

FLAMMRESISTENZ VON PLA-PARTIKELSCHAUM

Dr. Carl-Christoph Höhne, Robert Schmidt

23.06.2021, Vortrag, FGK Arbeitskreis „Flammschutz“, Online-Meeting



Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT

Gründung:	1959
Mitarbeiter:	542
Gesamthaushalt 2021:	46,0 Mio. €
Gesamtfläche:	210.000 m ²
Laboratorien, Büros, Technika, Werkstätten, Prüfstände, Infrastruktur:	27.324 m ²

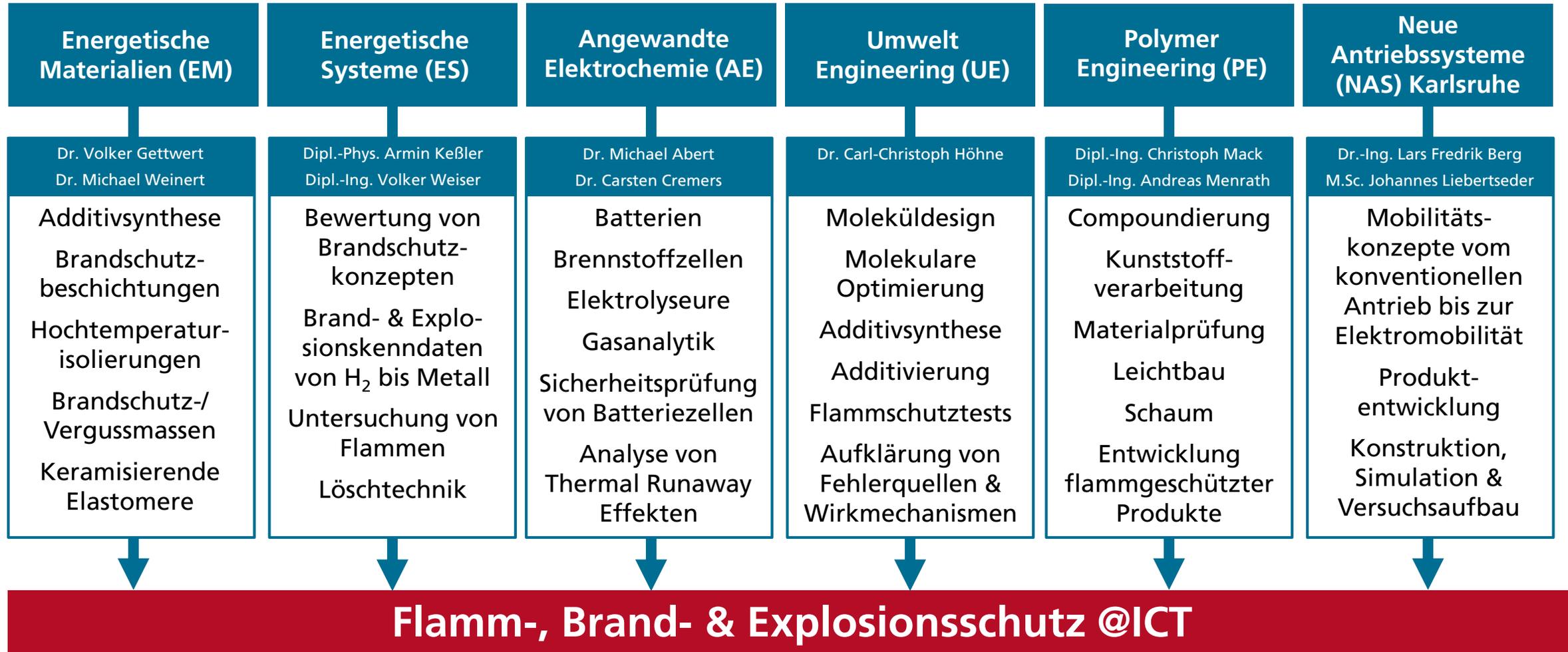
Kernkompetenzen:



