

# *Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten*

Dr. Sebastian Hörold, Clariant Produkte (Deutschland) GmbH



Exactly your chemistry.

**SKZ Fachtagung Kunststoffstoffe, Brandschutz und  
Flammschutzmittel**

**5.- 6.12. 2007**

# Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

## ■ Produktbeschreibung Phosphinate

## ■ Anwendung in Polyamiden

- Polyamid 6&66 GF
- Aromatische Polyamide

## ■ Polyester

- PBT GF V-0 Rezepturvergleich
- Glühdrahtbeständigkeit
- PET & TPE-E

## ■ Zusammenfassung



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

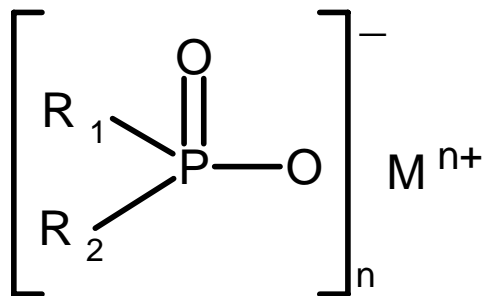
Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit  
Phosphinaten

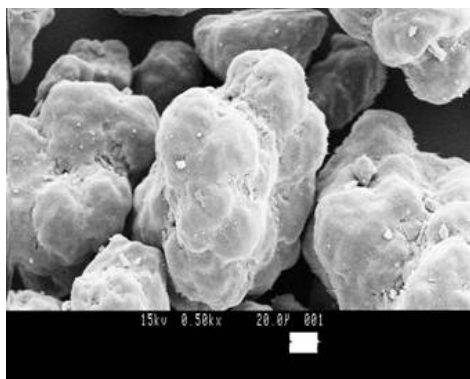
ATPG  
R & D Flame Retardants

# Organische Metall Phosphinate

## ■ Phosphinate



- pulverförmig
- hoher Phosphorgehalt
- sehr hydrophob
- geringe Löslichkeit
- niedrige Dichte
- thermisch stabil bis 350°C



## Phosphinate

### Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

## Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Produktion der Phosphinate

Großtechnische Produktionsanlage in Betrieb seit August 2004

## Phosphinate

### Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

## Zusammenfassung



**Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten**

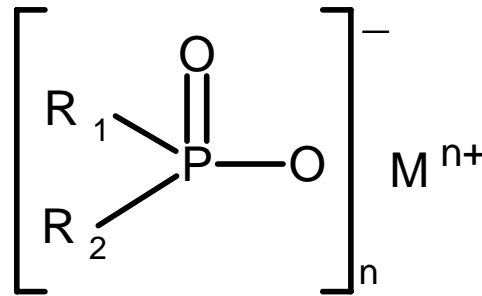
ATPG  
R & D Flame Retardants

04.10.2007

Slide 4

# Phosphinate als Flammschutzmittel

- Phosphinate



- halogenfrei
- Wirken in der Gasphase und der kondensierten Phase
- Rückstand besteht aus anorg. Phosphaten
- Keine Migration und Ausblühung
- Keine Emissionen

- WEEE&ROHS konform



## Phosphinate

### Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

## Zusammenfassung

### Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Phosphinate – eine wachsende Zahl von Anwendungen

## Phosphinate

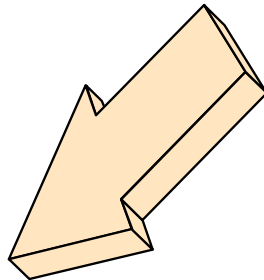
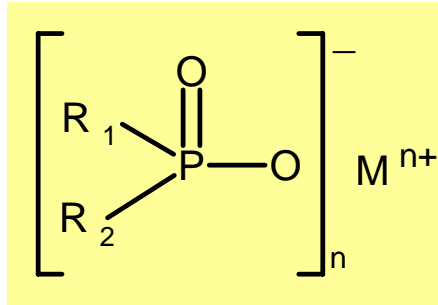
### Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

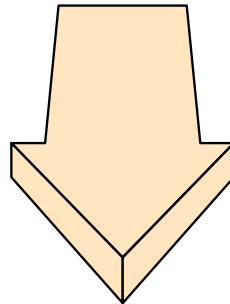
### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

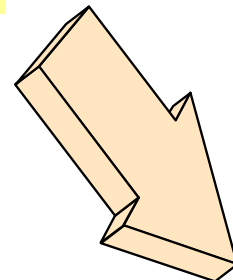
### Zusammenfassung



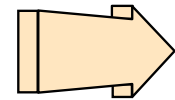
**Polyamide**  
**PA 6&66 GF**  
**PPA GF**



