

Processi di lavorazione e formatura  
di materiali compositi con scarti  
agricoli per  
l'ottenimento di vaschette a ridotto  
impatto ambientale

Prof. Ing. Giuseppe Vignali

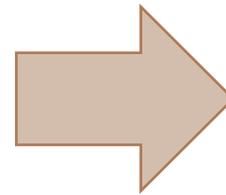
Centro Cipack – Università di Parma



# Obiettivi e fasi preliminari

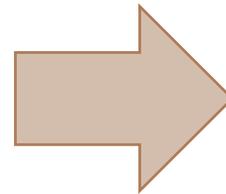
Processo di realizzazione di un packaging alimentare prodotto a partire da un materiale polimerico bio-based a cui viene aggiunta una percentuale di riempitivo derivante da scarti agricoli

Individuazione della matrice bio-based



- PLA
- Blend PLA/PBAT 60/40

Selezione dello scarto agricolo



FIENO MACINATO



06/06/2023

# Scale up industriale

Biotriturazione  
e macinazione  
fieno



Essiccazione  
materiali tal  
quali



Compounding



Essiccazione  
granuli blend



Filmatura



Termoformatura



Agrindustria Tecco

Consorzio Proplast



06/06/2023



## Melt compounding



Tutte le formulazioni e i blend sono stati ottenuti con un estrusore bi-vite co-rotante Leistritz ZSE 27 MAXX, caratterizzato da una vite avente diametro di 27 mm e rapporto L/D pari a 40.

Lungo l'estrusore sono impostabili in modo indipendente nove differenti zone di riscaldamento: i profili di temperatura impostati sono variati a seconda della matrice polimerica utilizzata.

Cod. formula	Coppia %	P fuso bar	T fuso °C	Profilo temperature (°C)										
					HZ1	HZ2	HZ3	HZ4	HZ5	HZ6	HZ7	HZ8	HZ9	DIE
PLA045	40	2	174	<b>SET</b>	180	180	180	175	175	175	170	170	170	170
				<b>REALE</b>	180	180	180	175	175	175	170	170	170	170

# Filmatura



I film sono stati realizzati tramite la linea di estrusione per filmatura cast BGplast SD30, consistente di un estrusore monovite, attrezzato con testa piana (larghezza nominale di 200 mm), ed equipaggiato di un sistema di rulli a calandra (Dr. Collins CR136/350



Cod. formula	Vel rotazione rpm	Amperaggio A	P fuso bar	T fuso °C	Profilo temperature (°C)								D1 m/min	D2 m/min	T D1 °C	
					SET	HZ1	HZ2	HZ3	HZ4	HZ5	DIE1	DIE2				DIE3
PLA045	45	7.5	32	167	REALE	170	175	180	180	175	180	175	175	0.6	0.07	45

Heaters

Positive mold

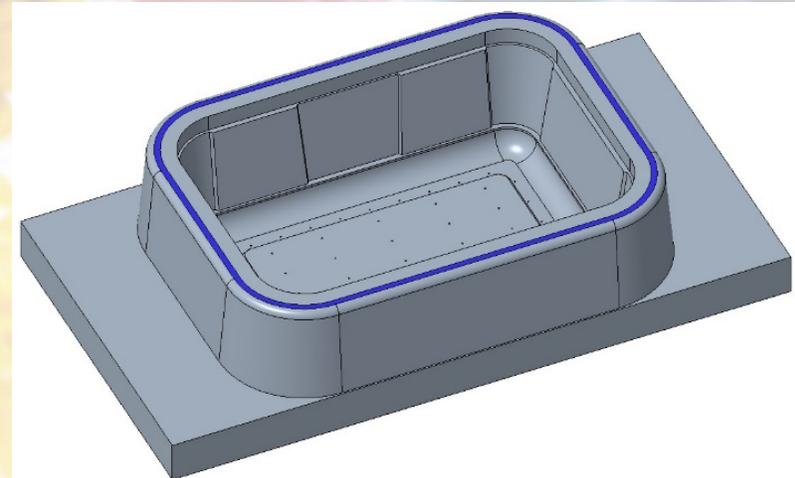
Negative mold



Le prove di termoformatura sono state eseguite utilizzando una termoformatrice O.M.G. srl – modello MA.

Le lastre prodotte sono state scaldate con una lampada ad infrarossi e, successivamente, fatte aderire alle pareti dello stampo attraverso l'azione del vuoto. Subito dopo si procede alla fase di raffreddamento e all'estrazione dallo stampo.

Lo stampo utilizzato per le prove di termoformatura consiste in una vaschetta della profondità di 50 mm, dalla base rettangolare con angoli raggianti.



## Risultati

Per le formulazioni **PLA046** e **PLA054**, la fattibilità di entrambi gli step di trasformazione, ovvero filmatura e termoformatura, è stata verificata con esito positivo:

tutte le fasi di processo sono state portate a termine, permettendo di produrre vaschette integre e dall'aspetto accettabile.



PLA046: 90% PLA L105 – 10%carica



PLA054: 90% PLA/PBAT (60/40) – 10%carica

06/06/2023



proplast

PLASTICS INNOVATION POLE



proplast

Via Roberto di Ferro, 86  
15122 Alessandria (AL)  
(+39) 0131 185 9711

Vieni a trovarci nella nostra nuova sede!

[www.proplast.it](http://www.proplast.it)

# Test vaschette realizzate

## Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast

### Materiali

Le vaschette sottoposte a test sono realizzate con compound in proporzioni differenti, tra una matrice polimerica e filler di natura vegetale. In particolare, sono testate le vaschette realizzate con le blends denominate “054” e “046”, la cui composizione è riassunta in Tabella.

