	-	32,07	33,59	-	-	1,52
1.2	8,13	11,56	-	32,47	33,95	-	-	1,48
1.3	8,19	11,97	-	32,60	34,19	-	-	1,59
2.1	9,64	9,96	-	31,22	-	-	-	-
2.2	7,17	12,55	-	31,80	-	-	-	-
2.3	6,98	14,76	-	32,66	-	-	-	-
3.1	6,60	14,55	24,09	31,97	33,48	9,54	7,88	1,52
3.2	4,90	17,96	26,33	32,24	33,67	6,13	8,15	1,43
3.3	3,97	22,17	28,46	33,00	34,26	4,16	6,67	1,26
4.1	7,45	14,50	26,71	35,44	36,91	13,96	6,98	1,48
4.2	7,98	14,54	25,94	35,96	37,34	12,17	9,25	1,38
4.3	7,68	15,10	27,21	36,85	38,28	10,84	10,91	1,43
5.1	6,77	12,41	23,19	30,87	32,50	14,8	3,66	1,62
5.2	7,70	10,39	21,30	30,78	32,34	12,8	7,59	1,56
5.3	7,01	10,98	21,97	30,39	32,10	10,32	9,09	1,71
7.1	8,80	8,75	16,02	29,77	31,14	13,22	7,80	1,36
7.2	7,37	6,51	16,96	29,58	30,94	9,51	13,56	1,36
7.3	7,15	7,13	17,20	29,65	30,91	9,86	12,69	1,26
9.1	9,28	8,41	17,03	-	31,03	-	-	-
9.2	8,42	8,43	16,98	-	29,81	-	-	-
9.3	8,60	8,72	16,98	-	30,12	-	-	-

Tabelle 14: Ermittelte Restlösemittelabnahme in % der Destillatproben (Ø80 mm) im Zustand 1 der DPC 1, 2, 3, 4, 5, 7 über definierte Trocknungszeiten bei 60°C

14. Anhang 3: Rheologische Messdaten

Destillat- probe	Rheologische Auswertung Rohzustand DPC 3, 4, 5, 7, 9							
	LIMIT LVER		Proposal			Ergebnisfeld - Fließpunkt		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'	Scherdef.	τ	G'
3.1	0,0267	46222	0,01	491,74	46965	1,51	25522	12017
3.2	0,0468	45365	0,01	484,61	46563	1,47	24689	11884
3.3	0,0518	45773	0,01	489,51	47006	1,43	24142	12012
3.4	0,0346	46692	0,01	492,64	47302	1,48	25036	12039
3.5	0,0728	54083	0,05	2694,1	53538	2,31	6510,6	2005,3
4.1	0,0001	37277	0,00005	1,5933	28402	1,200	18190	10737
4.2	0,0154	35457	0,01	396,22	36273	1,180	18650	11150
4.3	0,0092	36212	0,005	199,81	36522	1,150	18798	11542
4.4	0,0003	29702	0,0001	3,3678	29166	0,0399	1092,5	19344
4.5	0,0002	29456	0,0001	3,3571	29571	0,0199	544,14	19316
5.1	0,0853	52749	0,05	2842,8	53537	1,28	27671	15390
5.2	0,0712	54340	0,05	2883,6	54680	1,28	27786	15472
5.3	0,134	53171	0,1	5739,8	54224	1,29	27961	15437
5.4	0,0769	54477	0,05	2917,1	55139	1,29	27729	15345
5.5	0,0664	56972	0,05	3034,1	57448	1,39	30623	15544
7.1	0,0721	48263	0,05	2609,3	48790	1,29	23896	13110
7.2	0,133	47096	0,1	5095,2	48063	1,38	25135	12966
7.3	0,115	46018	0,05	2502,9	47278	1,3	23467	12788
7.4	0,111	47013	0,05	2585,3	48836	1,34	25261	13348
7.5	0,134	47583	0,1	5156,6	48632	1,34	24794	13106
9.1	0,123	51203	0,05	2778,3	52972	1,46	28005	13644
9.2	0,113	54236	0,05	2909,1	55655	1,32	26997	14580
9.3	0,0864	53937	0,05	2863,6	54724	1,44	27938	13812
9.4	0,0739	55181	0,05	2931,9	55793	1,32	27042	14638
9.5	0,092	53957	0,05	2884,3	54878	1,34	26788	14299

Tabelle 15: Rheometer Auswertung der DPC 3 ,4, 5, 7, 9 (Zustand 1) im Rohzustand hinsichtlich Limit LVER, LVE-Vorschlag und Fließpunkt