**Polyester**



**Elastomere**



**andere**

# Phosphinate für PA 6-GF

## Dosierung für UL 94 V-0

Phosphinate

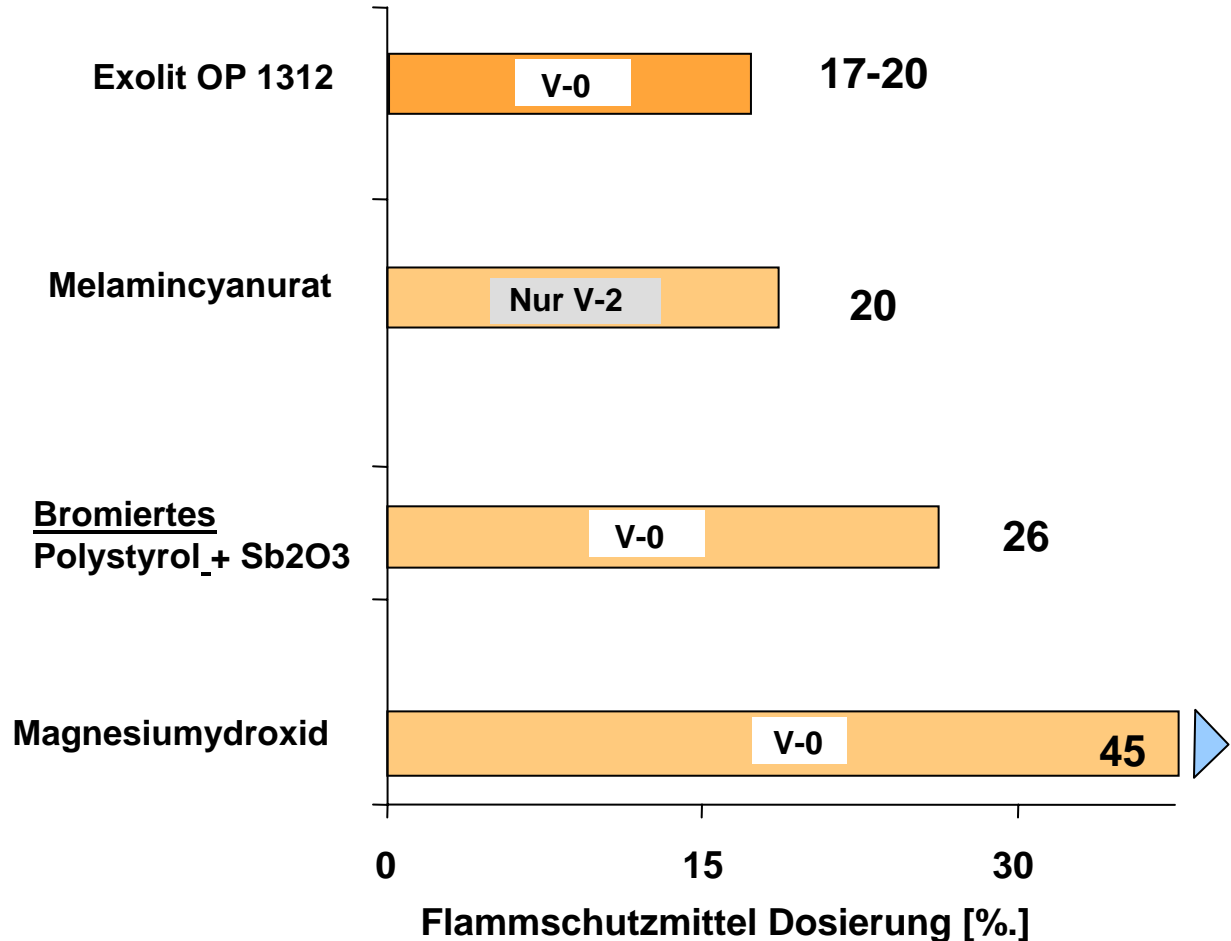
Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

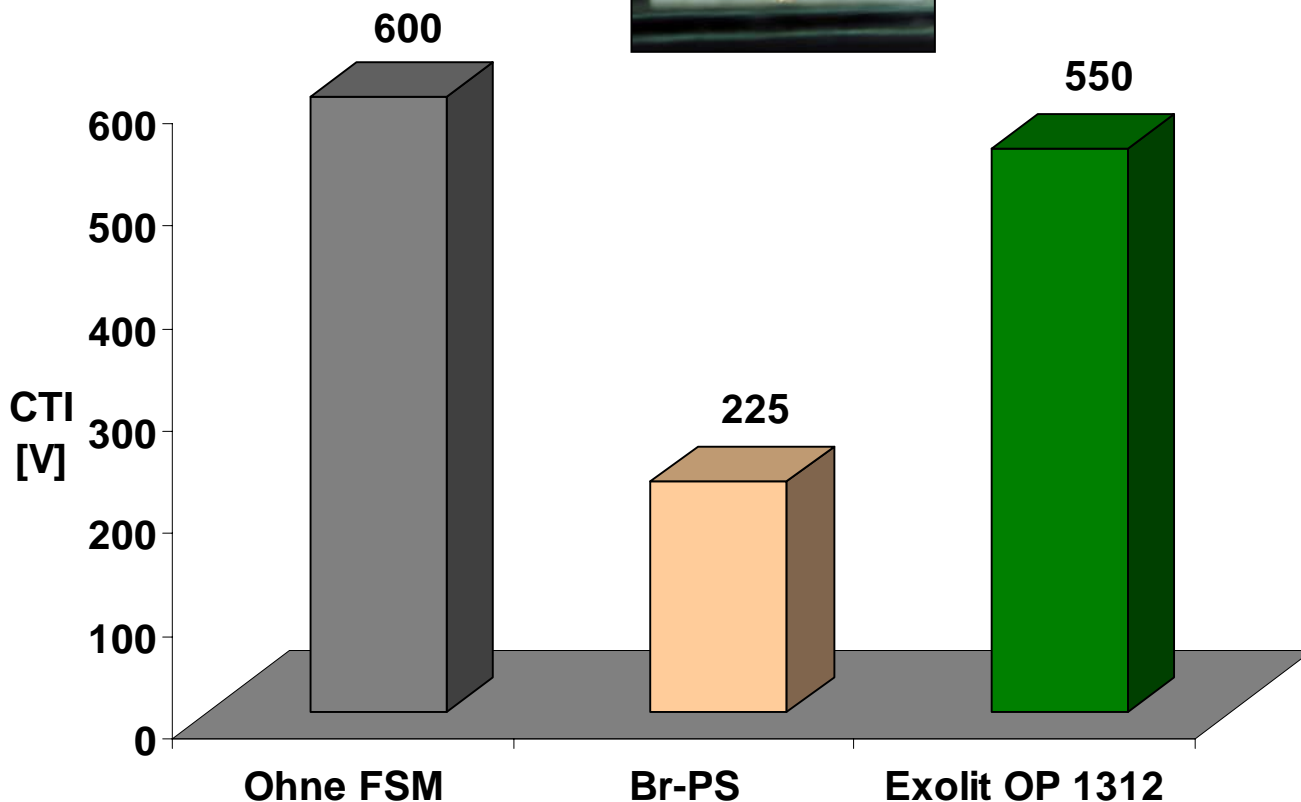


Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Comparative Tracking Index (CTI)