### Formulazioni preparate e testate:

Materiale	Matrice		Filler		
	<i>Materiale</i>	<i>% rel</i>	<i>% tot</i>	<i>Materiale</i>	<i>% tot</i>
054	PLA	60%	90%	Fieno	10%
	PBAT	40%			
046	PLA	100%	90%	Fieno	10%



06/06/2023



# Test vaschette realizzate

## *Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

### **Metodi**

Le vaschette oggetto del test sono state sottoposte a prova di compressione nella direzione di impilamento. Le prove sono state eseguite sulla macchina servomeccanica Test GmbH model 112, a disposizione presso i laboratori del centro interdipartimentale Cipack dell'Università di Parma, in controllo di spostamento e con cella di carico di 2 kN.

In mancanza di una normativa di riferimento per tale tipologia di prodotto, si è utilizzata per analogia la stessa velocità di prova, fissata a  $v = 10$  mm/min, utilizzata per le prove di caratterizzazione a compressione secondo ASTM D882 di campioni ritagliati da fogli precedentemente utilizzati per la termoformatura delle stesse vaschette.

Si sono effettuate 3 ripetizioni per ognuno dei 2 gruppi di vaschette, distinte in base al materiale



06/06/2023



# Test vaschette realizzate

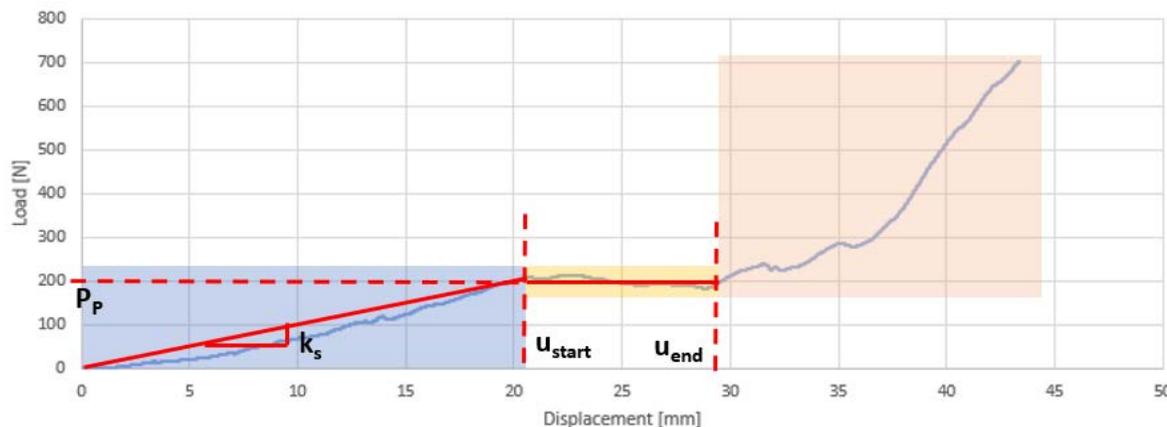
## Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast

### Risultati

Per ogni test, si sono calcolati i valori di:

- ✓ Rigidezza secante all'origine,  $k_s$
- ✓ Carico di plateau corrispondente al compattamento,  $P_P$
- ✓ Deformazione di inizio compattamento,  $\epsilon_{start}$
- ✓ Deformazione di fine compattamento,  $\epsilon_{end}$

Per illustrare il significato delle grandezze elencate, si riporta a titolo esemplificativo una curva caratteristica ottenuta come risultato del test sulla vaschetta "PLA 054 02" in Figura



In particolare, si deduce come all'interno della curva caratteristica si possano distinguere macroscopicamente tre differenti zone a comportamento differente:

- una prima zona (**box blu**) per carichi da 0 fino all'inizio del plateau, in cui la vaschetta viene progressivamente caricata con l'effetto di stabilizzare la superficie di appoggio della vaschetta stessa sul piatto di riscontro e in cui, in virtù della sostanziale continuità della curva, è possibile calcolare una rigidezza secante  $k_s$ ;
- una seconda zona (**box arancione**), compresa tra i valori di spostamento  $u_{start}$  e  $u_{end}$ , corrispondente al compattamento vero e proprio della vaschetta e caratterizzata da un sostanziale plateau di forza, più o meno accentuato a seconda della prova e del materiale, in cui comunque la curva ha una pendenza molto limitata e il carico è oscillante attorno ad un valore medio,  $P_P$ ;
- una terza e ultima zona (**box rosso**) in cui il compattamento della vaschetta può considerarsi ultimato e in cui la vaschetta viene progressivamente pressata in modo rigido contro il piatto di riscontro.



06/06/2023

Programma di Sviluppo Rurale dell'Emilia-Romagna 2014-2020



UNIONE EUROPEA  
Fondo Europeo Agricolo  
per lo Sviluppo Rurale



Regione Emilia-Romagna

L'Europa investe nelle zone rurali

# Test vaschette realizzate

## *Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

### Risultati

I valori approssimativamente stimati di  $u_{\text{start}}$  e  $u_{\text{end}}$  vengono normalizzati in base all'altezza nominale della vaschetta, misurata uguale a  $h_0 = 54$  mm, in modo da calcolare la relativa deformazione  $\varepsilon_i = u_i/h_0$ , con  $i = \text{start}$  o  $i = \text{end}$ .

Per ogni grandezza viene calcolata poi la media sui 3 campioni, la deviazione standard e il coefficiente di variabilità (CV).

Si forniscono di seguito i risultati relativi alle due campagne, distinte in base al materiale (PLA 054 e PLA 046).