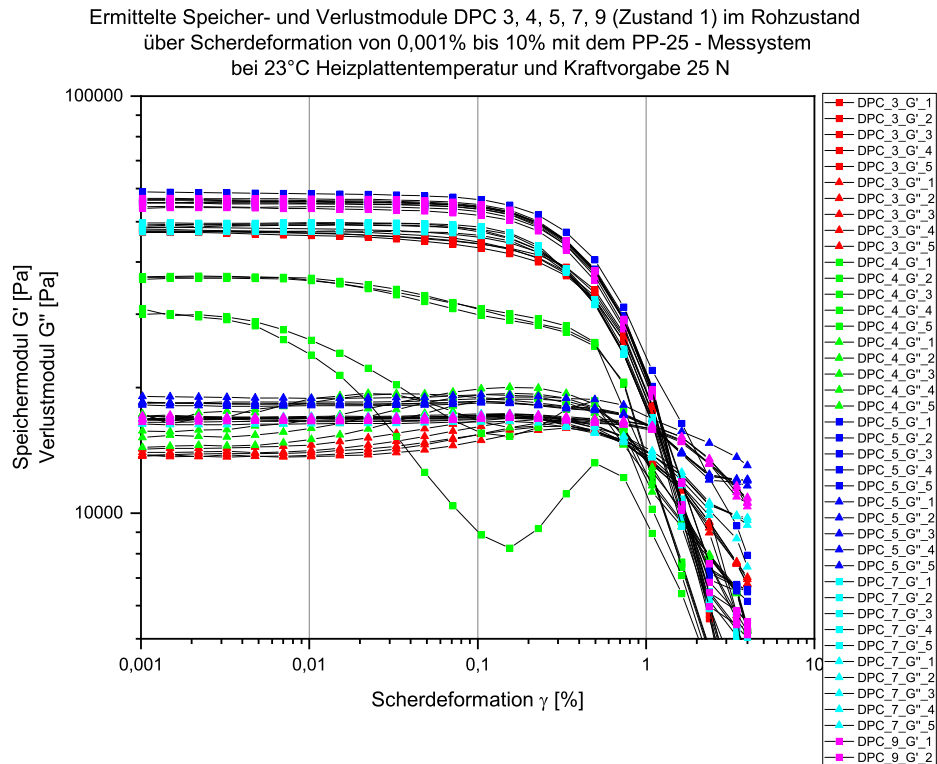


Abbildung 22: Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 im Rohzustand

Destillat- probe	Rheologische Auswertung nach 3h Trocknung DPC 3, 4, 5, 7, 9				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
3.1	0,141	97795	0,1	10303	100470
3.2	0,11	131550	0,05	6833,2	134170
3.3	0,0972	151220	0,05	7823,3	153770
3.4	0,0609	86102	0,01	894,99	88421
3.5	0,0733	85805	0,05	4391,8	86423
4.1	0,086	71438	0,05	3688,5	72407
4.2	0,0891	113190	0,05	5904,4	115120
4.3	0,112	140690	0,05	7353,8	144460
4.4	0,0902	112620	0,05	5890,1	114600
4.5	0,111	93640	0,05	4836,5	95170
5.1	0,0882	160230	0,05	8275,4	162670
5.2	0,0773	165480	0,05	8490,5	167090
5.3	0,113	146410	0,05	7672,7	150660
5.4	0,118	162770	0,05	8520,9	167570
5.5	0,0869	1,2044E+05	0,05	6196,7	1,2176E+05
7.1	0,0715	139000	0,05	7154,9	140000
7.2	0,0846	140000	0,05	7238,9	142000
7.3	0,0801	120000	0,05	6257,6	122000
7.4	0,0896	1,2239E+05	0,05	6383,5	1,2438E+05
7.5	0,0878	1,2531E+05	0,05	6517,9	1,2707E+05
9.1	0,0758	119020	0,05	6183,5	120530
9.2	0,0844	135660	0,05	6987,3	137550
9.3	0,107	132330	0,05	6903,7	135810
9.4	0,0806	105910	0,05	5507,9	107470
9.5	0,0856	1,3299E+05	0,05	6893,8	1,3496E+05

Tabelle 16: Rheometer Auswertung der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) nach 3h Trocknung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag

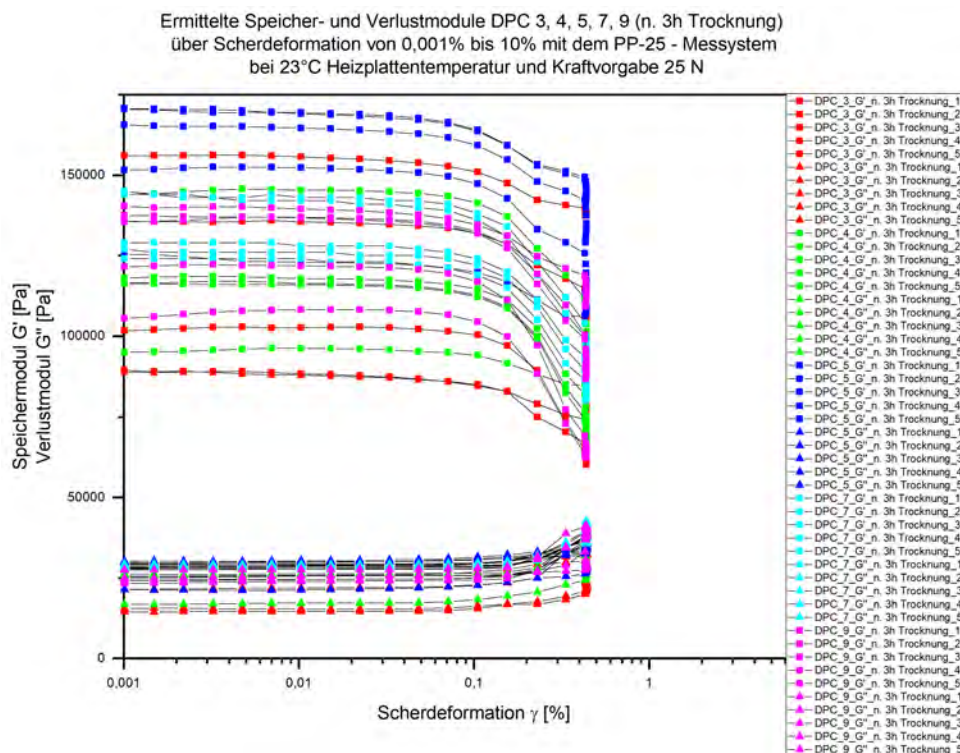


Abbildung 23: Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 3h Trocknung

Destillat- probe	Rheologische Auswertung nach 48h Trocknung DPC 3, 4, 5, 7, 9				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
3.1	0,111	103290	0,05	5304,2	104410
3.2	0,0807	167360	0,05	8570,2	169460
3.3	0,21	0	0,1	15848	155290
3.4	0,0891	96488	0,05	4955,9	97643
3.5	0,1	75409	0,05	3860,6	76403
4.1	0,0667	133440	0,05	6838,7	134470
4.2	0,121	150720	0,05	7993,5	156940
4.3	0,0772	191810	0,05	9878,2	194030
4.4	0,0993	185140	0,05	9603,9	188100
4.5	0,079	141890	0,05	7318,4	143660
5.1	0,0829	210190	0,05	10894	212940
5.2	0,0838	201940	0,05	10398	204440
5.3	0,097	184780	0,05	9526,9	187680
5.4	0,0726	177970	0,05	9134,9	179920
5.5	0,0124	1,6604E+05	0,005	845,15	1,6684E+05
7.1	0,112	188590	0,05	9690,6	191180
7.2	0,0879	171630	0,05	8779,7	174060
7.3	0,0954	206820	0,05	10626	210010
7.4	0,157	0	0,1	20932	206140
7.5	0,0843	1,9752E+05	0,05	10176	2,0017E+05
9.1	0,0834	230430	0,05	11898	234450
9.2	0,0688	249620	0,05	12812	251850
9.3	0,0399	242560	0,01	2500	248280
9.4	0,0633	243850	0,05	12482	245590
9.5	0,0781	2,0064E+05	0,05	10303	2,0302E+05

Tabelle 17: Rheometer Auswertung der DPC 3, 4, 5, 7, 9 (Zustand 1) nach 48h Trocknung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag

Ermittelte Speicher- und Verlustmodule DPC 3, 4, 5, 7 (n. 48h Trocknung) mit augetragener Standabweichung über Scherdeformation von 0,001% bis 10% mit dem PP-25 - Messsystem bei 23°C Heizplattentemperatur und Kraftvorgabe 25 N

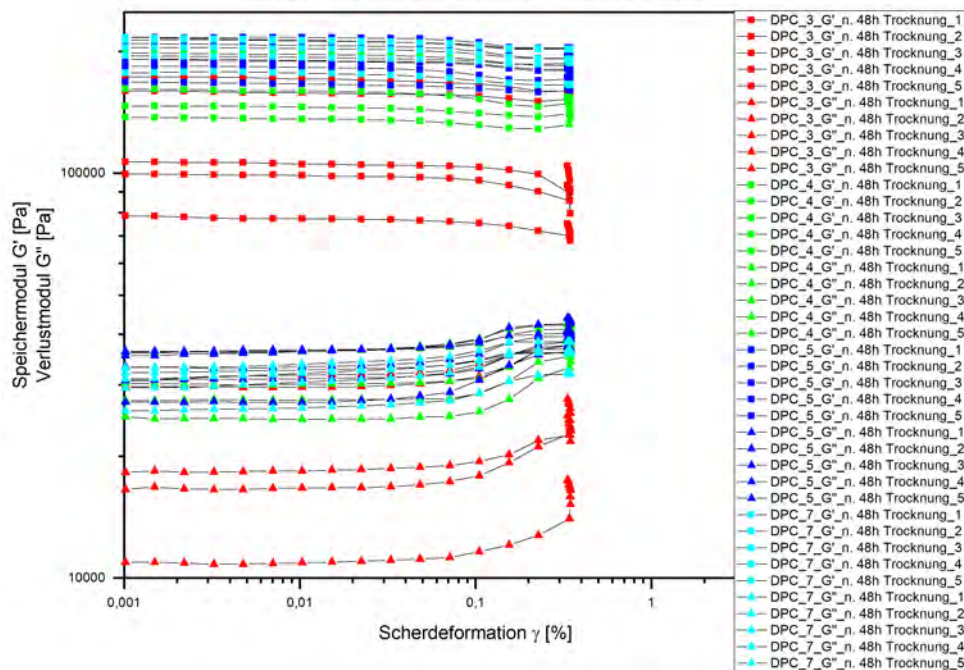


Abbildung 24: Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 48h Trocknung

Destillat- probe	Rheologische Auswertung nach Belichtung DPC 4, 5, 7, 9				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
4.1	0,0756	189430	0,05	9742	191530
4.2	0,0864	161780	0,05	8331,3	163380
4.3	0,0893	129140	0,05	6749,3	132970
4.4	0,0897	212830	0,05	10975	215250
4.5	0,122	184920	0,05	9902,1	192540
5.1	0,0609	184680	0,01	1920,6	189360
5.2	0,15	0	0,1	22259	218460
5.3	0,105	130970	0,05	6872,8	135470
5.4	0,114	215440	0,05	11375	223790
5.5	0,119	2,1801E+05	0,05	11456	2,2552E+05
7.1	0,0677	2,3374E+05	0,05	11913	2,3576E+05
7.2	0,0788	252020	0,05	12906	255060
7.3	0,0771	258550	0,05	13253	261540
7.4	0,0646	213440	0,05	10918	215060
7.5	0,106	2,3508E+05	0,05	12170	2,4047E+05
9.1	0,0834	230430	0,05	11898	234450
9.2	0,0688	249620	0,05	12812	251850
9.3	0,0399	242560	0,01	2500	248280
9.4	0,0633	243850	0,05	12482	245590
9.5	0,122	1,9699E+05	0,05	10399	2,0457E+05

Tabelle 18: Rheometer Auswertung der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag

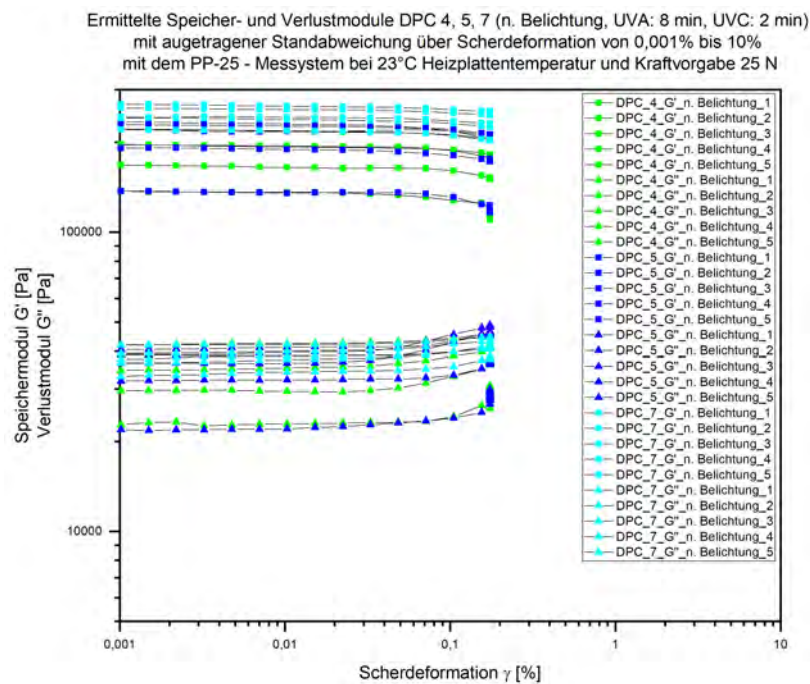


Abbildung 25: Ermittelte Speicher- und Verlustmodule der DPC 4, 5, 7 nach Belichtung UVA: 8 min, UVC: 2 min

DPC	Scherdeformation	Speichermodul G' (\bar{x})	Verlustmodul G'' (\bar{x})
(Rohzustand)		[Pa]	[Pa]
3	0,0103	47117	14025
4	0,0103	31763	16997
5	0,0103	55905	18399
7	0,0103	48966	16828
9	0,0103	55493	16788

Tabelle 19: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 3, 4, 5, 7, 9 im Rohzustand bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

DPC	Scherdeformation	Speichermodul $G' (\bar{x})$	Verlustmodul $G'' (\bar{x})$
n. 3h Trocknung		[Pa]	[Pa]
3	0,0103	113986	21215
4	0,0103	118333	24416
5	0,0103	155720	28053
7	0,0103	132600	28618
9	0,0103	128598	25867

Tabelle 20: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 3, 4, 5, 7, 9 nach 3h-iger Trocknung bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

DPC	Scherdeformation	Speichermodul $G' (\bar{x})$	Verlustmodul $G'' (\bar{x})$
n. 48h Trocknung		[Pa]	[Pa]
3	0,0103	122092	21465
4	0,0103	165604	31004
5	0,0103	192414	32879
7	0,0103	199746	31055

Tabelle 21: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 3, 4, 5 und 7 nach 48h-iger Trocknung bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

DPC	Scherdeformation	Speichermodul $G' (\bar{x})$	Verlustmodul $G'' (\bar{x})$
n. Belichtung		[Pa]	[Pa]
4	0,0103	181128	33704
5	0,0103	199730	34317
7	0,0103	244170	38476

Tabelle 22: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 4, 5 und 7 nach 48h-iger Trocknung bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

Destillat- probe	Rheologische Auswertung nach 3h Trocknung und Belichtung (FlexoArt)				
	DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (UVA: 8 min UVC: 22 min)				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
7.1	0,107	211400	0,05	10952	215020
7.2	0,0791	239870	0,05	12246	242780
7.3	0,0433	248030	0,01	2553,5	254470
7.4	0,0788	229990	0,05	11782	232760
7.5					
8.1	0,108	186960	0,05	9937,4	196180
8.2	0,0769	240760	0,05	12284	243540
8.3	0,135	0	0,1	24380	240940
8.4	0,0571	173040	0,01	1795,2	177780
8.5					
9.1	0,0208	256890	0,01	2647,5	261890
9.2	0,0498	257960	0,01	2672,3	264250
9.3	0,0276	264460	0,01	2738,9	270620
9.4	0,0117	251240	0,005	1332,4	263350
9.5					
12.1	0,0373	212880	0,01	2195,3	218190
12.2	0,0235	265360	0,01	2754,5	272340
12.3	0,0582	271840	0,01	2807,9	279070
12.4	0,0341	263370	0,01	2760,5	271640
12.5	0,0171	149320	0,01	1568,5	155010
13.1	0,108	222430	0,05	11483	226250
13.2	0,136	0	0,1	24241	238850
13.3	0,0594	242080	0,01	2515,9	248650
13.4	0,139	0	0,1	23893	234580
13.5					
14.1	0,0957	0	0,05	17618	341490
14.2	0,106	0	0,05	16271	313670
14.3	0,00127	385610	0,001	399,47	387930
14.4	0,0477	309910	0,01	3422,3	332370
14.5					

Tabelle 23: Rheometer Auswertung der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 nach Belichtung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag definiert anhand des Speichermoduls und der Scherdeformation

Destillat- probe	Rheologische Auswertung nach 3h Trocknung und Belichtung (FlexoArt)				
	DPC 15 (UVA: 50 min UVC: 15 min)				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
15.1	0,0368	142210	0,01	1489,2	145640
15.2	0,226	0	0,1	15051	145540
15.3	0,16	136060	0,1	14426	139940
15.4	0,0278	149150	0,01	1550,2	152550
15.5					

Tabelle 24: Rheometer Auswertung der DPC 15 nach Belichtung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag definiert anhand des Speichermoduls und der Scherdeformation

DPC	Scherdeformation	Speichermodul G' (\bar{x})	Verlustmodul G'' (\bar{x})
n. 3h Trocknung		[Pa]	[Pa]
7	0,0103	230516	38132,2
8	0,0103	221164	34540,2
9	0,0103	264916	43887,4
12	0,0103	238594	38235,8
13	0,0103	225374	39960,8
14	0,0103	350216	89021,4
15	0,0103	150632	35274,8

Tabelle 25: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 und 15 nach 3h-iger Trocknung und Belichtung (FlexoArt) bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