Fraunhofer ICT, Pfinztal-Berghausen bei Karlsruhe

Flamm-, Brand- & Explosionsschutz @ICT

Kompetenzen & Ansprechpartner

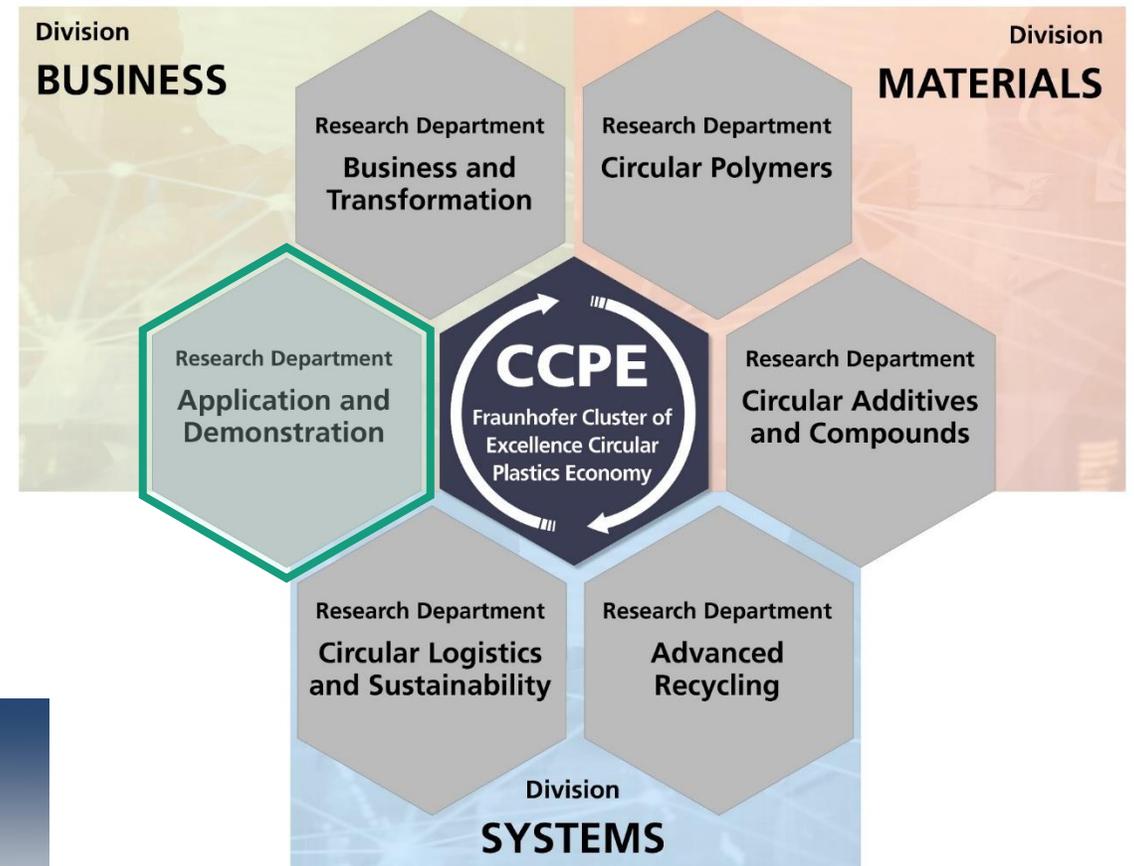


Research Department: Application and Demonstration

- Zusammenführung von im Cluster entwickelten, nachhaltigen Einzellösungen im Bereich der Kunststofftechnik
- Demonstration anhand zweier Anwendungsbeispiele
 - Zirkulärer Kindersitz
 - Zirkuläre Mehrwegtransportverpackung
- **Mehrwegtransportverpackung:**
 - Monomaterial-Ansatz unter Einsatz von PLA als nachhaltiges Biopolymer



FORSCHUNGSAGENDA UND STRUKTUR



Partikelschaumtechnologie am Fraunhofer ICT

- Material- und Prozessentwicklung im Bereich **thermoplastischer Partikelschäume**
 - Kommerzielle Materialien (EPS, EPP, etc.)
 - Technische Polymere (EPET, EPA, etc.)
 - Biopolymere (EPLA, etc.)
- **Vollständige Prozesskette** vom Polymer bis zum Schaumbauteil abbildbar
 - Partikelschaumextrusions- und Autoklavprozesse für direktgeschäumter oder gasbeladener Granulate
 - Dampfbasiertes Vorschäumen gasbeladener Granulate
 - Dampf- oder radiofrequenzbasierte Versinterung zu Schaumbauteilen
- Ergänzende **Charakterisierungen**
 - Polymere (Schmelzefestigkeit, MFI, mech. Eigenschaften)
 - Schäume (Dichte, Zellstruktur mittels REM, mech. Eigenschaften, Flammschutz, etc.)



