

Program NUCLEU

Cod proiect: PN 09-15 03 06

Denumirea programului NUCLEU/acronim:

Dezvoltarea cercetărilor privind sistemele, tehnologiile de mecanizare, informatizare, automatizare, management și echipamente tehnice competitive pentru agricultură și industrie alimentară/STIMM

Denumirea obiectivului:

3. Valorificarea superioara a resurselor autohtone prin dezvoltarea tehnologiilor de procesare a produselor agroalimentare, a plantelor medicinale si aromatice, in vederea cresterii valorii adaugate si imbunatatirii calitatii vietii.

Denumirea proiectului:

Produse noi, biodegradabile, pentru agricultura, din resurse regenerabile

Obiectivul proiectului:

Obiectivul principal al proiectului îl constituie dezvoltarea tehnologiei de fabricatie prin extrudare si laminare a foliilor biodegradabile din resurse regenerabile autohtone pe baza de amidon, precum si elaborarea tehnologiilor de control si analiza a foliilor, prin metode moderne de investigare.

Fazele de execuție ale proiectului:

Faza 1/2015: Studiu tehnologic privind producerea și caracterizarea foliilor biodegradabile

Faza 2/2015: Elaborarea tehnologiilor de fabricatie prin extrudare si laminare, control si analiza foliilor biodegradabile.

Faza 3/2015: Realizarea și caracterizarea foliilor biodegradabile

*Faza 4/2015: Definitivarea tehnologiei de fabricare și control a foliilor biodegradabile.
Demonstrare*

Rezultatele estimate:

- Studiu tehnologic privind obținerea foliilor laminate biodegradabile din resurse regenerabile autohtone pe baza de amidon, utilizand extrudarea termoplastica si laminarea, precum si caracterizarea foliilor biodegradabile prin metode moderne de investigare;
- Tehnologii de fabricatie prin extrudare si laminare, control si analiza, a foliilor biodegradabile;
- Realizarea si caracterizarea foliilor biodegradabile;
- Tehnologie definitivata de fabricare și control a foliilor biodegradabile. Demonstrare;
- Articole, comunicari stiintifice, poster, fișă tehnică, pagină web.

Rezumatul proiectului

Pe plan mondial, volumul foliilor pentru utilizare în agricultura a crescut foarte mult în ultimii 10 ani. Cele mai recente date arată că agricultura și horticultura sunt responsabile pentru un consum de aproximativ 1.500.000 t din producția anuală de polimeri din Europa. În prezent, piața este încă dominată de folii pentru agricultura obținute din polietilena de joasă densitate (PE). Aceste folii au două mari dezavantaje: sunt fabricate din materii prime pe baza de titei și produc o mare cantitate de deseuri care necesită a fi înalturate de pe câmp și distruse.

O soluție alternativă viabilă la foliile agricole din polietilena o constituie dezvoltarea și utilizarea plasticelor biodegradabile, provenite din resurse agricole regenerabile și care să se descompună complet în contact cu microorganismele aflate în sol. În acest fel se rezolvă două probleme de mare importanță pentru mediu: se economisesc resursele fosile și se reduc emisiile de gaze cu efect de seră (GES).

În acest context, obiectivul principal al proiectului constă în dezvoltarea tehnologiei de realizare de produse noi, biodegradabile, tip folii, pentru agricultura, din resurse regenerabile.

În cadrul proiectului s-a proiectat și aplicat tehnologia de realizare a foliilor laminate biodegradabile din resurse regenerabile autohtone pe baza de amidon, utilizând extrudarea termoplastică și laminarea, precum și caracterizarea foliilor biodegradabile prin metode moderne de investigare.

Procesul tehnologic de realizare prin extrudare și laminare a foliilor biodegradabile conține regimul de lucru, în ceea ce privește temperatura și durata melcilor extruderului, și rețeta de fabricare a foliilor biodegradabile pe baza de amidon și plastifianți (glicerina și apă), proporțiile plastifianților, raportate la substanța uscată, fiind de 7,14 % apă și 27 % glicerina.

Tehnologia de control și analiză a produsului obținut (folii biodegradabile) se referă la controlul dimensional, controlul și analiza proprietăților mecanice, analiză și controlul structural, precum și analiză și controlul degradabilității în apă prin tehnici de investigare IR.

STADIUL DE REALIZARE

Activități realizate și rezultate obținute

1. Studiu tehnologic privind producerea și caracterizarea foliilor biodegradabile

Studiu tehnologic elaborat conține o analiză amplă referitoare la:

- impactul materialelor plastice asupra economiei și a mediului;

Conform statisticilor, producția de plastic sintetic folosește o cantitate mare de combustibili fosili, numai pentru producerea a 1 kg de polietilena sunt necesare 0,91 kg de petrol sau 0,58 kg de gaz natural sau 0,10 kg carbune. Pe ansamblu, cca 8% din producția mondială de petrol este destinată la ora actuală fabricării de mase plastice, 4% sunt utilizate ca materie primă, și alte 4% sunt consumate sub formă de combustibil sau energie în timpul fabricației.