- Polyamid 6 GF 30
- mit OP 1312 600V in PA 66 GF



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

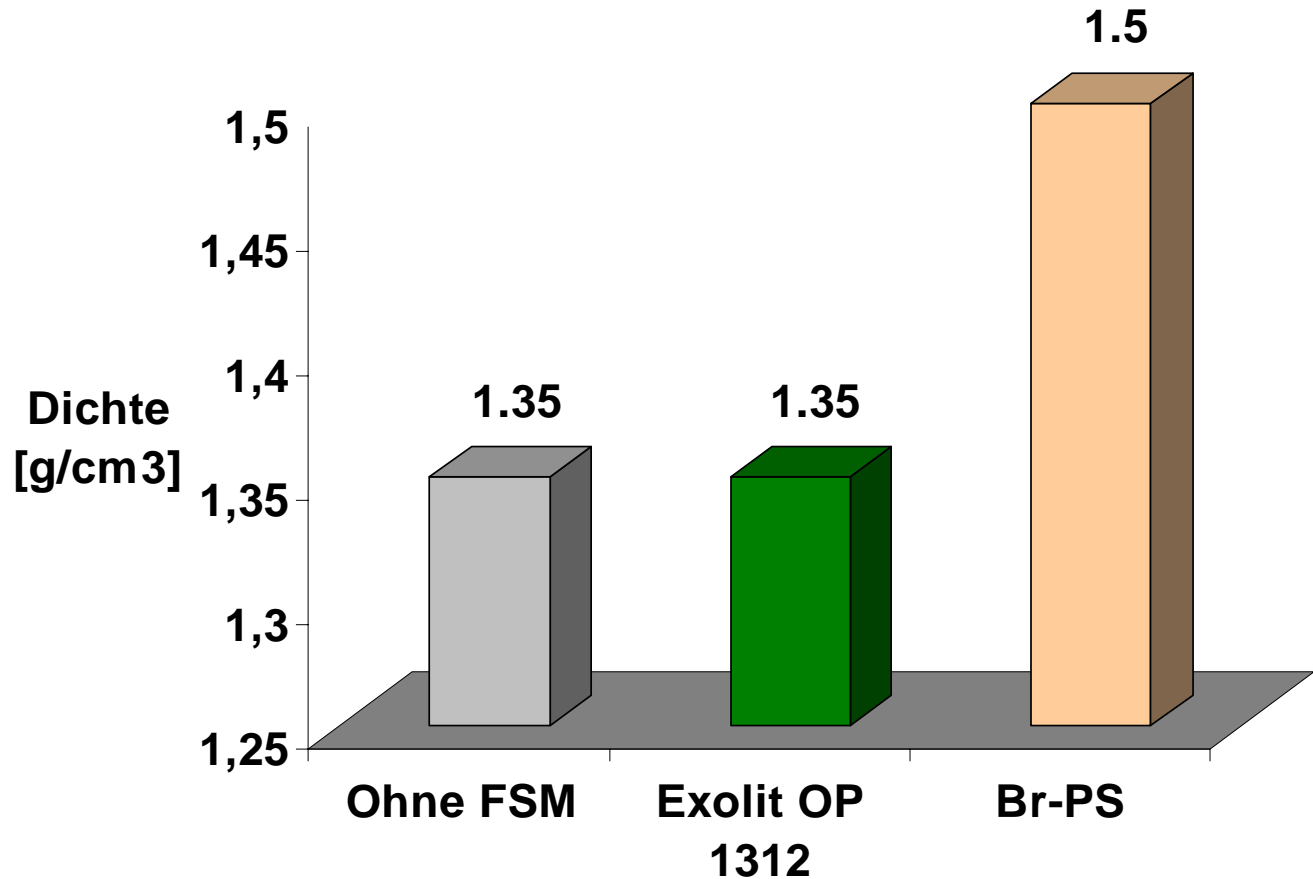
Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants



# Dichte der PA 6 GF 30 Compounds

■ Polyamid 6 GF 30



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# *Laser Beschriften von PA 66 GF*

- mit 18 % Exolit OP 1312
- Helle Anwendungen
  - 0.3 wt.-% Iriodin<sup>®</sup> LS 825
- Dunkle Anwendungen
  - 0.3 wt.-% Iriodin<sup>®</sup> LS 835



- Nd:YAG - Laser; 1064 nm; Markierungszeit 3 s

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

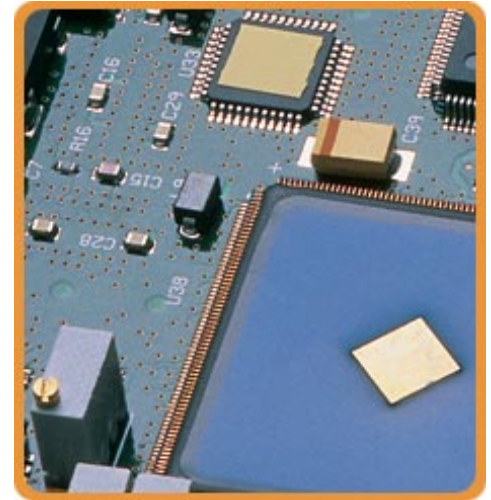
Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Phosphinate für Hochtemperatur Polyamide

- exzellente elektrische Eigenschaften
- V-0 bis 0,4 mm und GWIT 775°C
- sehr gute mechanische Werte
- Kostenvorteile gegenüber Hochleistungswerkstoffen wie LCP



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&6 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