Partikelschaumentwicklung PLA

- Untersuchung von **9 kommerziellen PLA Typen** als Granulat
- Herstellung **gasbeladener Granulate mit und ohne Einsatz** eines kommerziellen **Flammschutzmittels** (Flamestab NOR 116, BASF)
 - Doppelschneckenextruder L/D40
 - Unterwassergranulierung
- **Dampfbasierter Vorschäumprozess** mit Zieldichten 25 g/L und 50 g/L
- **2 konvektionsbasierte Versinterungsprozesse**
 - Variothermes Werkzeug (Eigenbau)
 - Holzformen im Konvektionsofen



Extrusion



Rohmaterial



Gasbeladenes Granulat



Vorschäumen



Vorgeschäumte Partikel



Versintern



Produkt



PLA-Partikelschaum - untersuchte Materialsysteme



#	Typ	Hersteller	MFI (210 °C / 2.16 kg)	Tg / °C	mp / °C	Xc / %
PLA-1	4032 D	NatureWorks LLC	7 g / 10 min ^[33]	61	171	42,8
PLA-2	4060 D	NatureWorks LLC	9 g / 10 min	56	amorph	-
PLA-3	6302 D	NatureWorks LLC	15-20 g / 10 min ^[34]	57	amorph	-
PLA-4	7032 D	NatureWorks LLC	7 g / 10 min	61	170	42,6
PLA-5	8052 D	NatureWorks LLC	14 g / 10 min ^[35]	60	155	34,6
PLA-6	BF2004	Synbra	35 g / 10 min	59	155	34,0
PLA-7	BF2005	Synbra	32 g / 10 min	59	151	25,8
PLA-8	Luminy L175	Total Corbion	8 g / 10 min ^[36]	60	180	51,4
PLA-9	Luminy LX175	Total Corbion	6 g / 10 min ^[37]	60	158	37,3

Klassierung der PLA Typen:

- **Schmelzpunkt 150-160 °C** (PLA-5, PLA-6, PLA-7, PLA-9)
- **Schmelzpunkt 170-180 °C** (PLA-1, PLA-4, PLA-8)
- **Kein Schmelzpunkt (amorph)** (PLA-2, PLA-3)

^[33] Ingeo™ Biopolymer 4032D Technical Data Sheet, NW4032DGEN_051815V1.

^[34] Ingeo™ Biopolymer 6302D Technical Data Sheet, NW6302D_051815V1.

^[35] Ingeo™ Biopolymer 8052D Technical Data Sheet, NW8052D_051815V1.

^[36] LUMINY® L175 Product Data Sheet, 2019.

^[37] LUMINY® LX175 Product Data Sheet, 2019.