06/06/2023



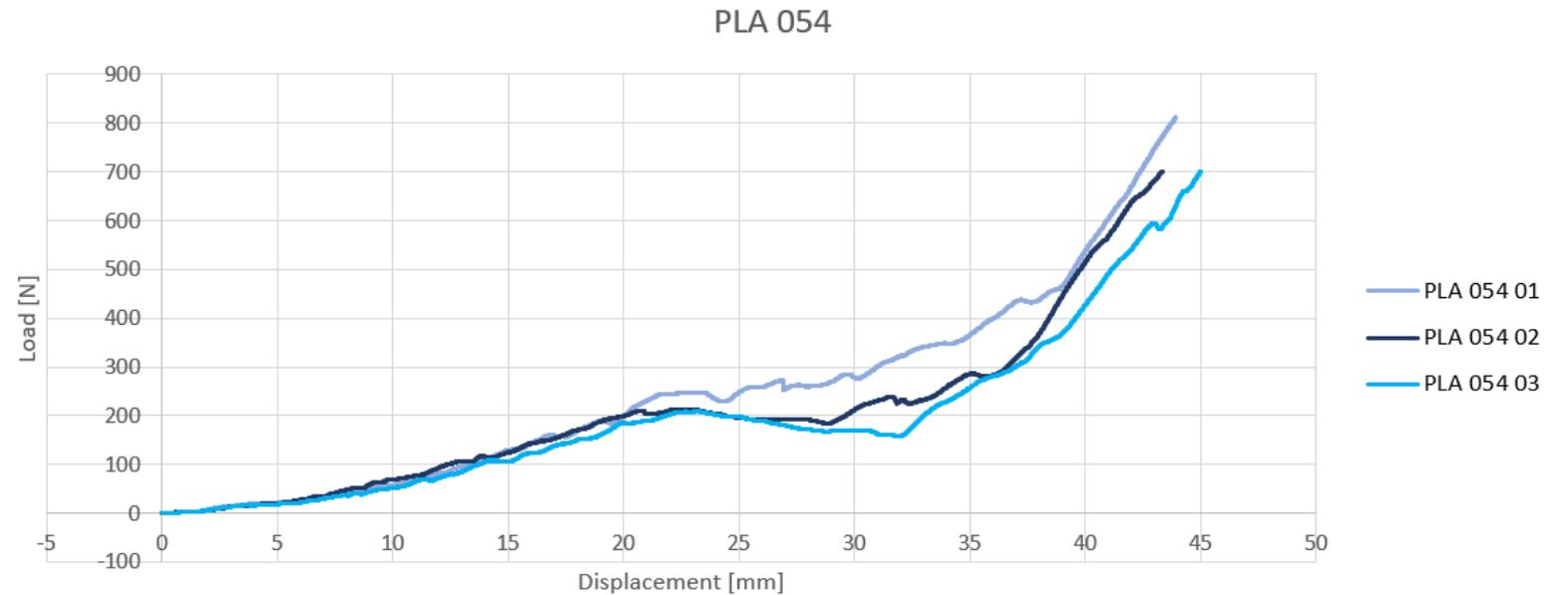
# Test vaschette realizzate

*Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

## Risultati



*Vaschetta 054 in macchina di test*

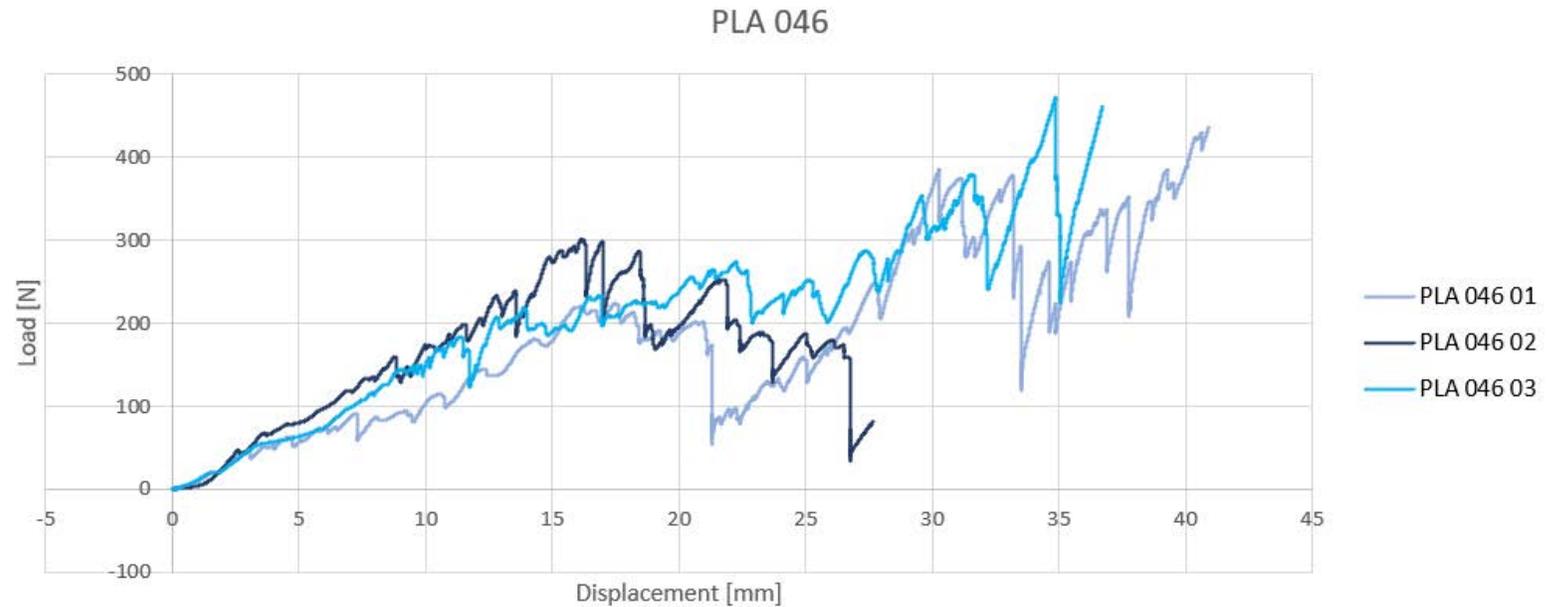


06/06/2023

# Test vaschette realizzate

*Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

## Risultati



*Vaschetta 046 in macchina di test*



06/06/2023

# Test vaschette realizzate

## Test di trazione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast

### Metodi

Gli stessi codici di vaschette sono state sottoposte a prova di compressione nella direzione di impilamento.

