

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

Klevers GmbH & Co. KG, Mönchengladbach

Bio4MatPro: BoostLab5-4 – BioFlaT, Biohybride FlammSchutzAusrüstung für
Textilien,

Verantwortliche Autoren: Claus Hummelsheim

031B1158A

„Das diesem Bericht zugrundeliegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 031B1213B gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt bei der Autorin/beim Autor.“

TEIL I – Schlussbericht - Kurzbericht

Zuwendungsempfänger: Klevers GmbH & Co. KG	Förderkennzeichen: 031B1158A
Vorhabenbezeichnung: Modellregion, Phase 1, Bio4MatPro: BoostLab5-4 – BioFlaT, Biohybride Flammenschutzrüstung für Textilien	
Laufzeit des Vorhabens: 01.01.2022 – 31.03.2024	
Berichtszeitraum: 01.01.2022 – 31.03.2024	

Der Brandschutz von Materialien spielt eine wichtige Rolle in unserem alltäglichen Leben und umfasst ein hochdiverses Spektrum von Substanzen, Materialien und Anwendungsfeldern. Ein wichtiges Anwendungsfeld für den Brandschutz, insbesondere in öffentlichen Bereichen, sind Textilien (z.B. Applikationen für den Arbeitsschutz, Teppiche, Vorhänge zu passivem Brandschutz, Polstermöbel, Isolierungen und technische Anwendungen im Außenbereich). Die effiziente und dauerhafte Ausrüstung der Materialien mit Flammenschutzadditiven ist hierbei entscheidend, um einen effektiven Brandschutz zu gewährleisten. Viele der aktuell eingesetzten Flammenschutzadditive basierend auf Halogenen, Bromiden, Chloriden, Phosphaten oder Antimon. Diese Flammenschutzmittel sind jedoch umweltschädlich und/oder gesundheitsgefährdend.

Das Ziel von BioFlaT ist durch die Entwicklung von biohybriden Flamm-schutzadditiven (Ankerpeptide funktionalisiert mit Flammenschutzadditiven) die Menge an Flammenschutzadditiven, die für eine effektiven Flammenschutz der Textilien benötigt werden zu reduzieren und die Flammenschutzappretur haltbarer gegen externe Einflüsse zu machen (z.B. UV-Licht, Witterungseinflüsse, Scheuern, Temperatur). Hierdurch kann die Flammenschutzappretur der Textilien nachhaltiger, energieeffizienter und haltbarer gestaltet werden. Die Ziele und Lösungswege der Arbeitspakete unter Leitung bzw. Mitwirkung von Klevers GmbH & Co. KG sind wie folgt:

Ziel des Arbeitspaketes 1 war es, eine Grundlage für die Entwicklung einer biohybriden Flammenschutzrüstung für Textilien zu schaffen. Im ersten Schritt wurden Textilsubstrate wie Rohgewebe sowie ausgerüstete bzw. funktionalisierte Gewebe aus Glas-, Aramid- und Naturfasern (z.B. Leinen) mikroskopisch und laboranalytisch von der RWTH Aachen untersucht, um geeignete Ankerpeptide auszuwählen. Gemeinsam werden zudem passende Flammenschutzadditive und kompatible Textilveredlungsprozesse identifiziert. Die fünf wichtigsten Anforderungen an die Chemikalien sind: 1. Gefahrstoffrisiko, 2. Flammschutz, 3. Chemische Wechselwirkung, 4. Garnausrüstbarkeit, 5. Beeinflussung der Reißfestigkeit. Für die Textilien sind die fünf wichtigsten Anforderungen folgende: 1. Ausrüstbarkeit, 2. Brandverhalten, 3. Verarbeitbarkeit, 4. Nachhaltigkeit, 5. Erfahrung.

Mit Hilfe der wichtigsten Anforderungen werden gemeinsam Textilien und Flammenschutz Chemikalien aus dem Portfolio gewählt. Die Textilien umfassen verschiedene Glas- und Aramidgewebe. Als Flammenschutzmittel werden insbesondere Addiflam-Produkte, ATH Alfrinat und Blähgraphit ausgewählt.