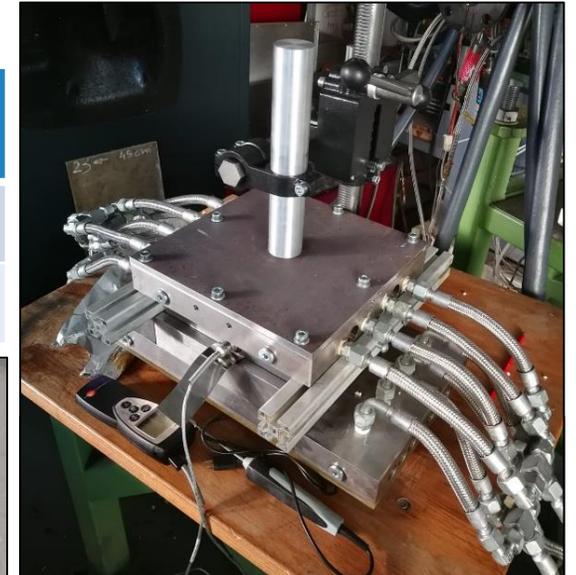
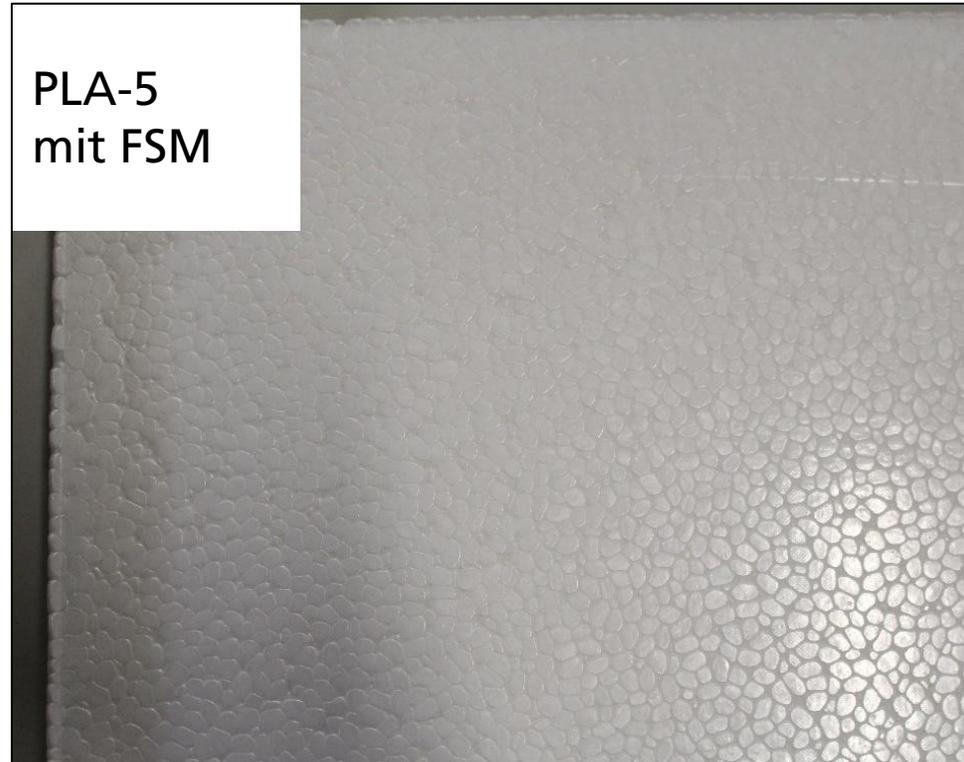
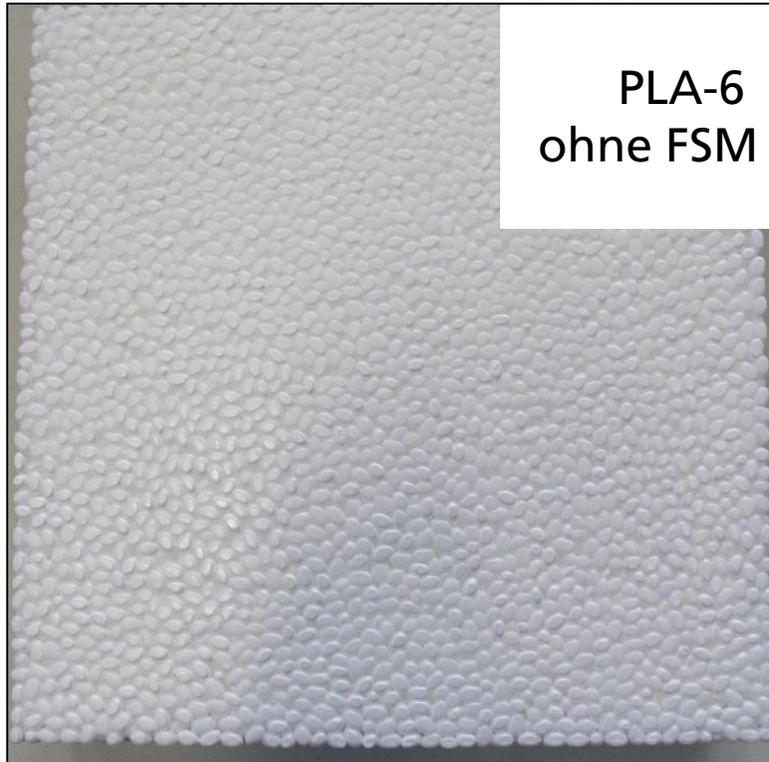
Partikelschaumtechnologie

Bauteile aus PLA

Abmaße der Bauteile:

- 200 x 200 x 50 mm
- 500 x 500 x 50 mm

#	MFI (210 °C / 2.16 kg)	Tg / °C	mp / °C	Xc / %
PLA-5	14 g / 10 min	60	155	34,6
PLA-6	35 g / 10 min	59	155	34,0



PLA-Partikelschaum - Verarbeitungseigenschaften der PLA-Typen

	PLA-1	PLA-3	PLA-4	PLA-5	PLA-6	PLA-7	PLA-8	PLA-9
geringe Dichte / g/L	Probleme beim Versintern	30	Probleme beim Versintern	34	40	39	Probleme beim Versintern	34
hohe Dichte / g/L		53		52	77	75-81		53
+1,5 % FSM geringe Dichte / g/L	Probleme beim Versintern	37	Probleme beim Versintern	26	33-35	31	Probleme beim Versintern	32-34
+1,5 % FSM hohe Dichte / g/L		58		50	55	48		60