Materialele plastice au aplicații în multe domenii ale economiei: în Europa, 39,4% din cererea totală de material plastic o reprezintă ambalajele, 20,3% construcțiile; 8,2% automobilele; 5,5 % aplicații electrice și electronice, urmate îndeaproape de agricultură cu 4,2%.

Ponderea de utilizare a maselor plastice în domeniul ambalajelor, agriculturii și produselor utilizate în gospodărie depășește 50% din consumul total de mase plastice. Materialele plastice sunt utilizate în mod obișnuit în agricultura și industria alimentară pentru o varietate de aplicații care includ folii, plăci sau obiecte de diferite forme și dimensiuni.

Alte sectoare de aplicații, cum ar fi aparatele de uz casnic, mobilier și materiale medicale cuprind un total de 22,4% din cererea totală de materiale plastice.

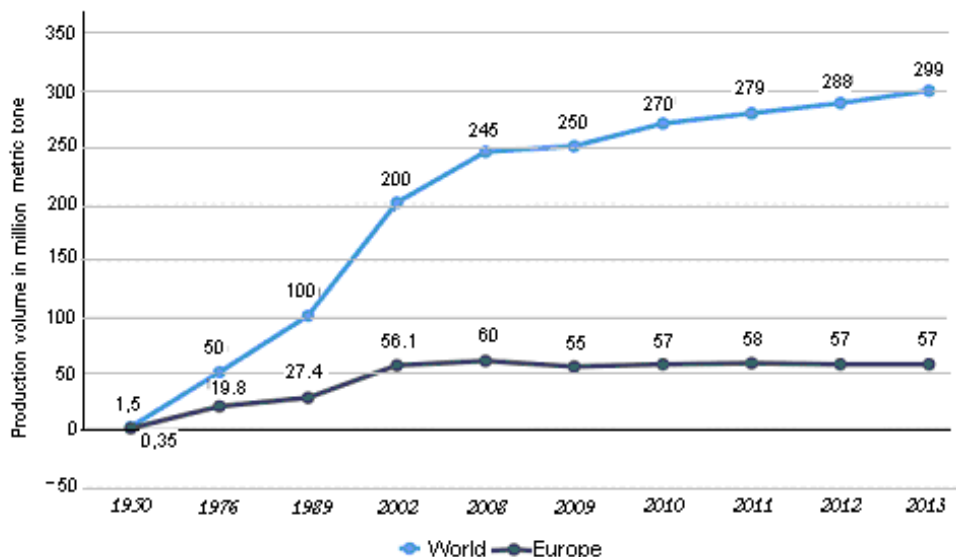


Fig.1. Producția de materiale plastice din întreaga lume 1950-2013

- dezvoltarea producției materialelor bioplastice;

Capacitatea de producție la nivel mondial de bioplastice, repartizată pe domenii de utilizare și tipuri de materii prime folosite, este prezentată în Fig. 2.

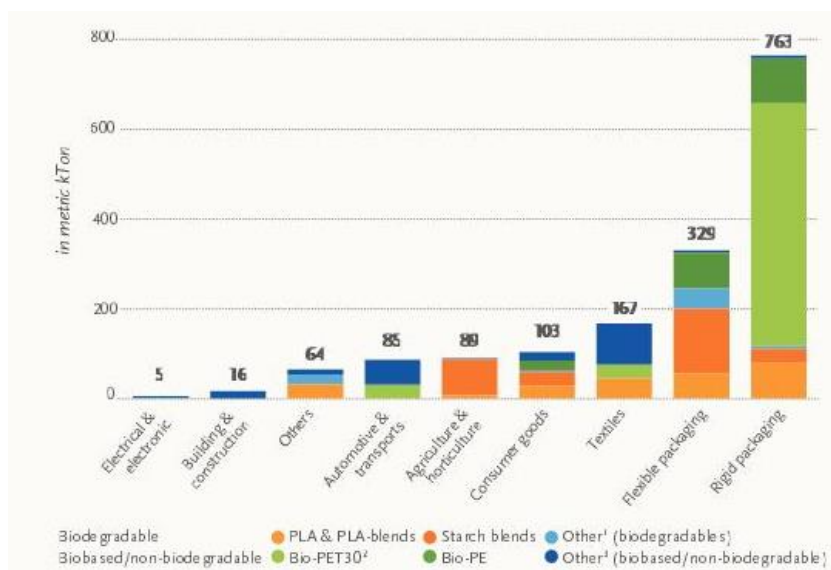


Fig. 2. Producția de bioplastice la nivel mondial în 2013, pe domenii de aplicare

- tehnologiile de producere a produselor biodegradabile;

Se cunosc două tehnologii de obținere a produselor biodegradabile:

- *Tehnologia oxo – biodegradabilă* implică utilizarea unui aditiv (de multe ori acesta conține magneziu, cobalt, nichel etc., deci metale grele) în procesul de fabricare al produselor. Acest aditiv fin dispersat în matricea polimerică, are proprietatea de a transforma un produs inert la biodegradare, cum este polietilena, într-un produs care este biodegradabil, practic un plastic care se degradează într-un timp relativ scurt, 3 - 24 luni, spre deosebire de cel tradițional care necesită zeci sau chiar sute de ani.
- *Tehnologia hidro-biodegradabilă* implică producerea ambalajelor din materiale bioplastice produse pe bază de componente naturale (amidon, gluten etc.). În aceste condiții *biodegradarea este inițiată prin hidroliză*, iar microparticulele sunt transformate în biomasă de către microorganisme, cu degajare de CO₂ și după unele studii și metan, fenomenul fiind cunoscut și sub denumirea de

compostabilitate. Este un fenomen asemănător celui prin care deșeurile de origine vegetală (frunze, paie etc) îngropate în pământ se transformă în compost.

- aspecte tehnice privind amidonul nativ și amidonul termoplastic;

Amidonul termoplastic este un concept relativ nou. Amidonul, supus unui proces de amestecare-forfecare, în prezența unui plastifiant (apă, glicerină, sorbitol, etc.) și a temperaturilor ridicate (90°-180°C) se topește și se fluidizează, rezultând granule de amidon termoplastic care poate fi folosit în echipamente de extrudare, injecție și suflare, la fel cu cele folosite pentru plasticul sintetic.

Rezistența scăzută la apă și variațiile proprietăților mecanice în condiții de umiditate afectează folosirea amidonului termoplastic. Modificările necesare pentru remedierea acestei probleme fac ca produsul final să fie mai scump. Au fost dezvoltate tehnologii de plastifiere a amidonului, pentru a permite fabricarea obiectelor (în special a obiectelor masive).

- procesele de producere a foliilor biodegradabile din amidon termoplastic și exemple de instalații și echipamente tehnice utilizate;

Foliile biodegradabile din resurse regenerabile pe bază de amidon se pot obține prin procesele de extrudare termoplastică și laminarea granulelor de amidon termoplastic. O schema de principiu pentru tehnologia completa de obținere a foliilor biodegradabile, începând de la materia primă este prezentată, în fig. 3.

Procesul de extrudare termoplastică este procedeul de prelucrare prin deformare plastică la un regim termic stabilit, care constă în trecerea forțată a materialului printr-o matrită, datorită unei forțe de compresiune.

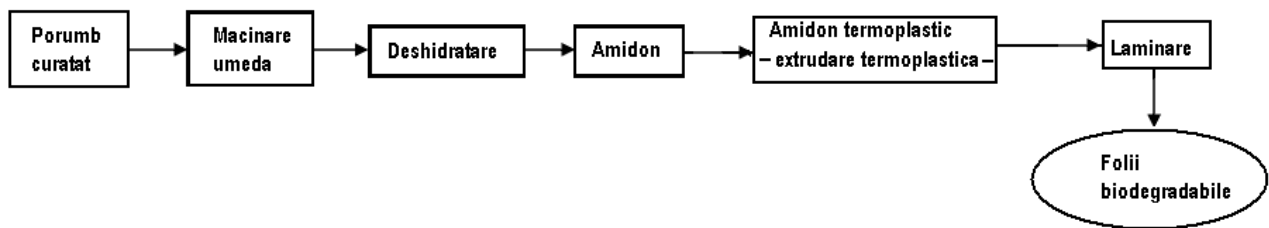


Fig.3. Schema procesului tehnologic complet de obținere a foliilor biodegradabile

Laminarea este procedeul de prelucrare prin deformare plastică la cald sau la rece la care materialul este obligat să treacă forțat printre doi cilindri aflați în rotație (Fig. 4). În procesul laminării materialul este prins și antrenat între cilindrii laminorului datorită forțelor de frecare care iau naștere între suprafața metalului și suprafața cilindrului. În zona de material cuprinsă între cei doi cilindri are loc o reducere a secțiunii materialului inițial și creșterea lungimii și lățimii acestuia.

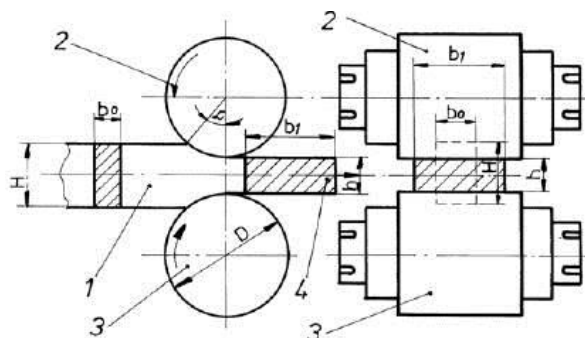


Fig.4. Schema de principiu a laminării longitudinale

1 - semifabricat; 2,3 cilindri; 4 - produs laminat.