I provini stati ritagliati manualmente da fogli precedentemente utilizzati per termoformatura di vaschette ad uso alimentare, in zone non deformate e al di fuori del perimetro esterno delle vaschette.

La Tabella riassume le dimensioni rilevanti dei provini e le caratteristiche principali della procedura di test.

Normativa ASTM D882 utilizzata come standard di riferimento

Grandezza	Valore	U.M.
Lunghezza tratto utile, LG	100	mm
Lunghezza nominale, L	150	mm
Larghezza nominale, w	25	mm
Rateo di deformazione, C	0.1	mm/mm·min
Velocità di prova, $v = C \cdot LG$	10	mm/min

Le prove sono state eseguite sulla macchina servomeccanica Test GmbH model 112, a disposizione presso i laboratori del centro interdipartimentale Cipack dell'Università di Parma, in controllo di spostamento e con cella di carico di 2 kN. La velocità di prova è impostata secondo ASTM D882, par. 9, table 1.



06/06/2023



# Test vaschette realizzate

## *Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

### Risultati

Per ogni test, si sono calcolati i valori di:

- Modulo elastico, E
- Carico di scostamento dalla proporzionalità dello 0,2%, Rp02
- Carico di rottura,  $\sigma_{\max}$
- Deformazione a rottura,  $\epsilon_{\max}$
- Deformazione corrispondente a carico di rottura,  $\epsilon_{@s\max}$

Per ogni grandezza viene calcolata poi la media sui 3 provini, la deviazione standard e il coefficiente di variabilità (CV).

Si forniscono di seguito i risultati relativi alle due campagne, distinte in base al materiale (PLA 054 e PLA 046).



06/06/2023

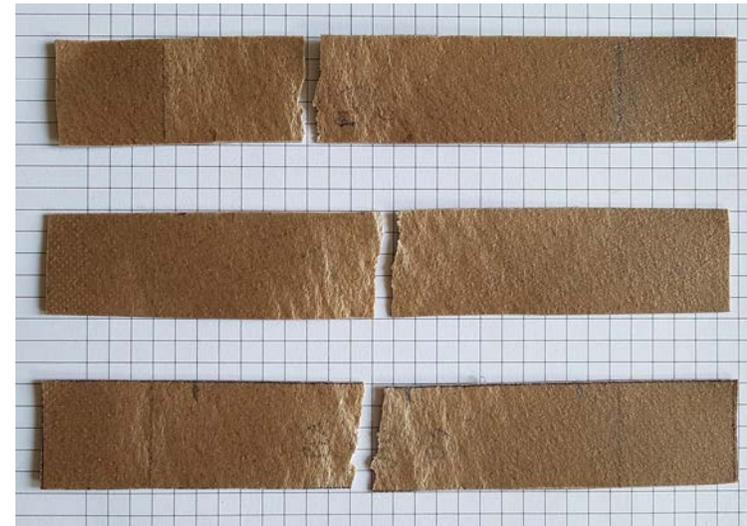
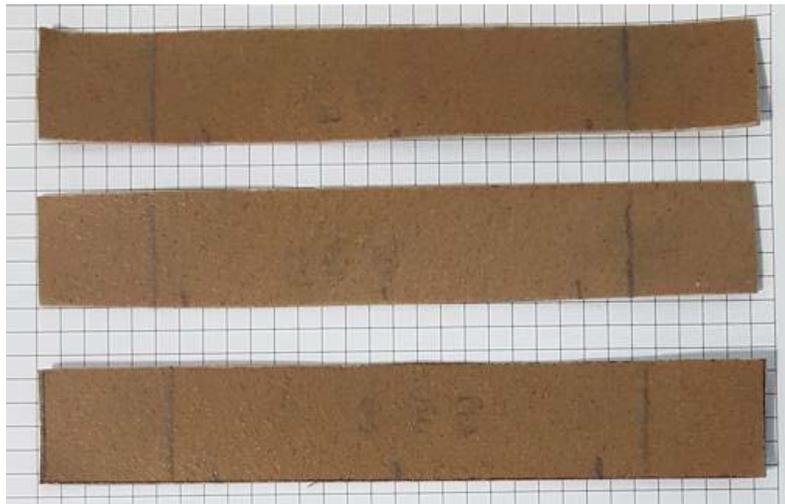


# Test vaschette realizzate

## *Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

### **Risultati 054**

Tutti i provini di questo gruppo hanno subito rottura all'interno del tratto utile per la misura. La Figura 4 illustra un'immagine dei provini, prima (a) e dopo (b) il test.