FSM: Flamestab® NOR116, BASF; thermisch induzierter Radikalgenerator

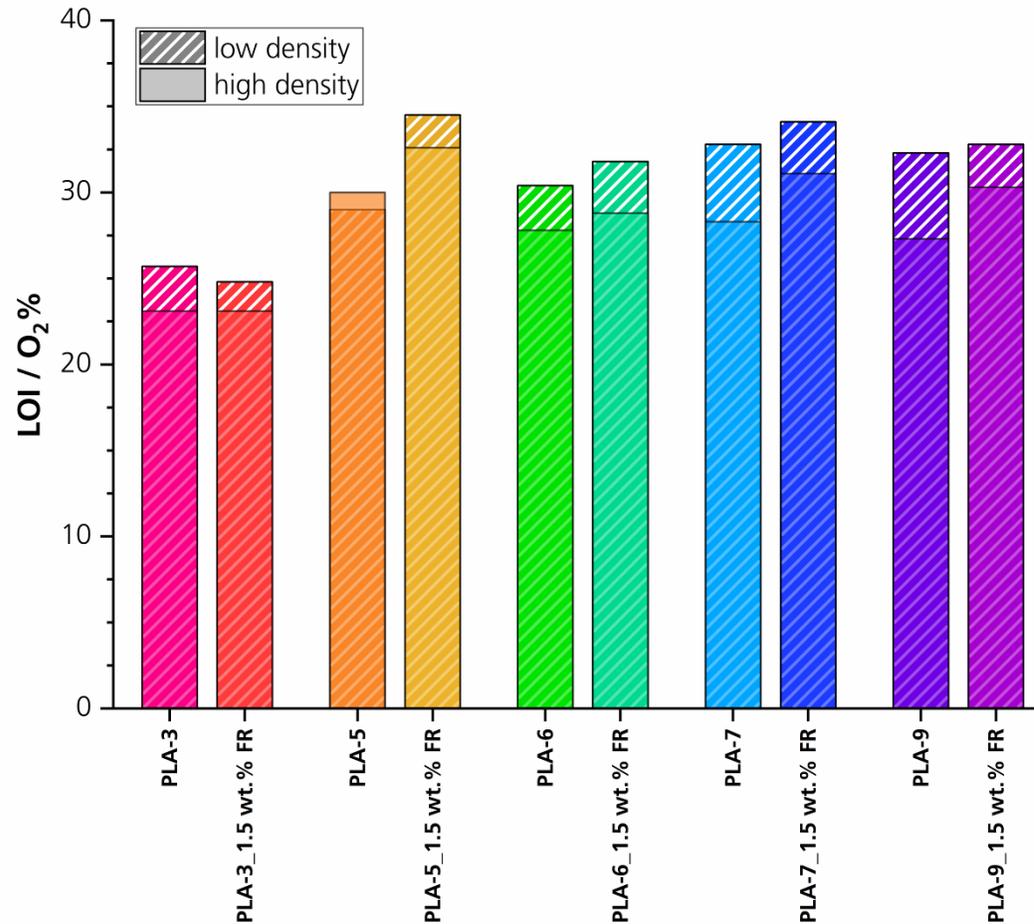
Verhalten der PLA Typen bei der Partikelschaumverarbeitung:

- **Schmelzpunkt 150-160 °C (PLA-5, PLA-6, PLA-7, PLA-9)**
→ gut geeignet für Partikelschaumbauteile (teilweise Versinterung zu optimieren)
- **Schmelzpunkt 170-180 °C (PLA-1, PLA-4, PLA-8)**
→ nicht geeignet für Partikelschaumbauteile (hergestellt im Wasserdampfprozess)
- **Kein Schmelzpunkt (amorph) (PLA-2, PLA-3)**
→ gut geeignet für Partikelschaumbauteile



PLA-Partikelschaum - Limitierender Sauerstoffindex (LOI)

#	FSM / %	Dichte / g/L	LOI / O ₂ %
PLA-3	0	30	25,7 ± 0,48
		53	23,1 ± 0,38
	1,5	37	24,8 ± 0,27
		58	23,1 ± 0,38
PLA-5	0	34	29,0 ± 0,40
		52	30,0 ± 0,40
	1,5	26	34,5 ± 0,40
		50	32,6 ± 0,38
PLA-6	0	40	30,4 ± 0,38
		77	27,8 ± 0,27
	1,5	33-35	31,8 ± 0,27
		55	28,8 ± 0,27
PLA-7	0	39	32,8 ± 0,27
		75-81	28,3 ± 0,27
	1,5	31	34,1 ± 0,38
		48	31,1 ± 0,38
PLA-9	0	34	32,3 ± 0,27
		53	27,3 ± 0,27
	1,5	32-34	32,8 ± 0,27
		60	30,3 ± 0,48