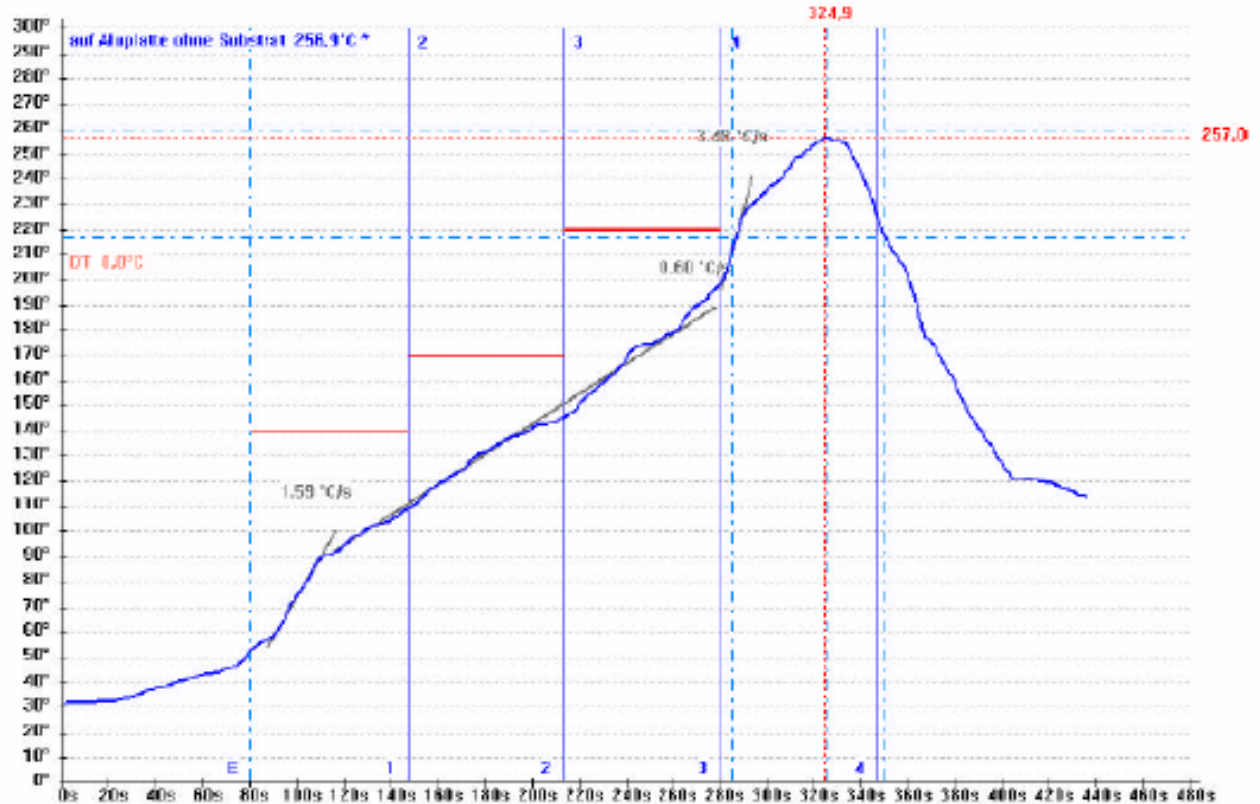
ATPG  
R & D Flame Retardants

# Temperaturprofil im Reflow Ofen

**Lötanlage:** Heraeus FCI-V/20

**Profilname:** Profil 71\_350°C

**Messpunkt:** Mitte Aluminiumträger (260 x 180 x 1,5 mm<sup>3</sup>)



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

# *Exolit OP 1230 für bleifreies Löten*

■ PA-HT GF30

mit 15% Exolit OP 1230



- Lagerung: JEDEC-J-Std 020C (MSL 2) 85°C / 60% rel. Feuchte
- Reflow Ofen 260°C Temperaturspitze
- Kein blistering, keine Verfärbung

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit  
Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Flammschutzmittel für Polyester

## ■ Halogen-frei:

Phosphinate  
(Melamincyanurat)  
(roter Phosphor)

## ■ Halogen-haltig:

- Polybromobenzylacrylat FR 1025 (ICL)
- Ethylene-bis(tetrabromophthalimid) Saytex BT-93 (Albemarle)
- Brompolystyrol diverse Produkte
- Carbonat Oligomer von Tetrabromobisphenol A BC 52 (Chemtura)  
BC 58



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&6 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

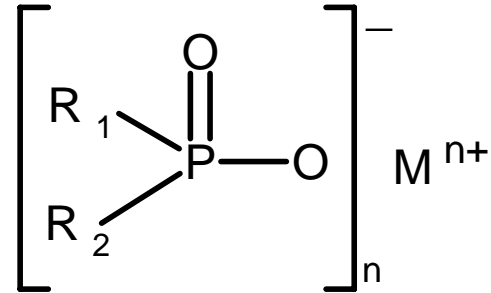
Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

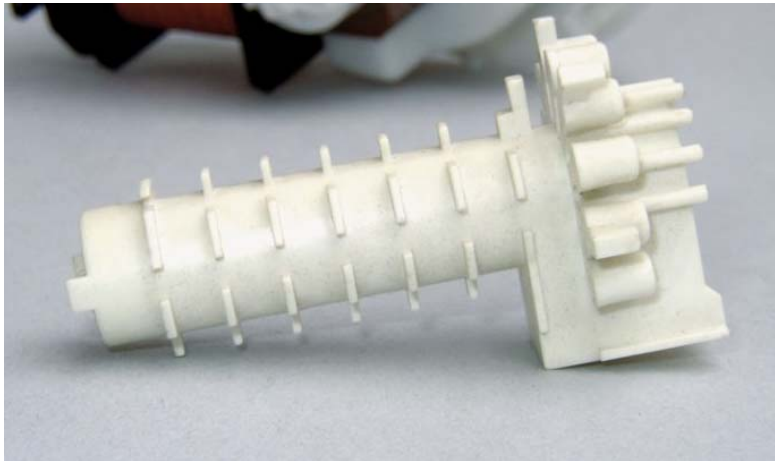
ATPG  
R & D Flame Retardants

# Phosphinate in Polyestern

## Exolit OP 1240



- Können mit Synergisten kombiniert werden (z.B. MC)
- Geringe Dosierung (15 - 22 % für UL 94 V-0 bei 0.8 mm)



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

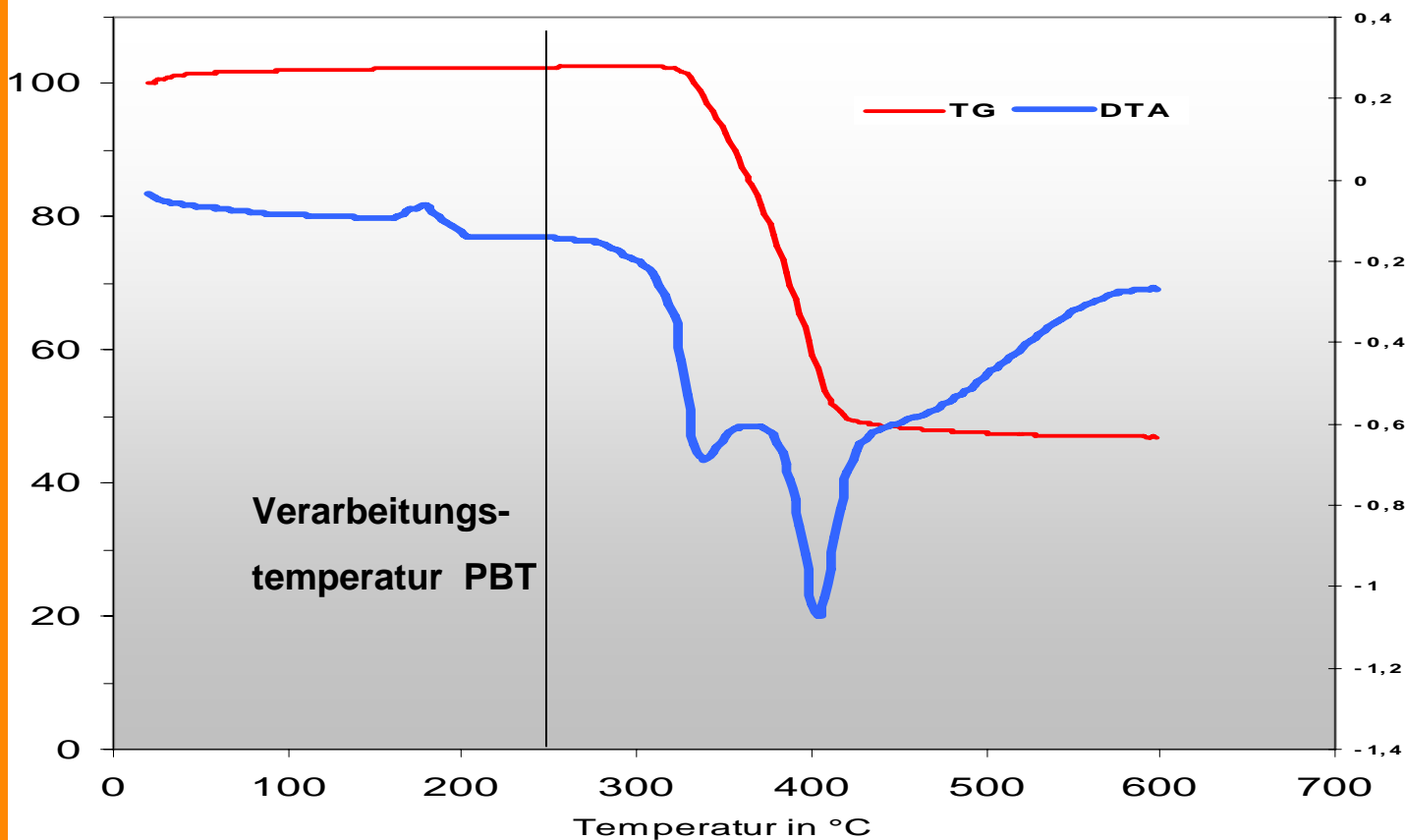
Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Thermische Stabilität von Exolit OP 1240