*Immagine dei provini 054: prima (a) e dopo (b) rottura*



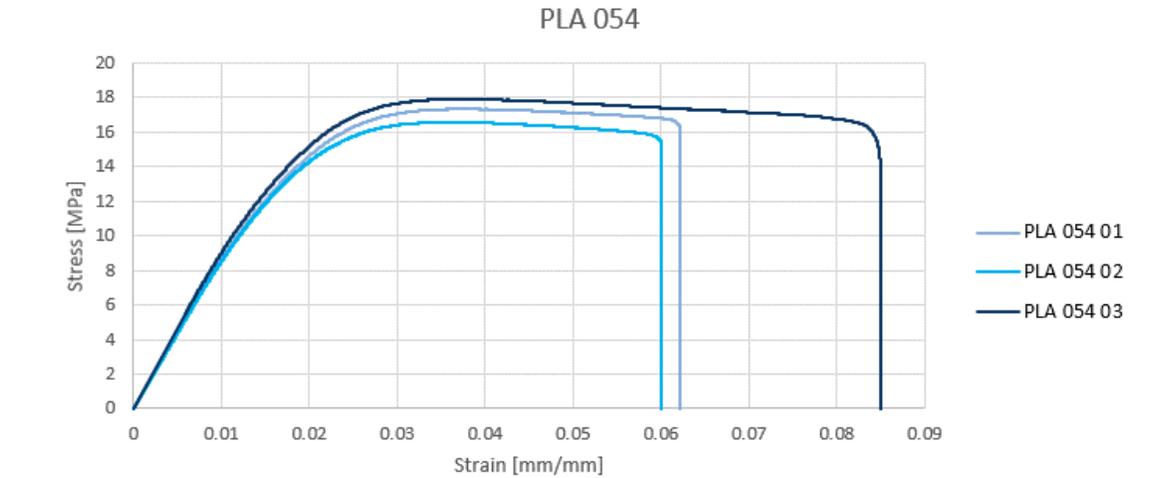
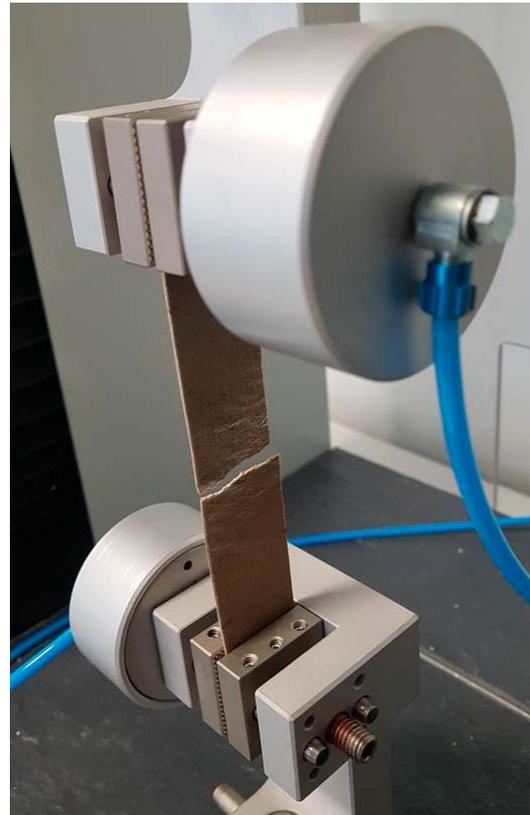
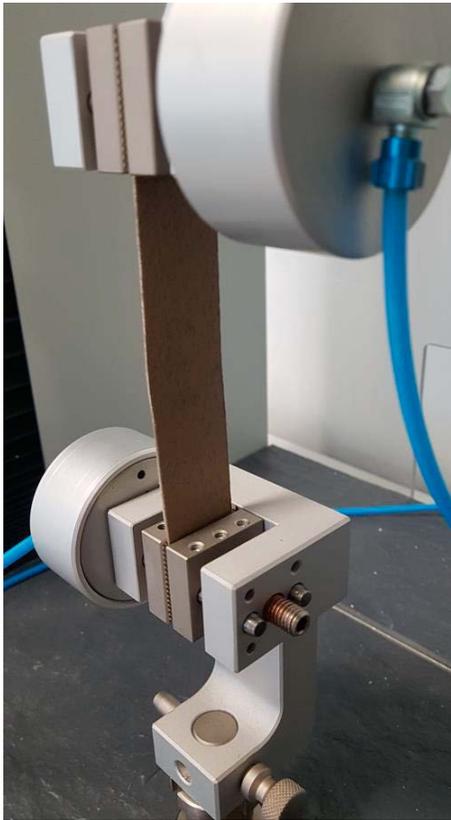
06/06/2023



# Test vaschette realizzate

*Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

## Risultati 054



*Curve tensione-deformazione per provini PLA 054*

*Provino 054 in macchina di test: prima (a) e dopo (b) rottura*



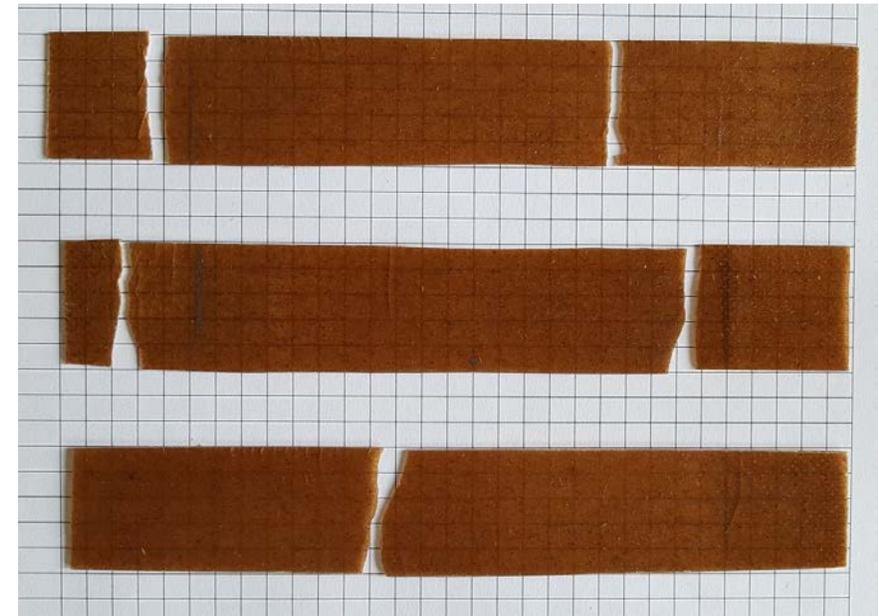
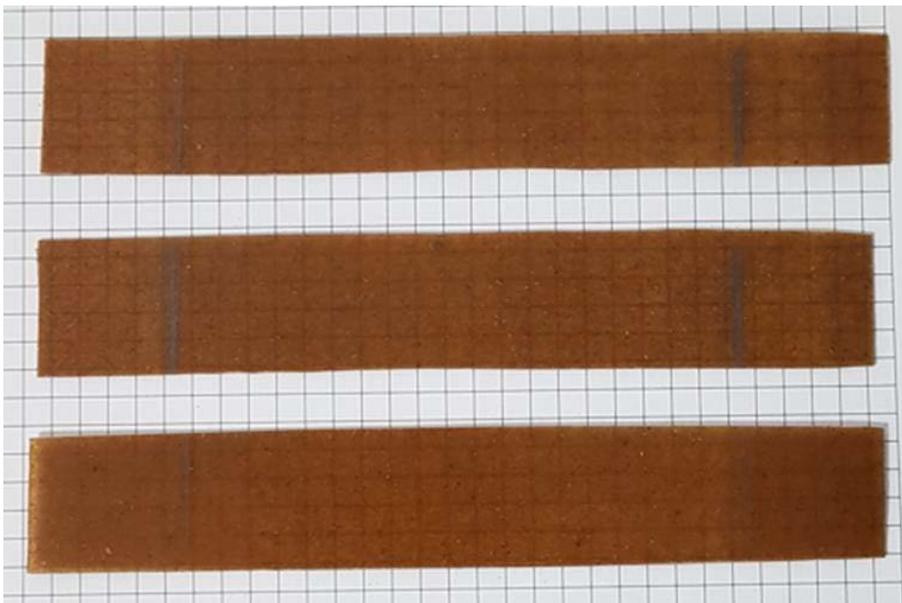
06/06/2023