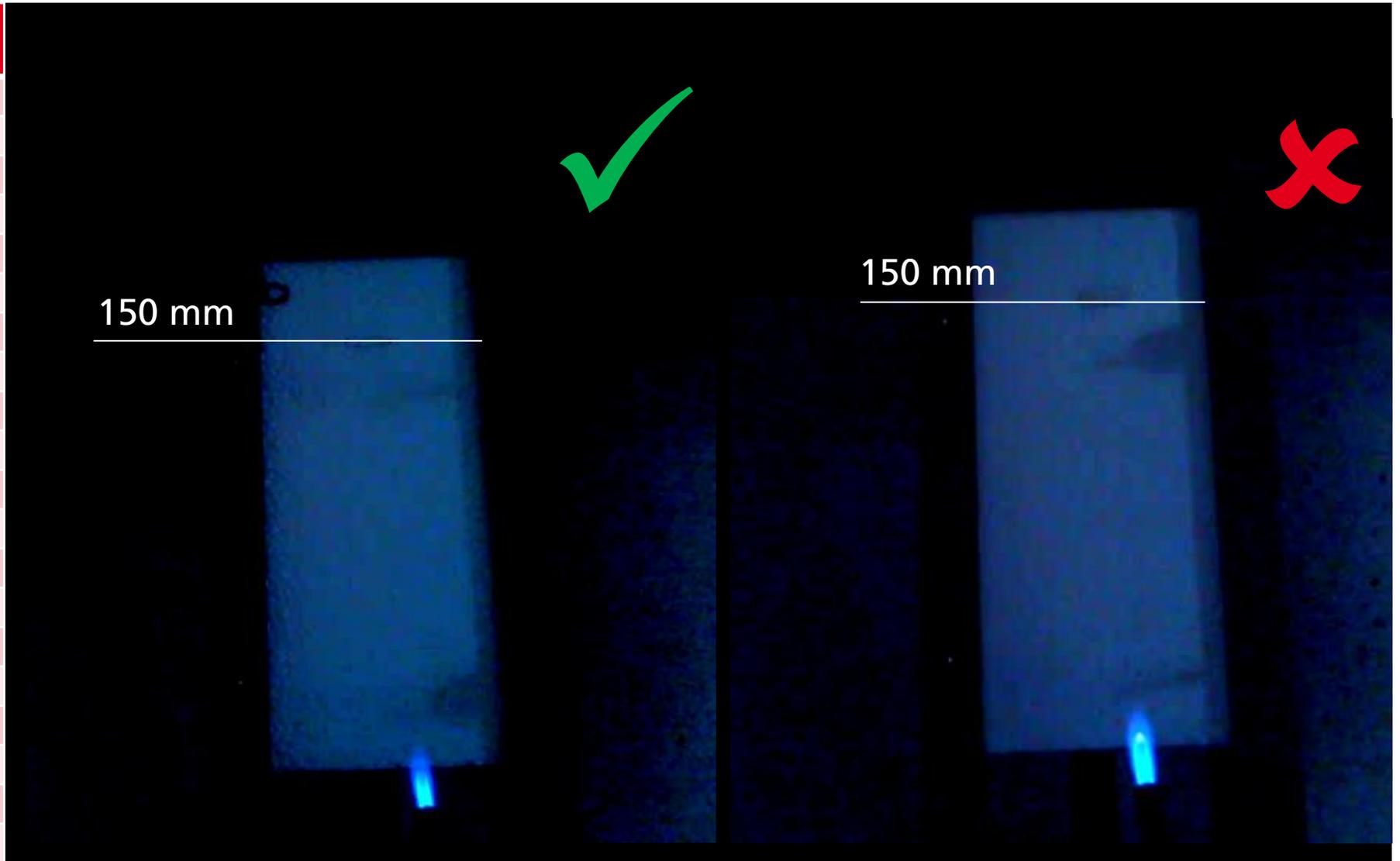


Verhalten im LOI Test:

- LOI steigt mit sinkender Dichte
- FSM: schwache LOI-Erhöhung
- **Kein Schmelzpunkt (amorph) (PLA-3)**
→ niedrigsten LOI-Werte
- **Schmelzpunkt 150-160 °C (PLA-5, PLA-6, PLA-7, PLA-9)**
→ LOI-Werte der vier PLA-Typen von gleicher Größenordnung

PLA-Partikelschaum - DIN 4102-1 B2-Test

#	FSM / %	Dichte / g/L	DIN 4102-1 B2 Test
PLA-3	0	30	fail
		53	fail
	1,5	37	pass
		58	fail
PLA-5	0	34	pass
		52	pass
	1,5	26	pass
		50	pass
PLA-6	0	40	pass
		77	pass
	1,5	33-35	pass
		55	pass
PLA-7	0	39	pass
		75-81	pass
	1,5	31	pass
		48	pass
PLA-9	0	34	pass
		53	pass
	1,5	32-34	pass
		60	pass