- metode de caracterizare a foliilor biodegradabile și a materiilor prime din care sunt fabricate;

Controlul produsului final din punct de vedere al structurii, legaturilor chimice și fizice, și dinamicii, la nivel molecular se poate realiza prin:

- a) Investigatii UV-VIS
- b) Spectre vibrationale
- c) Microscopie cu infrarosu IR
- d) Investigarea prin difracție de raze X
- e) Investiții prin SEM
- f) Investigatii reologice
- g) Incercari mecanice
- h) Incercari de rezistență la impact (reziliență)

Controlul dimensional al foliilor biodegradabile constă în măsurarea, cu aparate de măsură și control specifice, a caracteristicilor lungime, lățime, grosime

2. Elaborarea tehnologiilor de fabricație prin extrudare și laminare, control și analiză foliilor biodegradabile.

Tehnologia de fabricație prin extrudare și laminare a foliilor biodegradabile.

Pentru realizarea prin extrudare și laminare a foliilor biodegradabile din resurse regenerabile este necesară utilizarea unor rețete de fabricație și a unui procedeu tehnologic care să permită formarea unei structuri care să asigure prelucrabilitatea rețetei și calitatea cerută produsului finit.

Reteta de fabricație utilizată va conține, între altele, pe lângă amidon, glicerol și apă.

Procesul tehnologic care va fi utilizat pe parcursul experimentărilor în vederea realizării foliei laminate pentru agricultura din resurse regenerabile, se va realiza pe o instalație a cărei componentă este prezentată în Fig. 5.

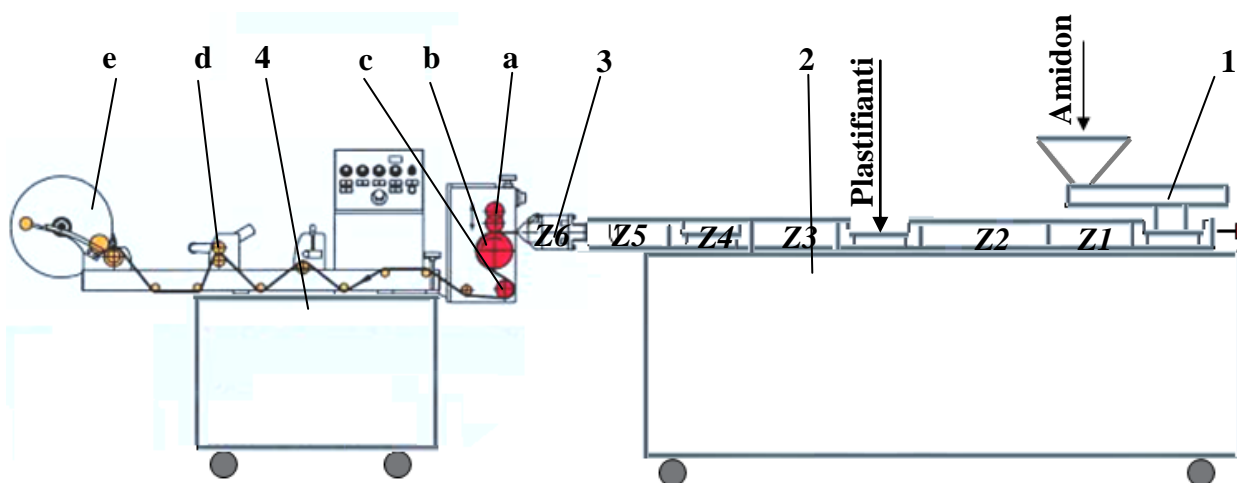


Fig. 5 - Instalația de extrudare și laminare

Elementele principale ale instalației sunt: *Dozatorul 1, Extruderul 2, Matrita de latire 3 și Echipamentul de laminare 4.*

Procesul tehnologic de extrudare va cuprinde următoarele etape:

Alimentarea extruderului cu materii prime în proporțiile stabilite prin rețete. Alimentarea se va face în mod continuu, orice întrerupere a alimentării conducând la variații ale debitului și proprietăților produsului finit.

Extrudarea materialelor pulverulente dozate prin palnia de alimentare sunt preluate de cei doi melci corotativi care le transportă înspre matrita. Datorită încălzirii are loc fluidizarea compoziției. Pe de altă parte, datorită rotației melcilor, în zona Z5 are loc o creștere a presiunii spre matrita. La ieșirea din extruder topitura de material trece prin matrita de latire 3., obținându-se un profil continuu cu lățimea de 150 mm și grosimea de 0,3-1,3 mm.

Laminarea se realizeaza pe echipamentul de laminare **4**, care realizeaza deformarea prin laminare a profilului rezultat din matrita in vederea obtinerii foliei la caracteristicile dimensiunilor si functionale necesare.

De pe valtul de racire folia trece pe calea cu role, **d**, unde se raceste in continuare si, la final, este infasurata pe rola de produs finit **e**.

Temperaturile folosite la extrudare si laminare se vor alege in functie de caracteristicile termofizice (temperatura de tranzitie vitroasa si temperatura de topire) ale amestecurilor procesate.