Destillat- probe	Rheologische Auswertung Referenzplatten Zustand 3 (FlexoArt)				
	DPC 10 und 11				
	LIMIT LVER		Proposal		
	Scherdef.	G'	Scherdef.	τ	G'
10.1	0,000811	586680	0,0005	325,3	596680
10.2	0,00072	587510	0,0005	323,98	596560
10.3	0,0571	0	0,01	6103	552580
10.4	0,0584	0	0,01	6005,1	544850
10.5					
11.1	0,0505	528380	0,01	6051,3	551200
11.2	0,0274	570240	0,01	6415,8	583290
11.3	0,0275	542700	0,01	6143,2	555130
11.4	0,0579	0	0,01	5875,9	535870
11.5					

Tabelle 26: Rheometer Auswertung der DPC 10 und 11 (Zustand 3) nach Belichtung, Auswaschen und Trocknung hinsichtlich Limit LVER und LVE-Vorschlag definiert anhand des Speichermoduls und der Scherdeformation

RFP	Scherdeformation	Speichermodul G' (\bar{x})	Verlustmodul G'' (\bar{x})
		[Pa]	[Pa]
10	0,0103	524822	240528
11	0,0103	557592	258036

Tabelle 27: Gemittelte Speicher- und Verlustmodule (5 Messungen/DPC) der DPC 10 und 11 Zustand 3 bei einer Scherdeformation von 0,00103 %

15. Anhang 4: Kontaktwinkelmessungen

DPC-Zustand 1	min.	1. Quartil	Median	3. Quartil	max.
Rohzustand	[°]	[°]	[°]	[°]	[°]
3	27,2	28,3	28,7	29,5	31,0
4	29,9	32,6	34,7	37,2	42,7
5	33,5	35,0	36,5	39,6	41,3
7	32,3	32,9	33,8	34,6	36,8
9	25,0	25,7	26,3	26,6	28,2
Nach 3h Trocknung					
3	22,1	31,1	35,6	38,7	41,3
4	30,0	35,8	37,8	39,0	39,6
5	24,7	28,6	33,5	34,9	36,6
7	24,0	25,5	26,1	27,7	28,2
9	23,4	25,3	28,0	30,4	33,4
Nach 48h Trocknung					
3	37,2	39,1	43,2	44,8	46,2
4	46,0	47,3	47,7	48,4	49,9
5	45,8	47,3	48,3	48,7	50,5
7	40,5	43,0	44,1	45,0	46,4
Nach Belichtung					
4	44,6	54,3	57,1	60,7	63,2
5	50,7	52,7	54,3	55,9	57,8
7	57,7	59,1	59,6	60,0	61,3
RFP (Zustand 3)					
10	66,0	67,8	68,7	70,0	71,2
11	47,8	48,3	49,6	50,1	51,1
DPC (Zustand 2)					
7	36,7	38,8	39,7	41,0	43,4
8	37,3	40,1	41,0	41,2	44,3
9	44,6	46,6	47,8	49,4	52,0
12	45,8	46,7	48,1	50,2	51,0
13	45,7	46,1	47,4	48,7	49,7
14	44,1	45,2	46,2	47,2	49,7
DPC (Zustand 4)					
15	66,0	68,5	69,8	70,6	75,1

Tabelle 28: Auswertung Kontaktwinkel mit Testflüssigkeit Diiodmethan (1μ Tropfenvolumen) von fünf DPC (3, 4, 5, 7, 9) im Rohzustand, fünf DPC nach 3h Trocknung, vier DPC nach 48h Trocknung und drei DPC nach Belichtung (UVA: 8 min, UVC: 2 min), zwei RFP(Zustand 3) und sechs DPC (Zustand 2) und eine DPC (Zustand 4)

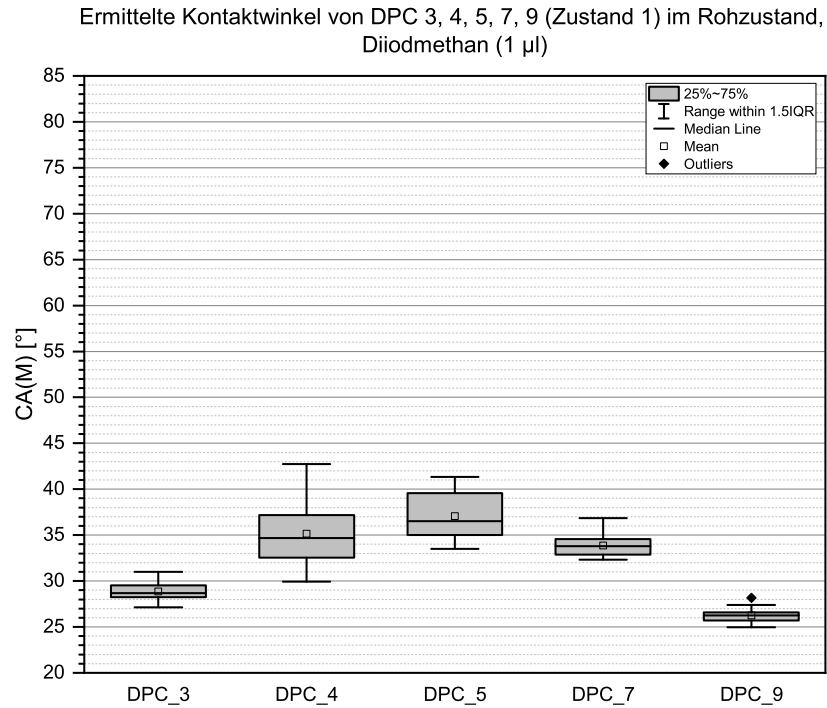


Abbildung 26: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames (entspricht 10 sek. bei einer Framerate von 10 fps) der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 (Zustand 1) im Rohzustand