# Test vaschette realizzate

## *Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

### **Risultati 046**

Tutti i provini di questo gruppo hanno subito rottura all'interno del tratto utile per la misura.  
La Figura illustra un'immagine dei provini, prima (a) e dopo (b) il test



*Immagine dei provini 046: prima (a) e dopo (b) rottura*

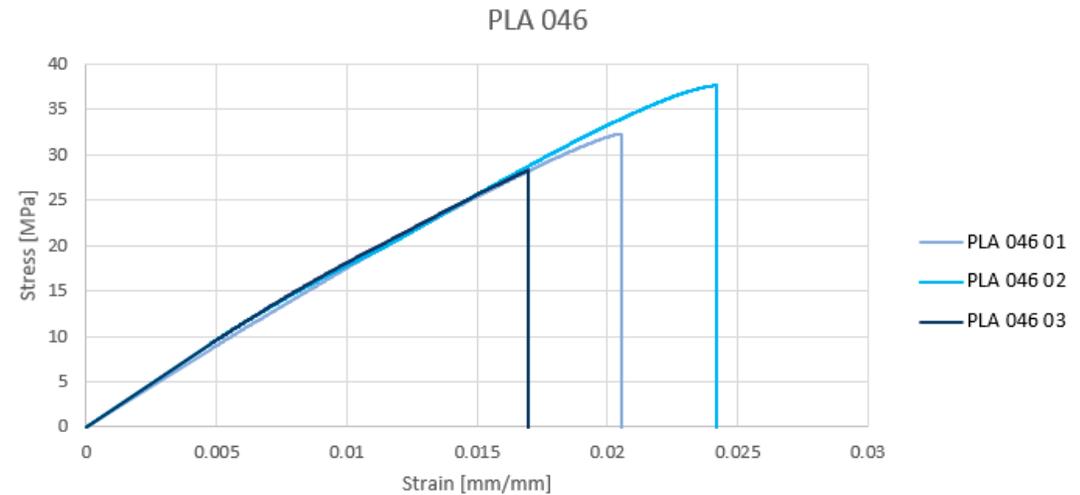
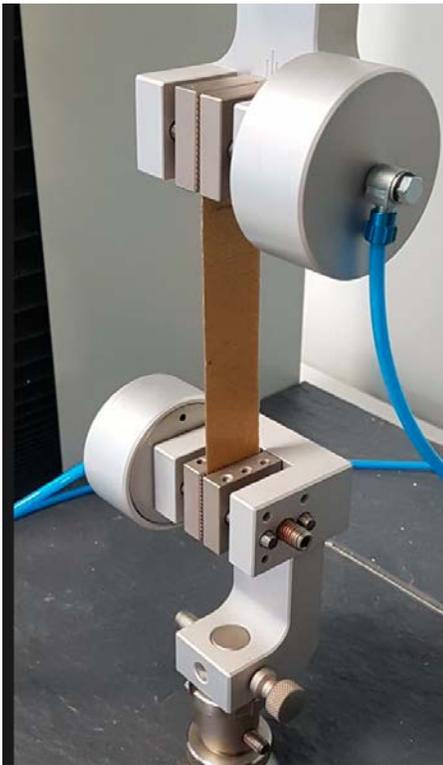


06/06/2023

# Test vaschette realizzate

*Test di compressione eseguiti su vaschette realizzate in Proplast*

## Risultati 046



*Curve tensione-deformazione per provini 046*



06/06/2023

# Test con nuove formulazioni

## Materiali

- PLA (Corbion Luminy® L105)
- Fieno micronizzato
- Plasticizzante, Triacetato di glicerolo (CAS 102-76-1, Sigma-Aldrich)

## Formulazioni preparate e testate:

- PLA puro (nome identificativo: PLA)
- PLA 80wt%, Fieno 20wt% (nome identificativo: PLA80-Fieno20)
- PLA 70wt%, Fieno 20wt%, Plasticizzante 10wt% (nome identificativo: PLA70-Fieno20-Plast10)
- PLA 55wt%, Fieno 30wt%, Plasticizzante 15wt% (nome identificativo: PLA55-Fieno30-Plast15)