Tehnologia de analiza si control, atat a materiei prime –amidonul, cat si a produsului finit-folia biodegradabila este prezentata schematic in Fig.6.

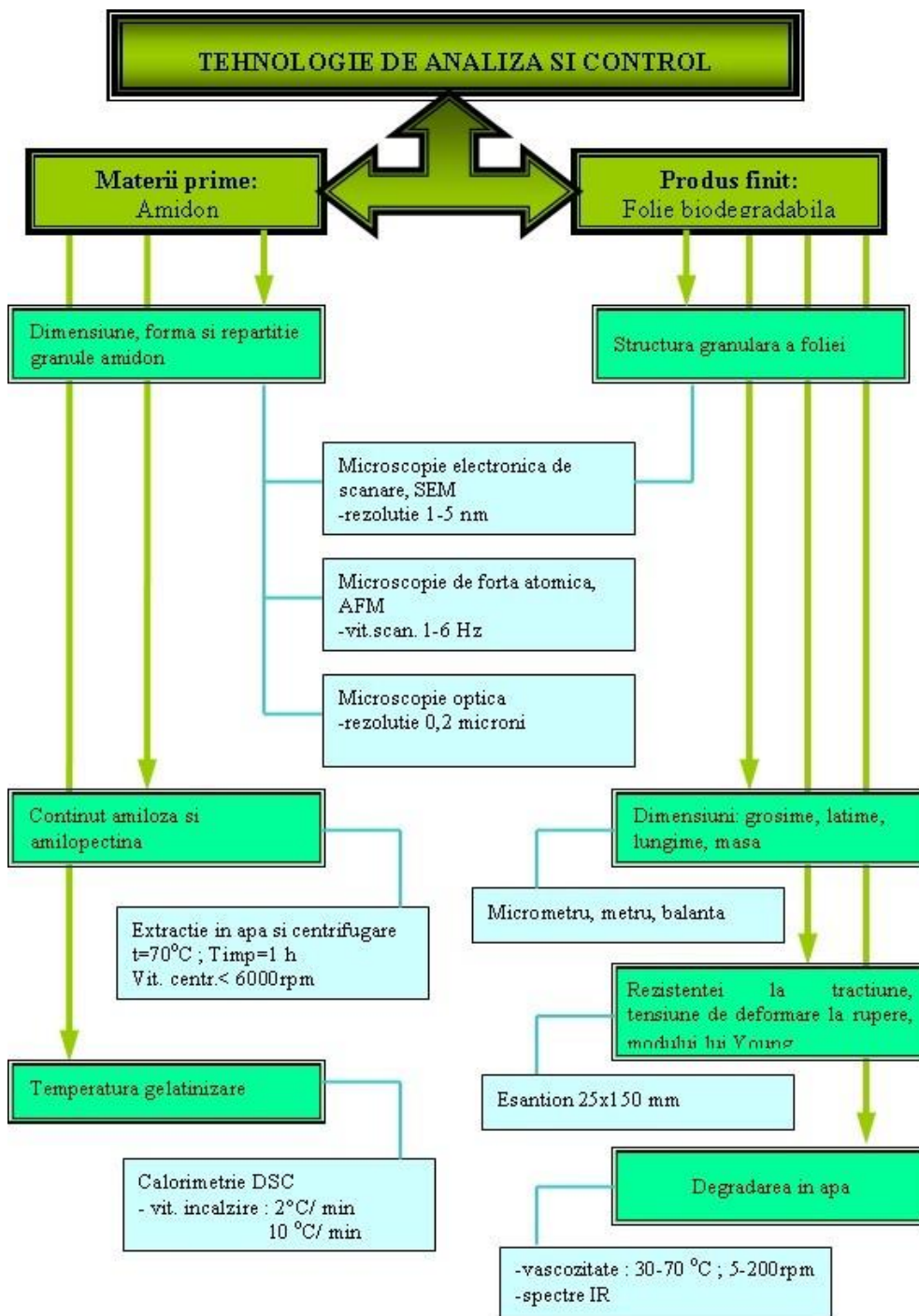


Fig.6. Schema tehnologiei de analiza si control

3. Realizarea și caracterizarea foliilor biodegradabile

In Fig. 7 sunt prezentate imagini din timpul realizarii foliei.



Fig. 7. Imagini din timpul realizarii foliei

Caracterizarea foliilor biodegradabile realizate prin extrudare și laminare din resurse regenerabile autohtone pe baza de amidon s-a realizat prin:

Controlul dimensional al produsului finit tip folie (Fig. 8) care, conform datelor prezentate în evidențiază următoarele:

- Latimea medie a foliei obținute a fost de 338 mm;
- Grosimea medie a foliei a fost de 0,116 mm;
- Masa specifică a foliei: 0,44 Kg/m² ;
- Aspect incolor, neted și uniform;
- Lungimea foliei realizate este determinată de continuitatea procesului tehnologic.



Fig.8. Folie biodegradabila

Controlul și analiza proprietăților mecanice, privind rezistența la tracțiune, alungirea specifică și modulul lui Young, au fost determinate conform SR EN ISO 527-3:2000.