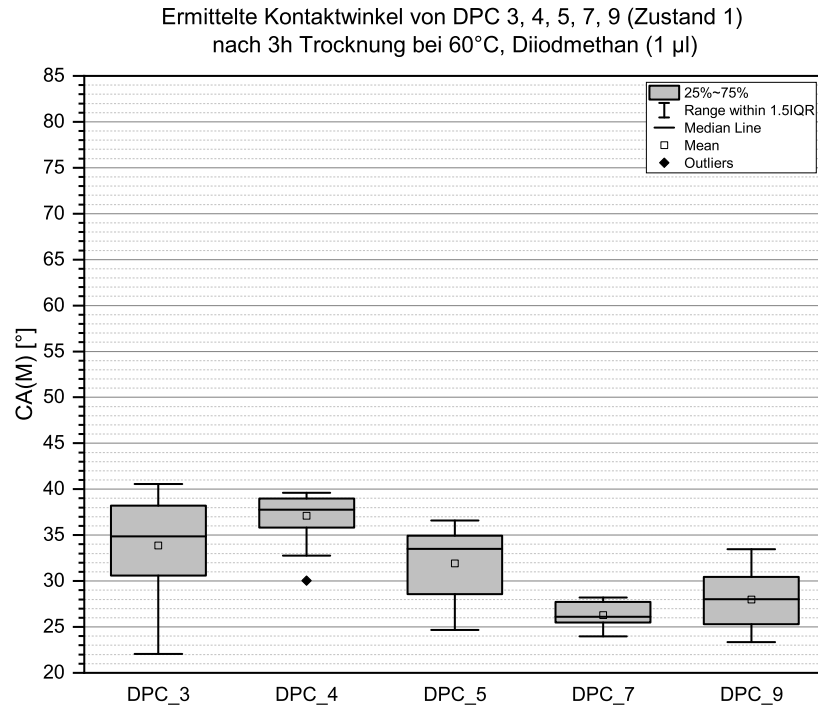


Abbildung 27: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames (entspricht 10 sek. bei einer Framerate von 10 fps) der DPC 3, 4, 5, 7 und 9 (Zustand 1) nach 3h Trocknung

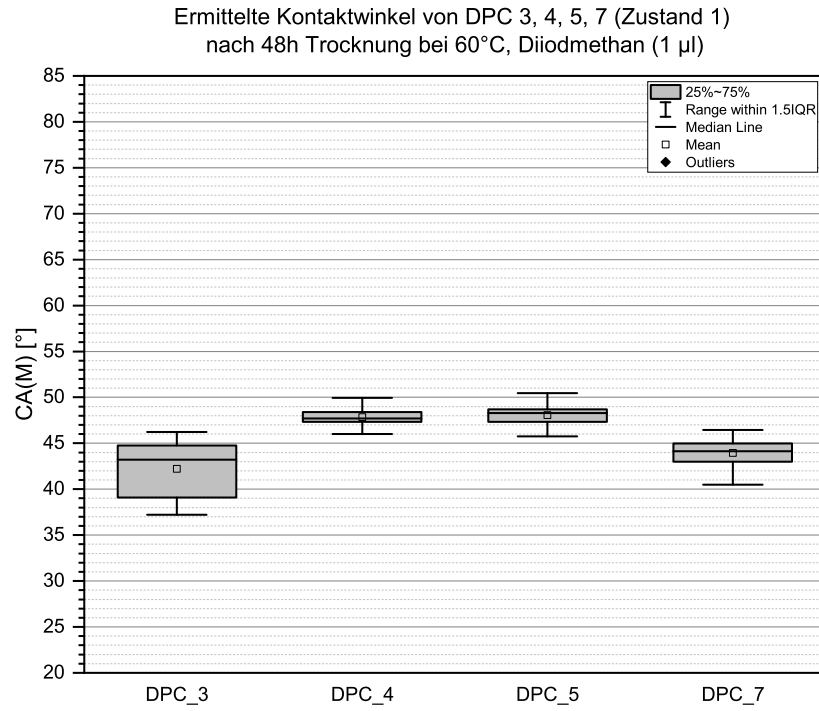


Abbildung 28: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames (entspricht 10 sek. bei einer Framerate von 10 fps) der DPC 3, 4, 5, 7 (Zustand 1) nach 48h Trocknung

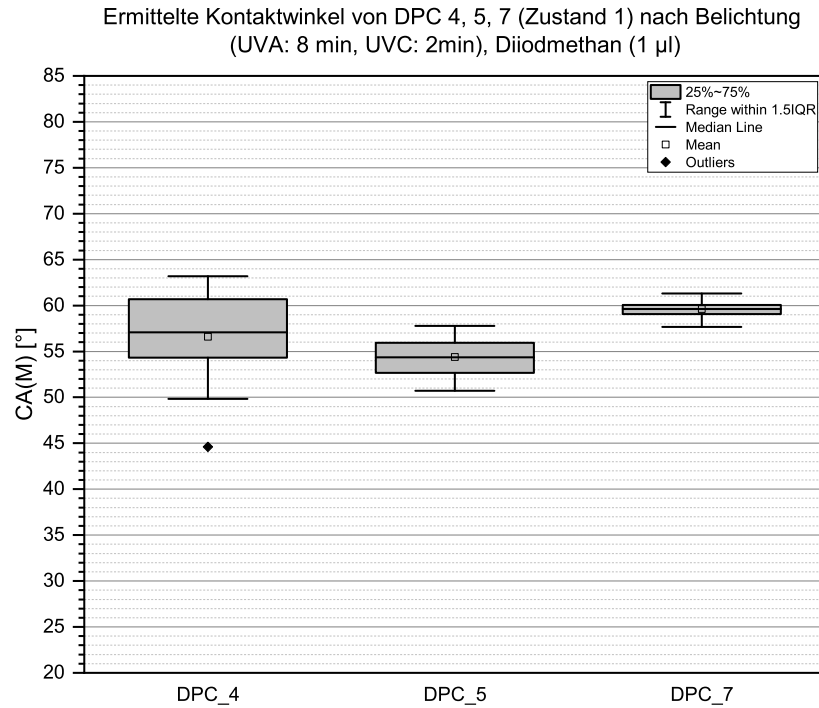


Abbildung 29: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 4, 5, 7 (Zustand 1) nach Belichtung