06/06/2023

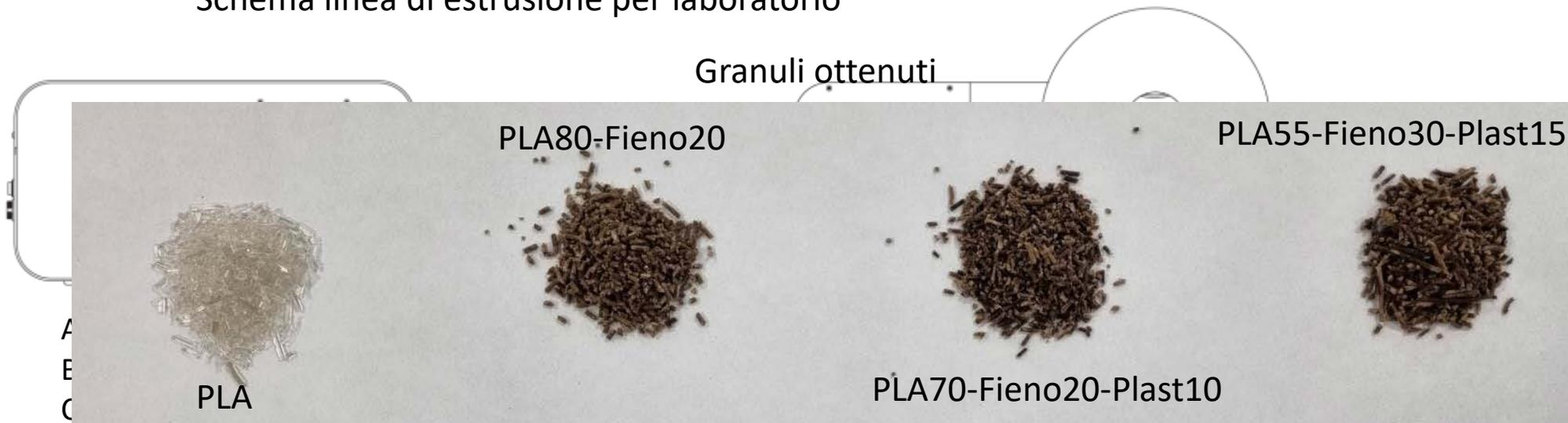


# Test con nuove formulazioni

## Metodi

- Il fieno è stato inizialmente setacciato meccanicamente a 50  $\mu\text{m}$  e trattato termicamente in forno a 80°C per circa 8 ore per allontanare l'acqua adsorbita
- Il PLA, il fieno e il plasticizzante sono stati estrusi insieme (temperatura di estrusione 185-195°C) con la produzione di un filamento composito, successivamente pellettizzato

Schema linea di estrusione per laboratorio



- D. Sensore ottico
- E. Sistema di tiraggio del filamento
- F. Avvolgitore



06/06/2023

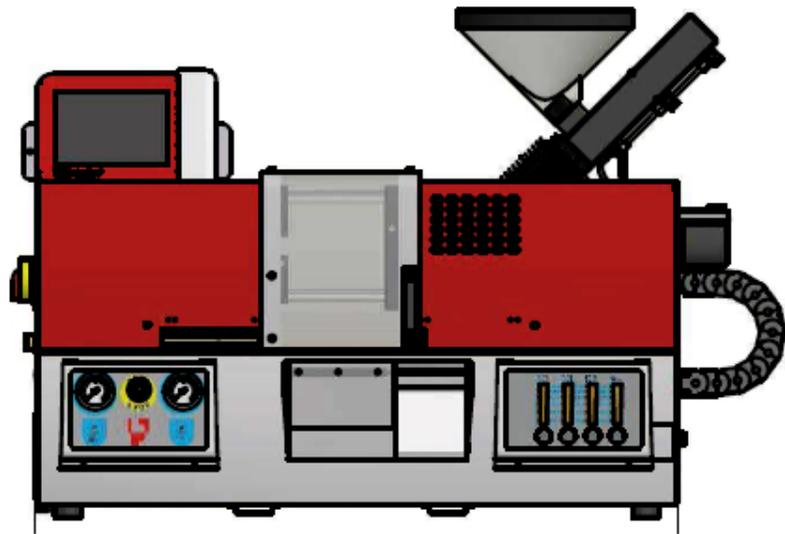


# Test con nuove formulazioni

## Metodi

- I granuli sono stati stampati a iniezione per la produzione di campioni di tipo 5A (ISO 527), utilizzati per la successiva caratterizzazione meccanica