Valori obținute:

Rezistența la tracțiune: 1,958 Mpa

Alungirea specifică: 44,7 %

Modulul lui Young: 32,14 MPa

Analiza și controlul structural al produsului obținut s-a realizat prin microscopie electronică de baleiaj SEM direct pe esanțioane de folie, la temperatura mediului ambiant.

Structura foliei (Fig. 9.), pune în evidență un aspect de suprafață plană, corespunzătoare unui produs compact, fără pori vizibili.

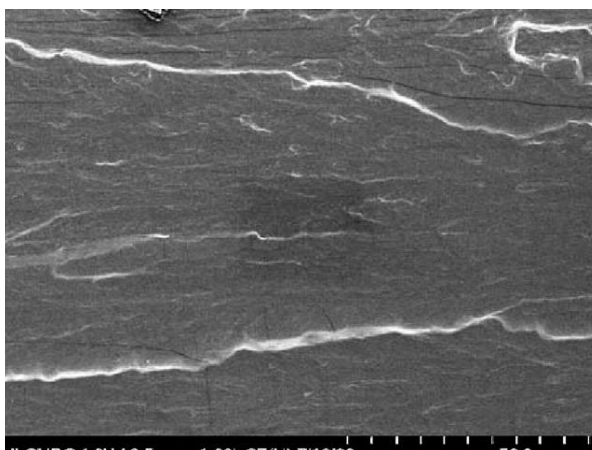


Fig.9. Structura produsului obtinut (SEM)

Analiza si controlul degradabilitatii. Cunoasterea comportamentului fata de apa este utila atat in timpul utilizarii foliei cat si in procesul de reciclare. Ca si metoda de degradare s-a folosit dizolvarea in apa.

Degradare a fost evidentiata prin masurarea cantitatii de apa absorbita, urmata de masurarea vascozitatii.

Masa normalizata de apă absorbită este prezentata in Fig.10, iar curbele de variatie a vascozitatii cu viteza de rotatie a spindelului sunt prezentat in Fig.11.

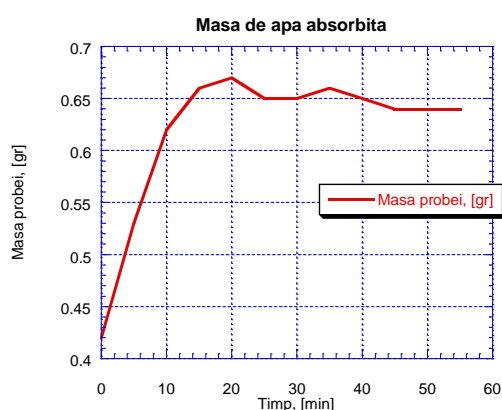


Fig.10. Masa normalizata de apa absorbita

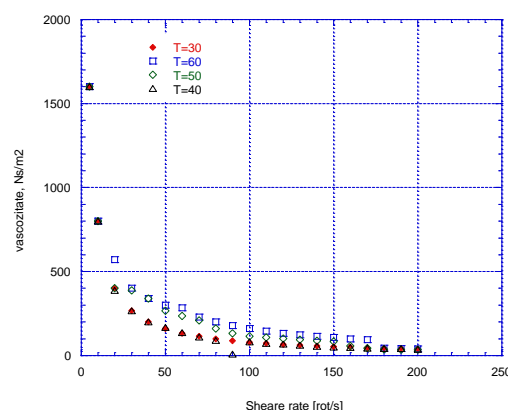


Fig.11. Variatia vascozitatii in functie viteza de rotatie la diferite temperaturi

Curbele de variatie a vascozitatii cu temperatura si viteza, indica faptul ca, o data cu cresterea temperaturii, dependenta dintre vascozitate si viteza tinde spre un comportament newtonian, in intervalul de viteze 50-200 rot/min. Trecerea de la un comportament non-newtonian la un comportament newtonian indica faptul ca conglomeratele de structuri polimerice se transforma in elemente mai mici, cu simetrie sferica, caracteristice lichidelor simple newtoniene - dovada clara a degradarii.

Modificarea spectrelor IR, a probei prelevata din folie, in prezenta apei, confirma degradabilitatea acesteia (Fig. 12).