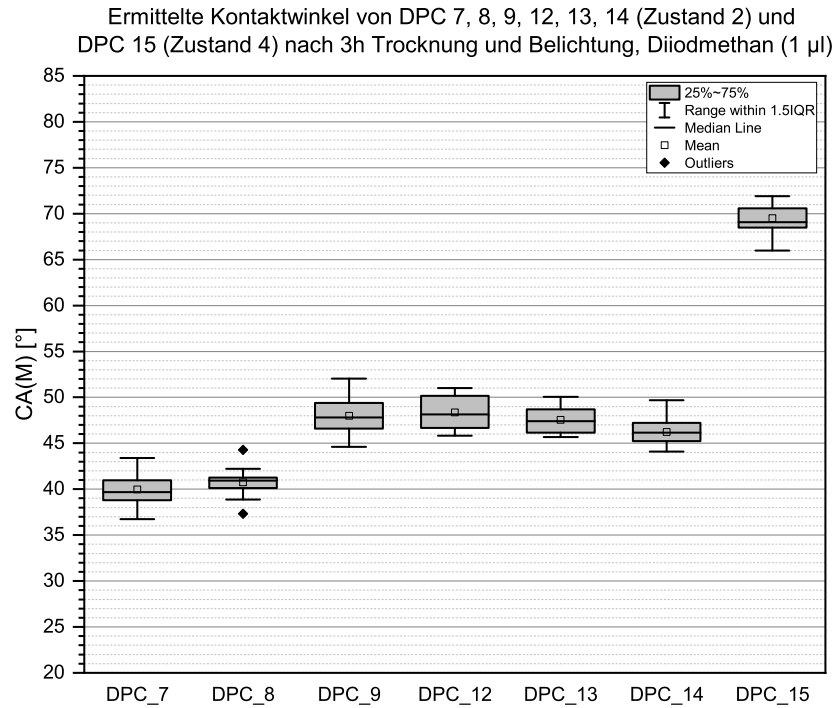


Abbildung 30: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 7, 8, 9, 12, 13, 14 (Zustand 2) und DPC 15 (Zustand 4) nach 3h Trocknung und Belichtung

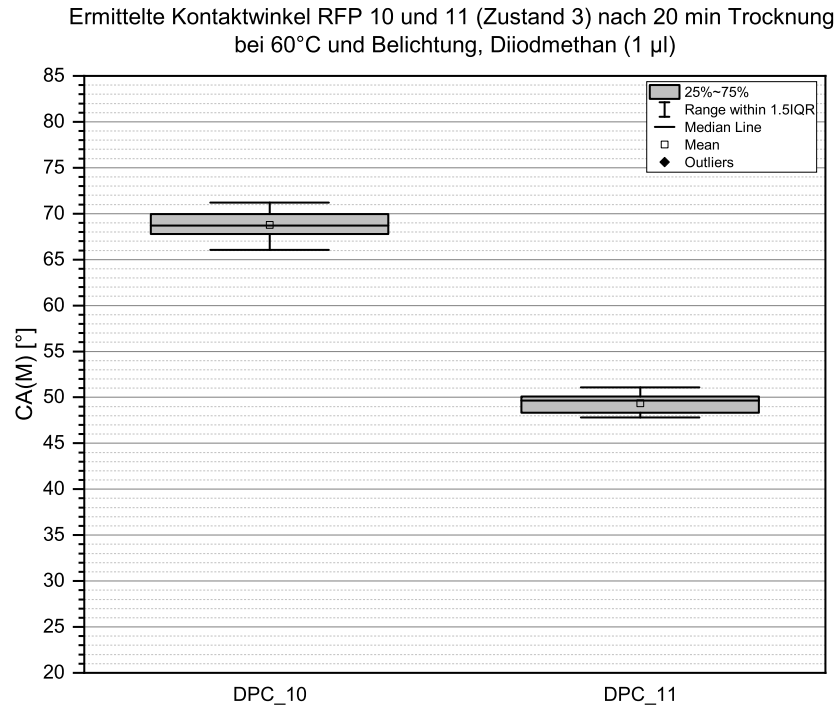


Abbildung 31: Boxplots über ermittelte Kontaktwinkel nach 100 Frames der DPC 10 und 11 (Zustand 3) nach Belichtung, Auswaschung und 20 min Trocknung

16. Anhang 5: Shore-Härte-Messungen

Destillat- probe	Rohzustand	N. 3h Trocknung	N.48h Trocknung	N.Belichtung
	[g]	[g]	[g]	[g]
3.1	7,16	4,44	11,44	-
3.2	7,40	4,88	7,68	-
3.3	6,74	5,11	9,63	-
4.1	10,22	6,38	6,09	5,88
4.2	9,96	7,18	5,98	6,14
4.3	10,61	7,79	5,92	6,24
5.1	8,97	7,12	6,65	6,59
5.2	9,57	7,20	6,69	6,95
5.3	9,39	7,36	7,08	6,26
7.1	10,92	7,83	5,77	5,58
7.2	10,41	8,07	6,30	6,40
7.3	10,20	8,11	6,55	6,34
9.1	10,32	8,64	6,89	6,19
9.2	10,44	9,11	7,27	6,78
9.3	10,30	8,10	6,41	8,38

Tabelle 29: Shore-Härte 000 über Destillatprobengewicht (Ø52 mm) über Rohzustand

Destillat- probe	Rohzustand					Datum
	Messzeiten [s]					
	3	15	30	60	120	10.08.2020
3.1	66	61	58	55,5	52	10.08.2020
3.2	67	62	59,5	55,5	51	10.08.2020
3.3	65	61	58	56	52,5	10.08.2020
4.1	51	45	42,5	39	36	17.08.2020
4.2	51	45	42,5	39,5	37	17.08.2020
4.3	55	48	45,0	42,0	38,0	17.08.2020
5.1	62	56,5	54	51	48	25.08.2020
5.2	61	55	52,5	50	47	25.08.2020
5.3	62	57	54	51,5	48,5	25.08.2020
7.1	43,5	39,5	37,5	35	34	17.09.2020
7.2	53,5	48,0	45,5	43	40	17.09.2020
7.3	56,0	50,5	48	45	42,5	17.09.2020
9.1	62	56	53	50	47	05.10.2020
9.2	59	53	50	47	43	05.10.2020
9.3	58,5	53	59,5	48	45	05.10.2020