Ziel des Arbeitspaketes 2 war die Identifizierung von Ankerpeptiden und ein Performance Vergleich für die textilen Substrate. Von den untersuchten Textilien konnten bis zu drei, aber mindestens ein bindendes Ankerpeptid identifiziert werden (>30% Belegungsdichte für jedes ausgewählte Textil,

verifiziert durch Fluoreszenzmikroskopie). Bei den Flammschutzadditiven konnten bis auf zwei Flammschutzadditive (Addiflam S1MCP5050/500 und Blähgraphit ES100 C10) bis zu drei, aber mindestens ein gebundenes Ankerpeptid identifiziert werden

Ziel des Arbeitspaketes 4 war die Erarbeitung und Durchführung von Veredlungsvorgängen im Labormaßstab. Es wird ein Foulard konstruiert und gefertigt. Um die Geschwindigkeit mit der das Textil beschichtet wird zu variieren, wird ein Stirnradtriebemotor und ein Frequenzumrichter für die Konstruktion gewählt. Als Material für die Walzenoberfläche werden auf Grund ihrer chemischen Eigenschaften und Resistenzen Polyurethan (PU) und Polyvinylchlorid (PVC) gewählt. Die Konstruktion des Laborfoulards um einen Magnetrührer angepasst. Durch den Magnetrührer wird die Veredelungslösung vermischt und die Ankerpeptide mit Flammschutzmittel setzen sich nicht am Boden ab. Die Prüfung der Textilien erfolgte durch Wiegen, Mikroskopie und normierte Flächenbeflammung. Basierend auf den jeweiligen Prüfungsergebnissen wurde der Prozess angepasst und eine neue Iteration begonnen. Als zentrale Ergebnisse stehen Einstellparameter für den Imprägnierungsprozess bezüglich: Verweildauer des Textils im Prozess (60 min), Eintauchfrequenz des Textils in die Appretur (0,14 Hz), Abquetschkraft (2,9 N/cm), Konzentration des Flammschutzmittels in der Veredelungsappretur (40g/l)

Ziel des Arbeitspaketes 5 ist das Up-Scaling des Labor-Foulardprozesses. Aufgrund verschiedener Herausforderungen, konnte der Prozess nur auf einem semi-industriellen Foulard durchgeführt werden. Das Glasgewebe wurde auf drei unterschiedlichen Arten ausgerüstet. Es erfolgen weitere Flammversuche in Anlehnung an die DIN EN ISO 15025:2016. Keine der drei unterschiedlichen Proben brennt. Die Auftragsmenge des Polymers ist zu gering. Es kann keine Aussage zu der Wirkung der Ankerpeptide auf die Flammschutzveredlung getroffen werden. Dementsprechend wird die Auftragsmenge des Polymers erhöht. Mit der erhöhten Auftragsmenge brennen alle drei Proben, da die Konzentration des Flammschutzmittels und der Ankerpeptide nicht erhöht wurde. Um die richtige Konzentration für den semi industriellen Maßstab zu bestimmen, sind zukünftig weitere Iterationen notwendig. Allerdings konnte nachgewiesen werden, dass die Ankerpeptide keine negative Wirkung auf das Gewebe haben und nicht brennen.

Die Zusammenarbeit im Konsortium erfolgte entlang spezifischer Kompetenzfelder wie der Biotechnologie zur Identifizierung geeigneter Ankerpeptide, Veredelungsprozesse, textile Laborprüfungen und Textil-Know-How. Dabei fand ein intensiver Informationsaustausch sowohl digital als auch durch persönliche Präsenzbesuche statt.

Im Verlauf des Projekts wurde deutlich, dass die gesetzten Ziele - die Entwicklung einer biohybriden Flammschutzrüstung für Textilien durch den Einsatz von Ankerpeptiden - sowohl technisch als auch im semi-industriellen Maßstab realisierbar sind.

TEIL II – Schlussbericht - Eingehende Darstellung

Zuwendungsempfänger: Klevers GmbH & Co. KG	Förderkennzeichen: 031B1158A
Vorhabenbezeichnung: Modellregion, Phase 1, Bio4MatPro: BoostLab5-4 – BioFlaT, Biohybride Flammenschutzrüstung für Textilien	
Laufzeit des Vorhabens: 01.01.2022 – 31.03.2024	
Berichtszeitraum: 01.01.2022 – 31.03.2024	

1. Was sind die wichtigsten Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Ausgaben	
Material	15.393,25 €
FE- Fremdleistung	27.435,00 €
Personalkosten	104930,07 €
Kosten innerbetriebl. Leistungen	44.448,64 €
Reisekosten	6.867,87 €
Gesamt	199.074,83 €