- Hohe thermische Stabilität der Phosphinate
- großes Verarbeitungsfenster für PBT



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants



# Phosphinate in PBT-GR

## UL 94 V-0 Formulierungen

Phosphinate	PBT	54.7	54.7
Polyamide - Polyamid 6&66 GF - aromat. Polyamide	Glassfasern	25	30
	Exolit OP 1240	13.3	
Polyester - V-0 Rezepturen - GWIT - PET & TPE-E	MC	6.7	
	PBBA		9
	Ato		6
Zusammenfassung	Licowax E	0.3	0.3
	UL 94 (0,8 mm)	V-0	V-0

MC: Melamincyanurat

PBBA: Polybromobenzylacrylat

Ato: Antimontrioxid

# Phosphinate in PBT-GR

## CTI und Dichte von V-0 Compounds

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

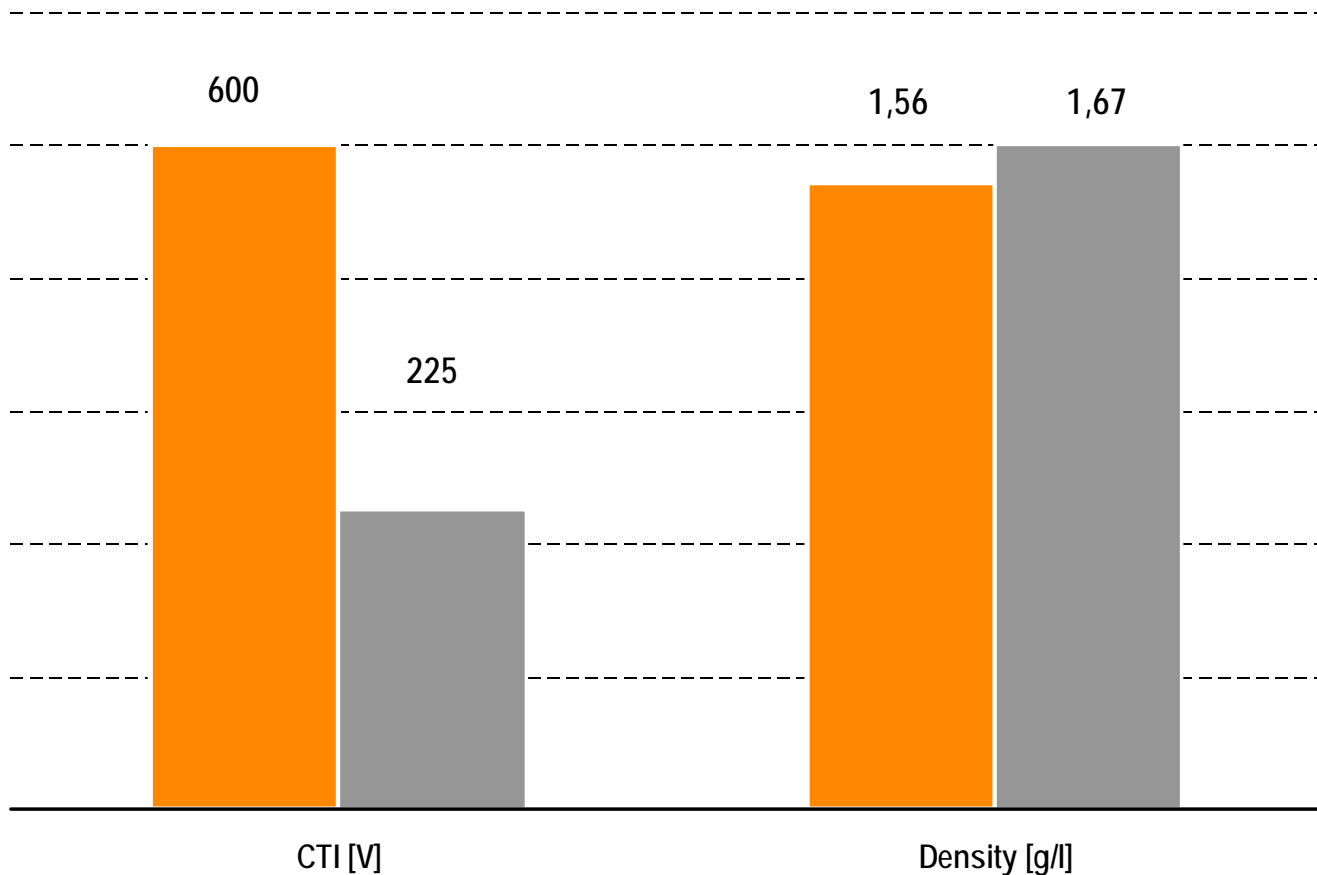
Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants



■ 18% OP 1240/MC ■ 15% PBBA / Sb2O3

# Phosphinate in PBT-GF

## Physikalische Eigenschaften – Zugversuch (ISO 527)

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

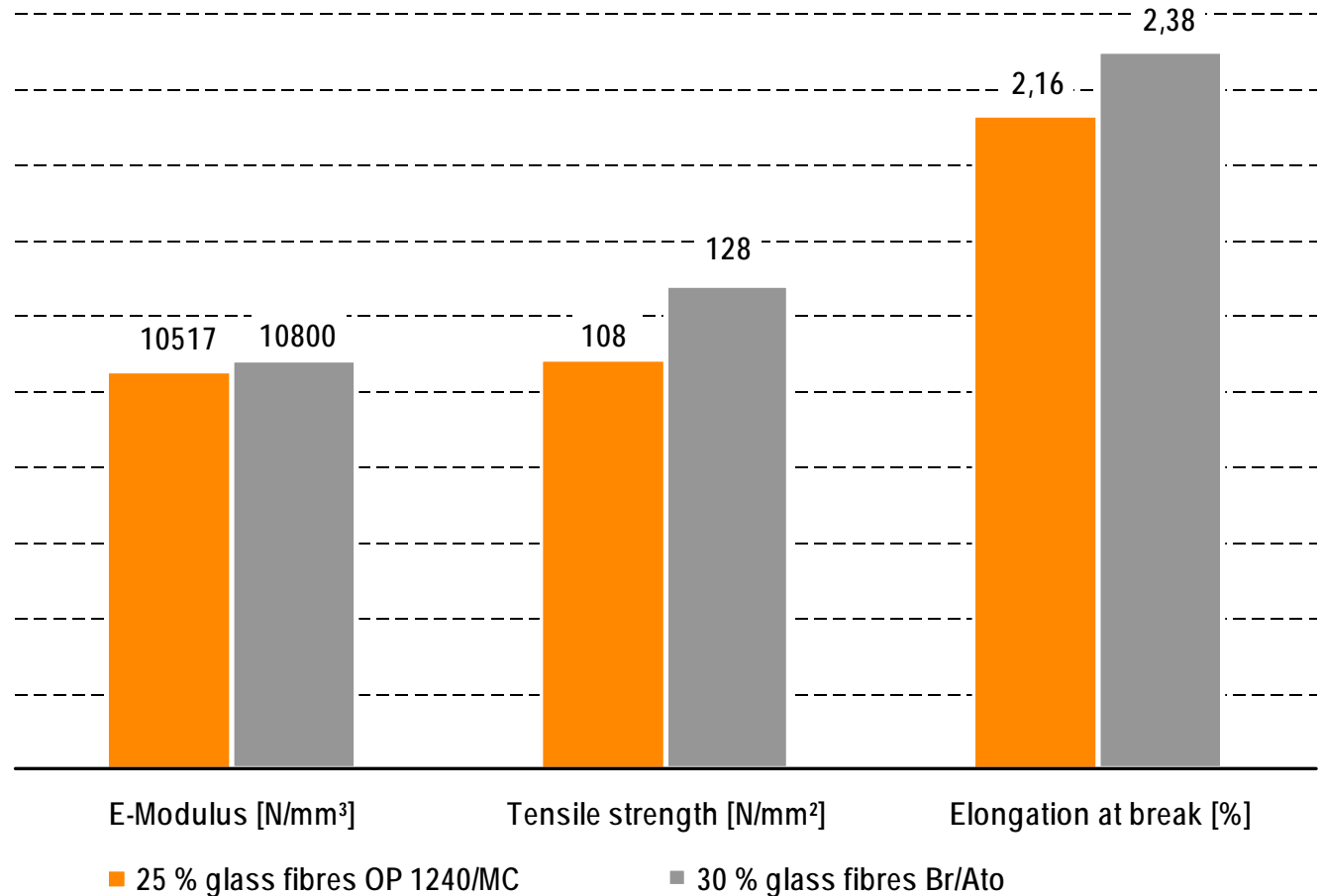
Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

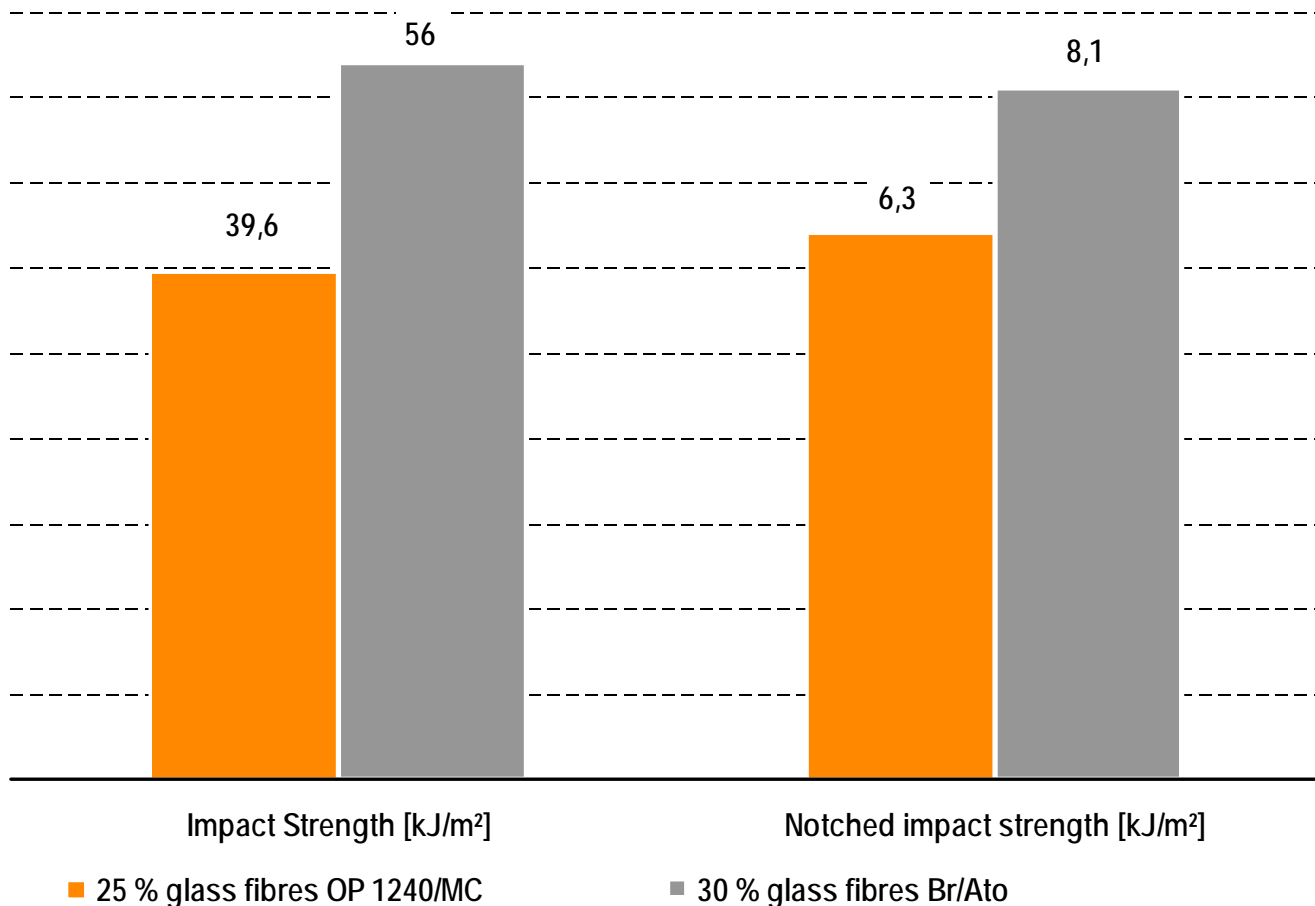
Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants



# Phosphinate in PBT-GF

## Physikalische Eigenschaften – Schlagzähigkeit (ISO 179)



Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Flammgeschütztes PBT – GF

## Verbesserung der Fließfähigkeit

PBT	55	55
Glassfasern	25	25
Exolit OP 1240	13,3	10,3
Melamincyanurat	6,7	6,7
Exolit OP 950*		3,0
UL 94 (0,8 mm)	V-0	V-0
Fließspirale (cm)	34,5	<b>40</b>
Reißdehnung [%]	2,2	2,2
Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	40	43
Kerbschlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	5,9	6,8

\* Exolit OP 950: schmelzbares Phosphinat

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF  
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen  
- GWIT  
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit  
Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

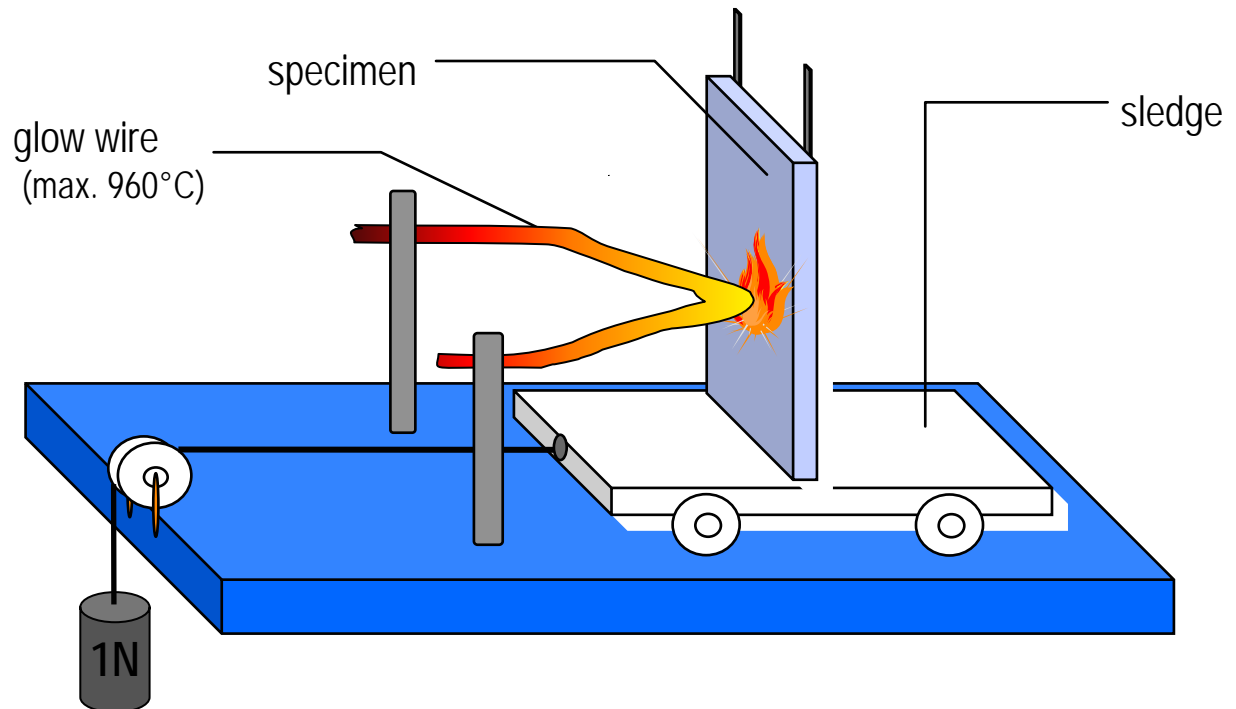
Halogenfreie Polyester mit  
PhosphinatenATPG  
R & D Flame Retardants