Tabelle 30: Shore-Härte 000 über DPC (\varnothing 52 mm) über Rohzustand

Destillat- probe	DPC nach 3h Trocknung					Datum
	Messzeiten [s]					
	3	15	30	60	120	10.08.2020
3.1	80	79	79	78,5	78	10.08.2020
3.2	57	56,5	56	56	55,5	10.08.2020
3.3	76	74,5	74	73	72	10.08.2020
4.1	-	76	75	74	72,5	17.08.2020
4.2	75	73,5	72	71	70	17.08.2020
4.3	66	64	63	62	61	17.08.2020
5.1	78	76	75	73,5	72	25.08.2020
5.2	83,5	81	80	78	76	25.08.2020
5.3	78	76	75	74	72	25.08.2020
7.1	70	67	65,5	63,5	61	17.09.2020
7.2	62	60,5	59,5	58	56,5	17.09.2020
7.3	63	60	59	57	55	17.09.2020
9.1	59	57,5	56,5	55	54	05.10.2020
9.2	68	65,5	64	62,5	61	05.10.2020
9.3	69	67,5	66,5	65,5	64,5	05.10.2020

Tabelle 31: Shore-Härte 000 über Destillatproben (\varnothing 52 mm) 3h nach Trocknung

Destillat- probe	DPC nach 48h Trocknung					Datum
	Messzeiten [s]					
	3	15	30	60	120	12.08.2020
3.1	62,5	62	62	62	61,5	12.08.2020
3.2	74	74	73,5	73	73	12.08.2020
3.3	-	-	-	-	-	12.08.2020
4.1	82	82	81,5	81	81	19.08.2020
4.2	82	81,5	81	81	81	19.08.2020
4.3	82,5	82,0	82,0	82,0	81,5	19.08.2020
5.1	80	80	80	79,5	79	27.08.2020
5.2	87	86	86	86	85,5	27.08.2020
5.3	81	80	80	80	79,5	27.08.2020
7.1	70	70	70	69,5	69	19.09.2020
7.2	77,5	77	77	77	76,5	19.09.2020
7.3	79	78	78	77,5	77	19.09.2020
9.1	74	73,5	73,5	73	73	08.10.2020
9.2	78,5	78	78	78	77,5	08.10.2020
9.3	-	81	80,5	80	80	08.10.2020

Tabelle 32: Shore-Härte 000 über Destillatproben ($\varnothing 52$ mm) 48h nach Trocknung

Destillat- probe	DPC nach Belichtung					Datum
	Messzeiten [s]					
	3	15	30	60	120	20.08.2020
4.1	86	86	86	86	85,5	20.08.2020
4.2	78	78	78	78	78	20.08.2020
4.3	86,5	86,5	86,5	86	86	20.08.2020
5.1	85,5	85	85	85	85	28.08.2020
5.2	86,5	86	86	86	86	28.08.2020
5.3	89	89	89	89	89	28.08.2020
7.1	81	81	80,5	80,5	80	19.09.2020
7.2	73	73	73	73	72,5	19.09.2020
7.3	78	78	78	78	77,5	19.09.2020
9.1	81,5	81	81	81	81	09.10.2020
9.2	73,5	73	73	73	73	09.10.2020
9.3	81,5	81	81	81	80,5	09.10.2020

Tabelle 33: Shore-Härte 000 über Destillatplattenproben ($\varnothing 52$ mm) nach Belichtung

17. Anhang 6: 3D-Laserscanning-Mikroskop Messdaten

Destillat-/ Referenzprobe	S_a [μm]	Sdr (%)	Str [μm]
10.1 (Flint)	0,178	0,0006285	0,850
10.2 (Flint)	0,158	0,0006813	0,805
10.3 (Flint)	0,170	0,0008753	0,841
\bar{x}	0,17	0,07%	0,83
11.1 (DuPont)	0,047	0,00008303	0,726
11.2 (DuPont)	0,050	0,0002100	0,834
11.3 (DuPont)	0,081	0,0003096	0,537
\bar{x}	0,06	0,02%	0,70
12.1	0,172	0,001287	0,632
12.2	0,150	0,001152	0,712
12.3	0,150	0,001314	0,707
\bar{x}	0,16	0,13%	0,68
13.1	0,095	0,0002328	0,663
13.2	0,107	0,0003528	0,780
13.3	0,164	0,0004323	0,326
\bar{x}	0,12	0,03%	0,59
14.1	0,059	0,00003657	0,423
14.2	0,048	0,00003689	0,242
14.3	0,047	0,00007333	0,242
\bar{x}	0,05	0,005%	0,30
15.1	0,064	0,0002874	0,553
15.2	0,068	0,0005045	0,017
15.3	0,070	0,0003846	0,558
\bar{x}	0,07	0,04%	0,38

Tabelle 34: Ermittelte Rauheitswerte S_a , Sdr und Str für Destillatproben (DPC 12 - 15) und Referenzproben (DPC 10 und 11).

7

⁷Nach der Bildung des Mittelwertes \bar{x} beim Sdr-Wert müssen die Mittelwerte mit dem Wert 100 multipliziert werden, um die entsprechende Prozentzahl zu ermitteln.

Literatur

- [1] Thomas Mezger. Das Rheologie-Handbuch: Für Anwender von Rotations- und Oszillations-Rheometern. Farbe und Lack Edition. Vincentz Network, Hannover, 4. Aufl. edition, 2012.