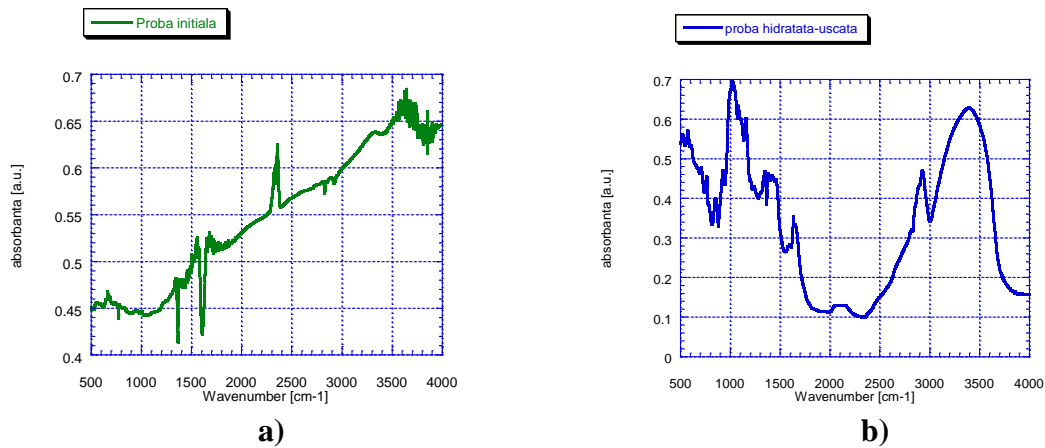


Fig.12. Spectrele IR pentru: a) proba initiala; b) proba hidratata si uscata

4. Definitivarea tehnologiei de fabricare și control a foliilor biodegradabile. Demonstrare

- **Reteta de fabricatie**

Reteta de fabricatie utilizata va contine amidon, glicerol si apa sau alti plastifianti care contribuie la imbunatatirea prelucrabilitatii amidonului.

Amidonul utilizat va fi amidon obtinut din porumb romanesc, fabricat la SC Amylon SA Sibiu, avand o umiditate raportată la substanta uscata de 12,01 % si densitatea de $0,561 \text{ g/cm}^3$. Se poate utiliza si amidon fabricat la AGFD Tandarei SRL sau Roquette Romania SA. Calafat.

Se va utiliza glicerina cu o concentratie de 99,5 % si o densitate de $1,262 \text{ g/cm}^3$ si apa de la retea.

La prepararea amestecului de plastifianti se va utiliza un raport apa/glicerina de 1/3.

- **Procesul tehnologic**

Procesul tehnologic care va fi utilizat în vederea realizarii materialelor biodegradabile din resurse regenerabile amidonoase, se va desfasura dupa urmatoarea diagrama de lucru:

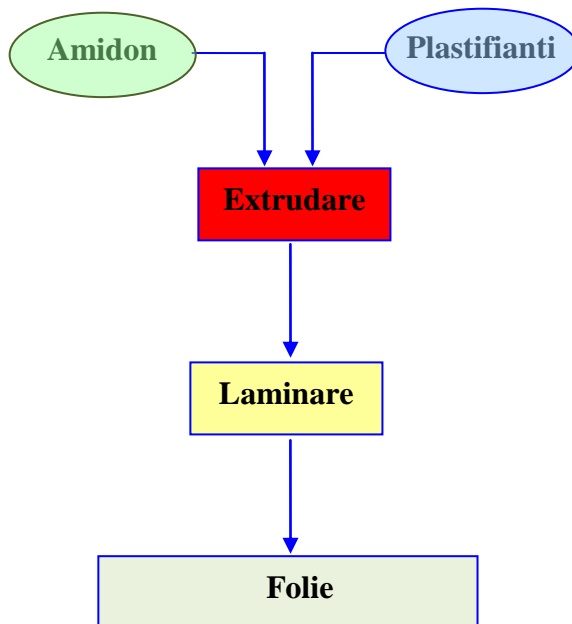


Fig. 13 Diagrama procesului tehnologic de realizare a foliei

- Instalatia de lucru

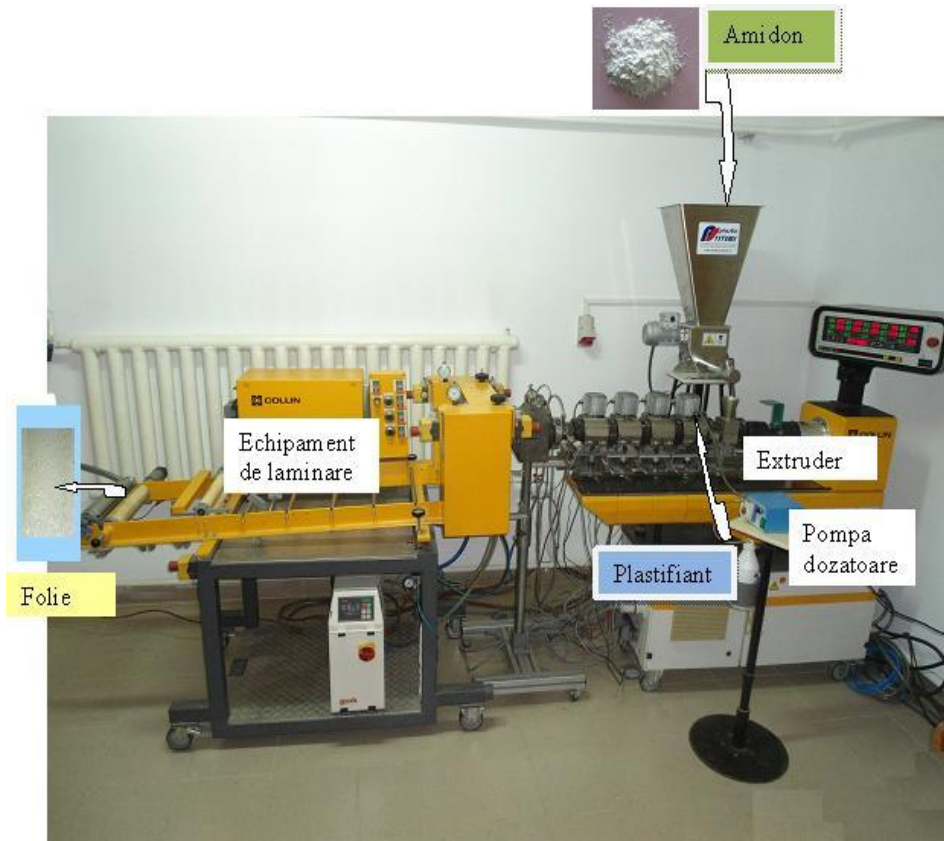


Fig. 14 Instalatia de extrudare si laminare

- **Tehnologia de analiza si control** utilizata pentru caracterizarea foliilor biodegradabile pe baza de amidon autohton, prezentata schematic in Fig.15.

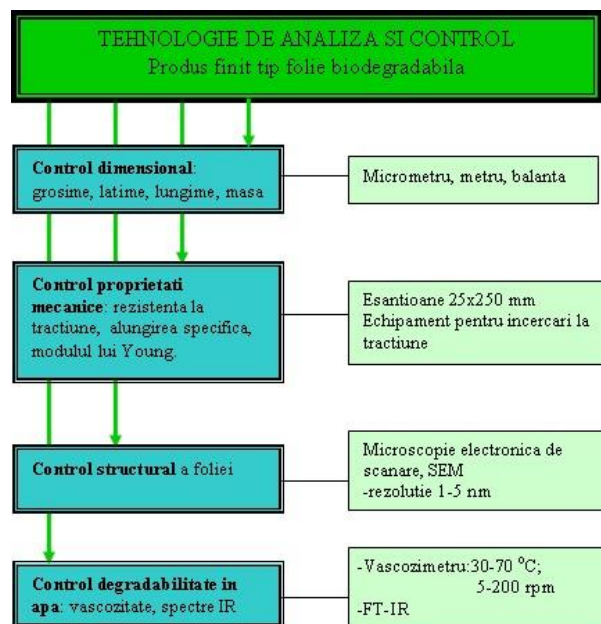


Fig. 15. Tehnologia de analiza si control a foliilor biodegradabile pe baza de amidon

Pentru determinarea caracteristicilor dimensionale se vor face masuratori direct pe folia obtinuta, cu micrometru, metru, balanta.

Rezistenta la tractiune, se determina pe o masina de incercari la tractiune, conform SR EN ISO 527-3:2000. Probele vor fi echilibrata pentru 48 h la o temperatura de 25 °C si o umiditate relativa de 50%.

Pentru determinari structurale se va utiliza microscopia cu scanare electronica (SEM). Determinarile vor fi facute pe esantioane prelevate din folia obtinuta si se va urmarii aspectul suprafetei (fisuri sau pori vizibili).

Degradabilitatea in apa va fi evidentiata prin masurarea cantitatii de apa absorbita, urmata de masurarea vascozitatii.

Pentru evidentiarea degradarii foliei, la nivel microscopic, se vor determina si compara spectrele IR inainte si dupa procesul de hidratare- uscare.

- **Demonstrare**

In scopul prezentarii si demonstrarii tehnologiei de fabricatie, control si analiza, a foliilor biodegradabile din resurse regenerabile autohtone pe baza de amidon au fost invitati la sediul INMA - Sucursala Cluj-Napoca factori interesati in aplicarea rezultatelor proiectului.

Au fost prezentate pe larg materialele folosite, reteta de fabricatie, componenta si parametrii instalatiei utilizate pe parcursul experimentarilor, regimul de lucru precum si metodologiile de control si analiza a produsului.

Discutiile care au urmat prezentarii au scos in evidenta faptul ca rezultatele obtinute confirma posibilitatea realizarii prin aceasta tehnologie a foliilor biodegradabile, utilizand ca materie prima de baza amidonul autohton.

In vederea comunicarii la nivel național și internațional a rezultatelor cercetarilor intreprinse pe durata desfasurarii proiectului a fost realizata pagina web. a proiectului, fisa tehnica si poster, au fost publicate doua articole in reviste cotate ISI si o prezentare la o conferinta internationala.

REZULTATUL FINAL AL PROIECTULUI

- Tehnologie de fabricare, analiza si control, a foliilor biodegradabile din resurse regenerabile.

DATELE DE CONTACT ALE DIRECTORULUI DE PROIECT:

Dr.Ing, Cioica Nicolae - INMA BUCURESTI, Sucursala Cluj-Napoca
Tel./Fax: 0264418162
e-mail: ncioica@yahoo.com.