Stampante a iniezione



Campioni stampati



PLA

PLA80-  
Fieno20

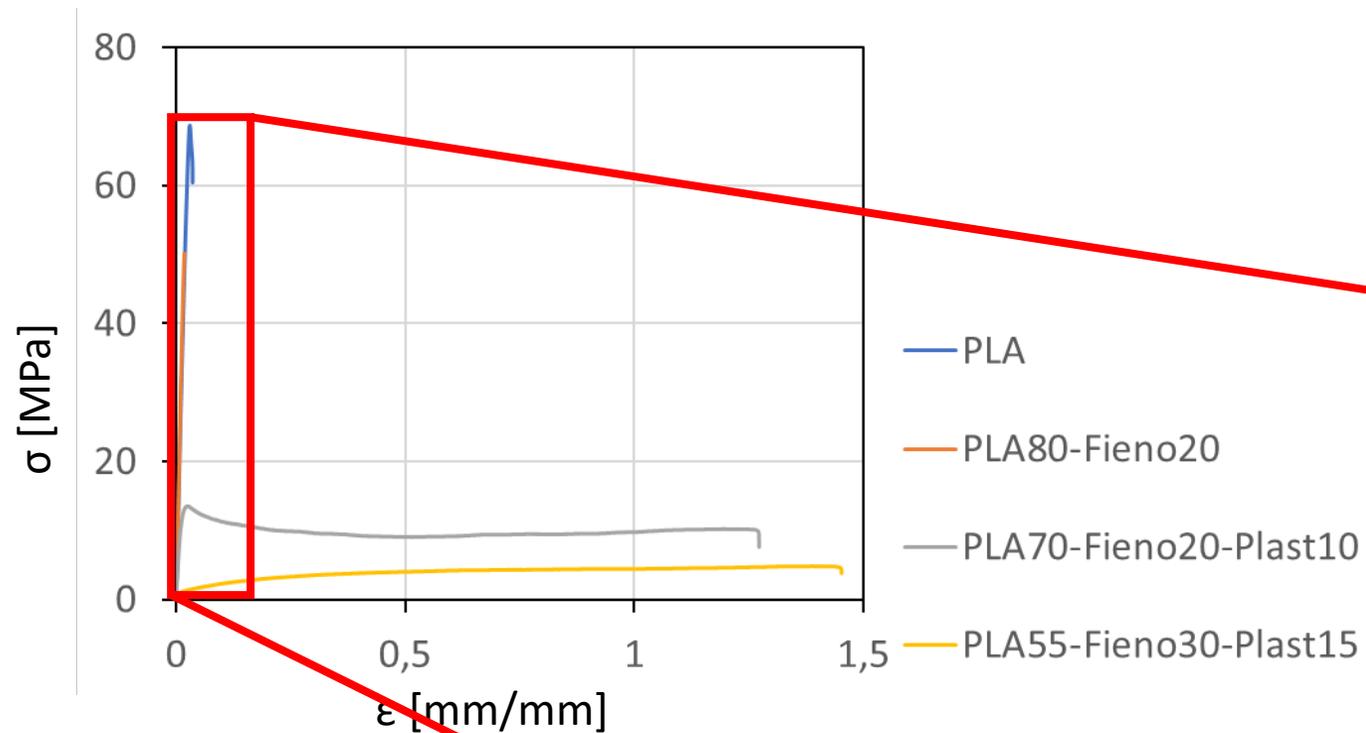
PLA70-  
Fieno20-  
Plast10

PLA55-  
Fieno30-  
Plast15



06/06/2023

# Caratterizzazione meccanica – Prova a trazione – Curve sforzo ( $\sigma$ )/deformazione( $\epsilon$ )



Campioni dopo la prova a trazione

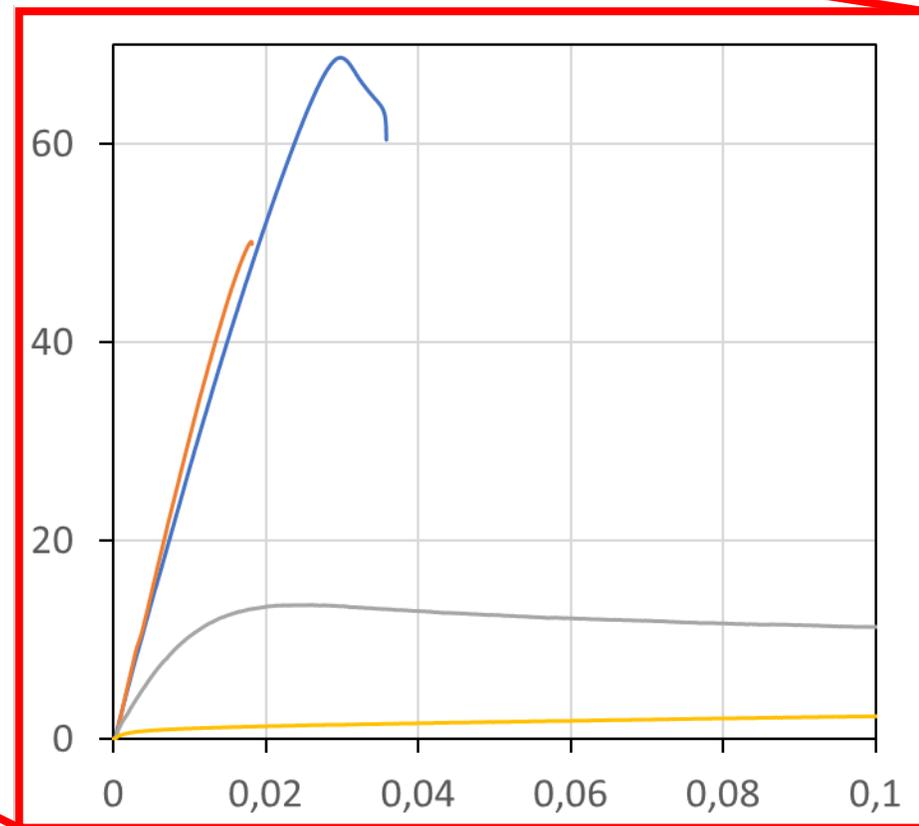


PLA

PLA80-  
Fieno20

PLA70-  
Fieno20-  
Plast10

PLA55-  
Fieno30-  
Plast15



## Proprietà meccaniche a trazione

	Modulo di Young, E [GPa]	Sforzo a snervamento, $\sigma_S$ [MPa]	Sforzo a rottura, $\sigma_R$ [MPa]	Deformazione, $\epsilon_R$	Tenacità, T [MJ/m <sup>3</sup> ]
PLA	2,98±0,09	69±12	60±4	0,036±0,004	0,46±0,06
PLA80-Fieno20	3,41±0,05	/	50±2	0,018±0,001	0,034±0,009
PLA70-Fieno20-Plast10	1,39±0,07	14±5	8±2	1,27±0,03	7,68±0,09
PLA55-Fieno30-Plast15	0,27±0,08	/	4±1	1,45±0,05	3,01±0,09

- L'aggiunta di solo fieno ha l'effetto di irrigidire e infragilire la matrice polimerica (nel campione PLA80-Fieno20, E aumenta ma diminuiscono gli altri parametri, soprattutto  $\epsilon_R$  e T)
- Il plasticizzante aggiunto insieme al fieno permette di mantenere una certa rigidità del materiale, ma conferisce soprattutto maggiore lavorabilità (nel campione PLA70-Fieno20-Past10, E è circa la metà del PLA puro ma aumentano di circa 16 volte  $\epsilon_R$  e T)
- L'eccesso di plasticizzante, anche in presenza di notevoli quantità di fieno, determina una diminuzione generalizzata delle proprietà meccaniche (il campione PLA55-Fieno30-Plast15 risulta molto flessibile ma scarsamente rigido e resistente).



**UNIONE EUROPEA**  
Fondo Europeo Agricolo  
per lo Sviluppo Rurale



**Regione Emilia-Romagna**

L'Europa investe nelle zone rurali

# Grazie per l'attenzione



**CIPACK**