PLA-Partikelschaum - Cone Kalorimetrie: Heat Release Rate

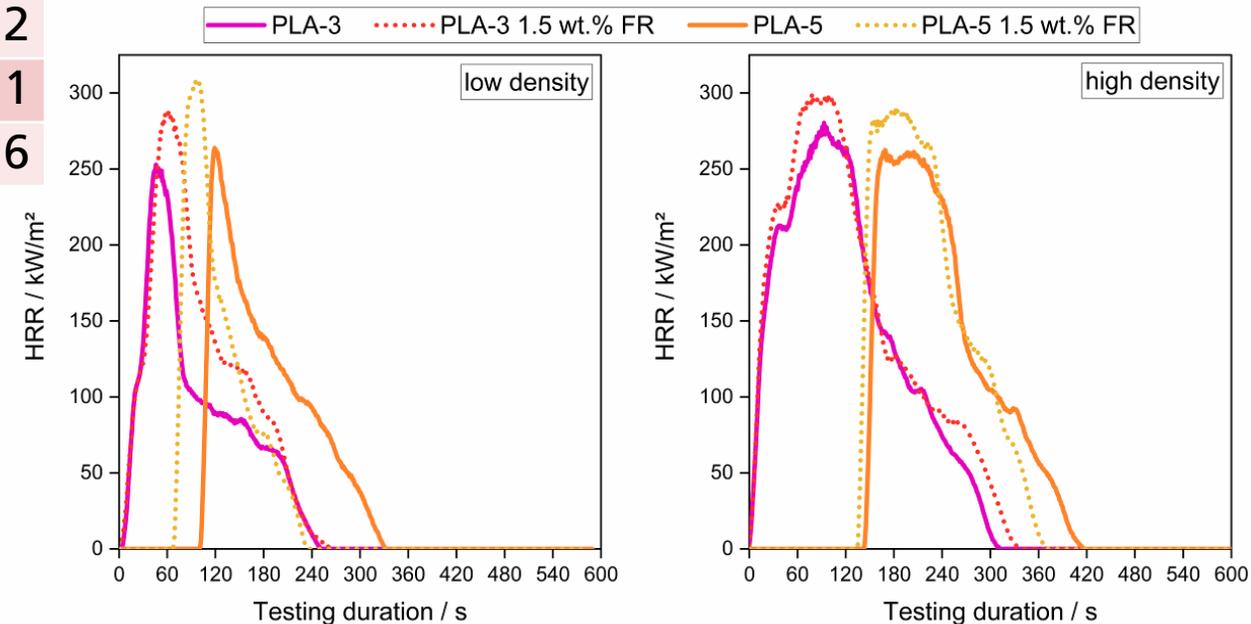
#	FSM / %	Dichte / g/L	TTI / s	pHRR / kW/m ²	THR / MJ/m ²
PLA-3	0	30	5 ± 1	244 ± 15	23,4 ± 2,6
		53	2 ± 0	283 ± 3	44,9 ± 1,5
	1,5	37	4 ± 2	265 ± 34	29,8 ± 1,8
		58	2 ± 0	287 ± 12	50,4 ± 4,9
PLA-5	0	34	99 ± 4	274 ± 10	27,0 ± 1,7
		52	144 ± 16	267 ± 10	36,8 ± 2,2
	1,5	26	71 ± 4	303 ± 7	21,2 ± 1,1
		50	134 ± 7	282 ± 6	41,1 ± 1,6

Heat flux: 35 kW/m²

- TTI: Time to ignition (s)
- HRR: Heat release rate (kW/m²)
- PHRR: Peak heat release rate (kW/m²)
- THR: Total heat release (MJ/m²)

Verhalten im Cone Kalorimeter (HRR):

- Verhalten des PLA-Typs **Kein Schmelzpunkt (amorph)** (PLA-3) gleicht dem des PLA-Typs **Schmelzpunkt 150-160 °C** (PLA-5) → jedoch sind die beobachteten Effekt für PLA-Typ **Schmelzpunkt 150-160 °C** zeitlich verzögert (ca. 1-2 min)



PLA-Partikelschaum - Cone Kalorimetrie: FPI, FIGRA & Mass Loss

#	FSM / %	Dichte / g/L	FPI / sm ² /MW	FIGRA / W/s
PLA-3	0	30	21 ± 5,4	57 ± 6,6
		53	7 ± 0,1	80 ± 4,2
	1,5	37	14 ± 9,8	49 ± 2,7
		58	7 ± 0,3	86 ± 5,4
PLA-5	0	34	362 ± 25,1	20 ± 1,0
		52	540 ± 78,4	14 ± 1,7
	1,5	26	235 ± 19,6	29 ± 2,2
		50	475 ± 27,7	16 ± 1,0