04.10.2007

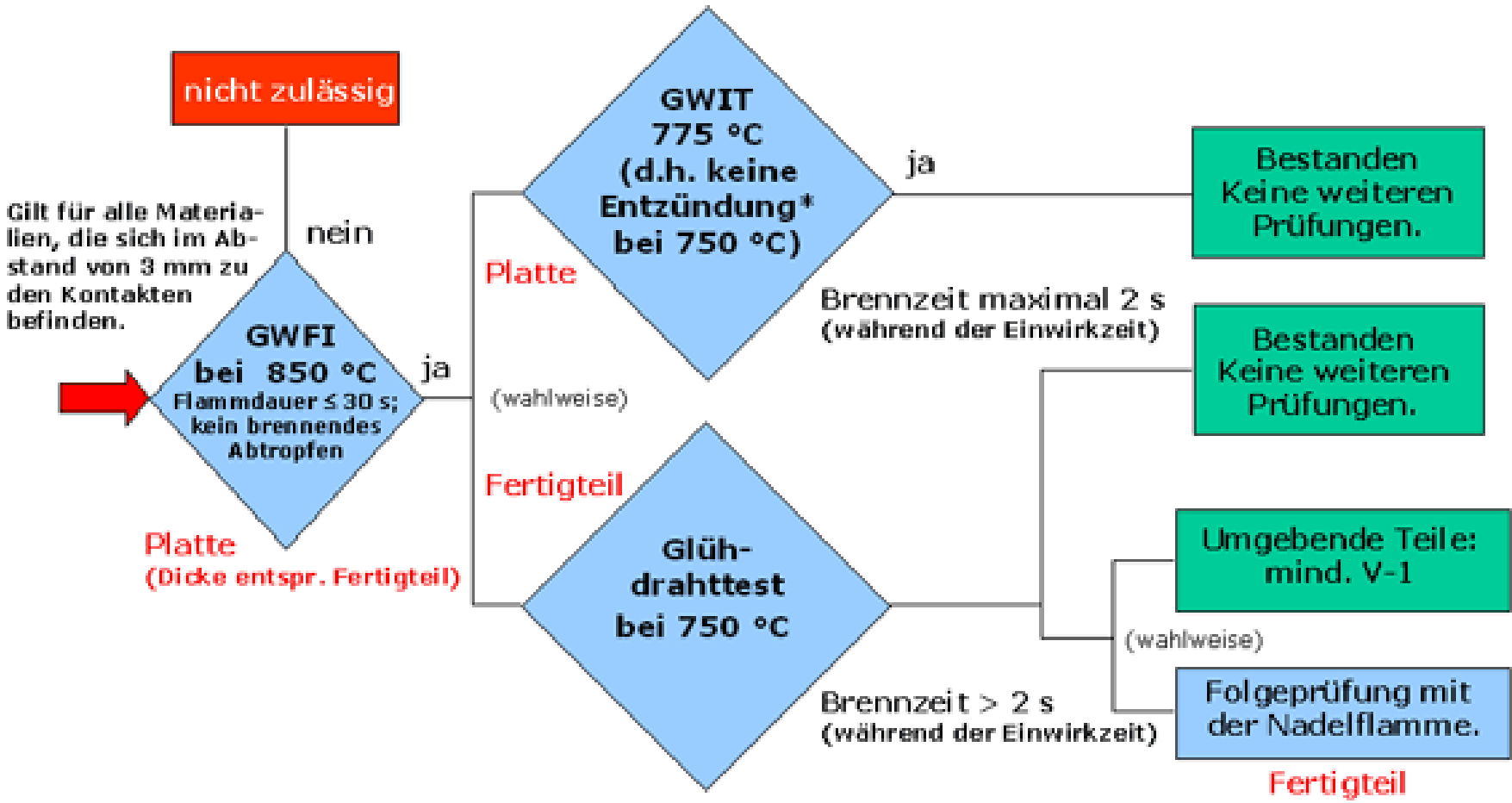
Slide 22

# Glühdraht Test IEC 60695

- GWIT keine Entzündung (Flamme bleibt länger als  $> 5$  s)
- GWFI Selbstverlöschen innerhalb 30s nach Entfernen des Glühdrahtes



# IEC 60335-1 Träger spannungsführender Teile in unbeaufsichtigten Geräten mit einem Nennstrom > 0,2 A



\* Entzündung bedeutet hier: Brennzeit mit Flamme > 5 sec

# *Flammgeschütztes PBT – GF*

## *Glow Wire Test – Zugabe von Polycarbonat*

PBT	49,7	39,7
Glassfasern	30	30
Exolit OP 1240	13,3	13,3
Melaminpolyphosphat	6,7	6,7
Polycarbonat		10
Licowax E	0,3	0,3
UL 94 (0,8 mm)	V-0	V-0
GWIT (1 mm)	750	<b>775</b>
Reißdehnung [%]	1,9	2,2
Schlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	36	43
Kerbschlagzähigkeit [kJ/m <sup>2</sup> ]	6,2	6,4

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants



# Exolit OP 1240

## Flammschutzeffekt in **PET** - GF

■ UL 94 V-0 mit 10-15% Dosierung

PET	70	50	55	60
Glassfasern	30	30	30	30
Exolit OP 1240		20	15	10
UL 94 (1,6 mm)	n.c.	V-0	V-0	V-0
UL 94 (0,8 mm)	n.c.	V-0	V-0	V-2
GWIT 1 mm °C	700	775	725	700
MFR g/10 min*	12,5	3,8	6,8	8,1

\* 275°C / 2,16 kg

n.c. = not classified

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

ATPG  
R & D Flame Retardants

# Thermoplastische Polyester Elastomere

## Eigenschaften

<i>Physical Properties</i>	<i>Test Standard</i>	<i>Unit</i>	<i>TPE-E grade</i>
Shore hardness	ISO 868	D	40
Stress at break	ISO 527	MPa	30
Elongation at break	ISO 527	%	424
Nominal elongation at break			570
Tensile stress at 5 % elongation	ISO 527	MPa	2.4
10 % elongation			4.2
50 % elongation			7.5
Tensile impact strength	ISO 8256	kJ/m <sup>2</sup>	230

Test specimen for ISO 527: 1BA (2mm) at 50mm/min

Phosphinate

Polyamide

- Polyamid 6&66 GF
- aromat. Polyamide

Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

Zusammenfassung

Halogenfreie Polyester mit Phosphinaten

# Phosphinate in TPE-E

## Flammschutz Ergebnisse – UL 94



- V-0 erreicht mit 15% Dosierung
- Kein Abtropfen durch Antidrippingmittel
- CTI 600 V

### Phosphinate

### Polyamide

- Polyamid 6&6 GF
- aromat. Polyamide

### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

### Zusammenfassung

TPE-E Shore D 40	100	85	85	84	79.5
Exolit OP 1240		15		15	
Exolit OP 935*			15		20
Antidrippingmittel				1	0.5
UL 94 (1.6 mm)	N.k.	V-0	V-0	V-0	V-0
Tropfende Probekörper	5	5	5	2	0

\* Exolit OP 935: nachgemahlendes Phosphinat

# *Polyamide und Polyester in E&E Anwendungen*

## Phosphinate

### Polyamide

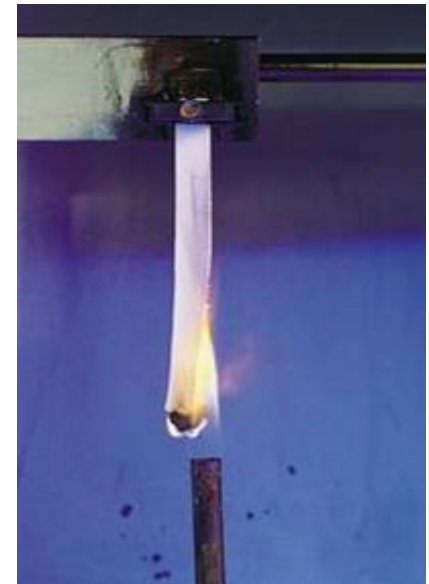
- Polyamid 6&6 GF
- aromat. Polyamide

### Polyester

- V-0 Rezepturen
- GWIT
- PET & TPE-E

## Zusammenfassung

- Sicherheitsanforderungen an Produkte steigen
- UL 94 und Glühdraht die wichtigsten Anforderungen
- Verstärkte Nachfrage nach halogenfreien Lösungen durch gesetzliche Vorgaben (WEEE, ROHS) und Vorgaben der Gerätehersteller
- Für Polyamide sind halogenfreie Lösungen etabliert
- Für Polyester sind halogenfreie Lösungen in der Markteinführung



**Halogenfreie Polyester mit  
Phosphinaten**

ATPG  
R & D Flame Retardants

*Vielen Dank!*



Exactly your chemistry.