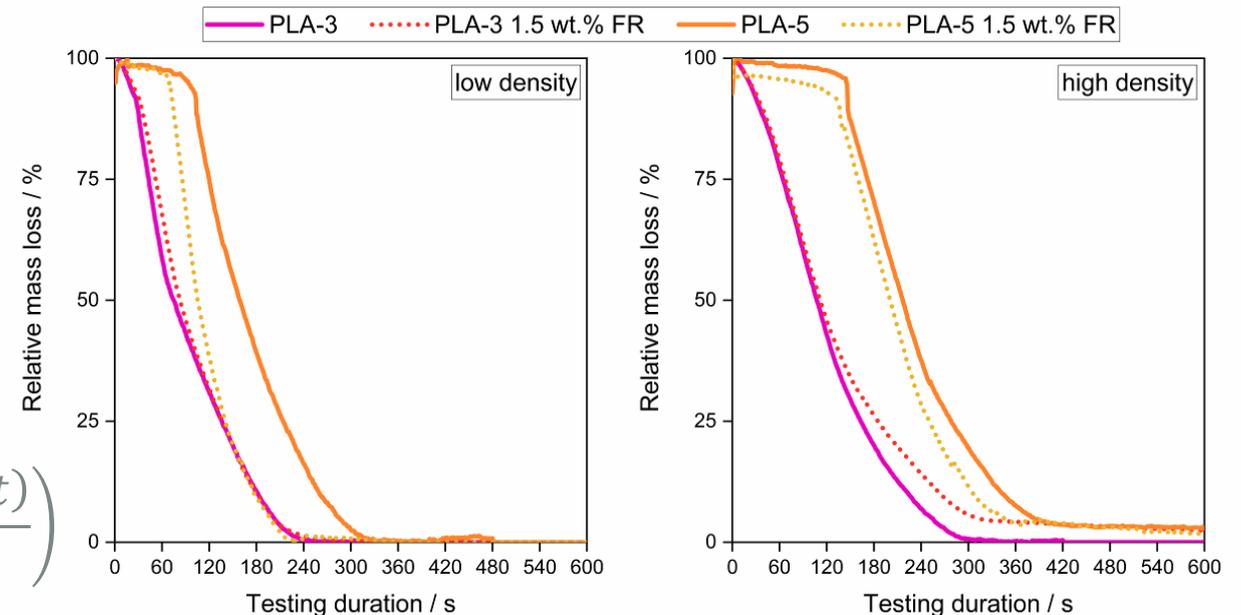
Verhalten im Cone Kalorimeter:

- PLA-Typ **Schmelzpunkt 150-160 °C (PLA-5)** zeigt einen höheren Sicherheitsrang (höherer FPI, geringere FIGRA) als PLA-Typ **Kein Schmelzpunkt (amorph) (PLA-3)**
- Der Masseverlust von PLA-Typ **Schmelzpunkt 150-160 °C (PLA-5)** ist verzögert.
- Das FSM zeigt einen schwachen Einfluss

Heat flux: 35 kW/m²

- FPI:** Fire performance index (sm²/MW) $FPI = \frac{TTI}{pHRR}$

- FIGRA:** Fire growth rate (W/s) $FIGRA = \max\left(\frac{HRR(t)}{t}\right)$



Flammresistenz von PLA-Partikelschaum

Zusammenfassung



Verhalten der PLA Typen:

- **Schmelzpunkt 170-180 °C**
 - *Verarbeitung*: nicht geeignet für Partikelschaumbauteile (hergestellt im Wasserdampfprozess)
- **Kein Schmelzpunkt (amorph)**
 - *Verarbeitung*: gut geeignet für Partikelschaumbauteile
 - *Flammschutz*: unzureichende Flammresistenz
(unmittelbare Entzündung bei Cone Kalorimetrie; DIN 4102-1 B2 nicht bestanden)
- **Schmelzpunkt 150-160 °C**
 - *Verarbeitung*: gut geeignet für Partikelschaumbauteile (teilweise Versinterung zu optimieren)
 - *Flammschutz*: Hinreichende Flammresistenz ohne Flammschutzmittelzusatz
(Cone Kalorimetrie: verzögerte Entzündung; DIN 4102-1 B2 ohne FSM bestanden)
 - *Circular Plastic Economy*: Gesteigerte Kreislauffähigkeit für flammresistente Additiv-arme (FSM-frei) Partikelschäume erwartet
- **Flammschutzmittel**: Thermisch induzierter Radikalgenerator zeigt (schwache) Flammschutzwirkung auf PLA-Partikelschaum im LOI und DIN 4102-1 B2 Test



Vielen Dank



CCPE Networking Meeting (Darmstadt, 26th and 27th September 2019)