2. Was sind die Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Projektarbeiten?

Die durchgeführten Arbeiten sowie die dafür aufgewandten Ressourcen waren notwendig und angemessen, da sie der im Projektantrag detailliert dargelegten Planung entsprachen und die im Arbeitsplan formulierten Aufgaben erfolgreich bearbeitet wurden. Darüber hinaus mussten keine zusätzlichen Ressourcen zur Durchführung des Vorhabens aufgewandt werden. Die erzielten Ergebnisse des Vorhabens und die bei der Projektbearbeitung gewonnenen Methoden und Erkenntnisse bieten Klevers GmbH & Co. KG im Bereich der Forschung und Qualifizierung die Möglichkeit weitere Projektideen zu generieren und im Rahmen von Schulungen, Weiterbildungen und in anderen Produktbereichen zu transferieren. Die Zuwendung wurde entsprechend dem Verwertungsplan verwendet, um die geplanten Ergebnisse zu erzielen.

Die Zuwendung wurde wirtschaftlich und sparsam verwendet. Es wurden nur Ausgaben getätigt, die für die Erreichung der Zielsetzung des Vorhabens notwendig waren. Die Komplexität der Entwicklung einer biohybriden Ausrüstung für Flammschutztextilien war nur durch das Zusammenarbeiten der beiden Forschungsstellen zusammen mit dem Industriepartner möglich. Dies spiegelt sich im Besonderen dadurch wider, dass fachliche Kompetenzen für die Herstellung von Ankerpeptiden, der Ausrüstung von Textilien, dem Anlagenbau und den Anwendungsanforderungen besteht.

3. Was sind die voraussichtliche Nutzen, insbesondere die Verwertbarkeit der Ergebnisse?

Die Entwicklungen im Bio4Mat- Projekt haben gezeigt, dass es mit Hilfe von Ankerpeptiden möglich ist, Flammschutzmittel auf Glasgewebe zu applizieren ohne die Flammschutzeigenschaften zu beeinträchtigen. Dies führt nicht nur zu einer Kosten- und Energieeinsparung, sondern reduziert auch die Menge der zu verwendeten Flammschutzmittel. Darüber hinaus wurde gezeigt, dass die Appretur aus Ankerpeptiden und Flammschutzmittel mittels Foulardverfahren aufgebracht werden können. Die

obgenannten Entwicklungen sind eine Voraussetzung für zukünftigen nachhaltigere und umweltfreundlichere Flammschutzmittel, gemäß der REACH-Verrordnung. Die Verwendung von biohybriden Flammschutzmittel trägt zur Reduzierung der Umweltbelastungen bei und stärkt somit das Marktpotenzial.

Zudem plant das Konsortiums ein Folgeprojekt, um den Veredelungsprozess sowie die Herstellung von Ankerpeptiden industriell zu ermöglichen. Ziel dieses Projekts ist es, die bisherigen Forschungsergebnisse in die Praxis umzusetzen und die Produktionsprozesse so zu optimieren, dass eine großskalige Herstellung wirtschaftlich und effizient durchgeführt werden kann. Dies umfasst die Entwicklung und Verbesserung von Verfahren zur Synthese und Veredelung der Ankerpeptide, um deren Qualität und Funktionalität zu maximieren. Durch die Industrialisierung dieser Prozesse sollen neue Anwendungen in verschiedenen Bereichen erschlossen werden.

4. Was sind die Fortschritte auf dem Gebiet des Vorhabens, die während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungsempfänger bekannt gewordenen sind?

Eine in der Endphase des Projektes durchgeführte Recherche hat ergeben, dass keine vergleichbaren Entwicklungen im Bereich der biohybriden Flammschutzmittel für Textilien stattgefunden haben, die mit den im Projekt verfolgten Zielen übereinstimmen.

5. Was sind die erfolgten oder geplanten Veröffentlichungen des Ergebnisses nach Nr. 5 der NKBF/NABF?

- Krause, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Kampas, L
Presenting possibilities for non-toxic textile flame retardants
Clotech Conference 2022, 22.09.2022, Gdynia, Polen
- Krause, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Kampas, L
Development of a Process for Flame Retardant Coating of Textiles with Bio-Based Anchor Peptides
PacSurf Conference 2022, 22.12.2022, Hawaii, Big Island, Waikoloa, USA
- Krause, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Feng, L.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Kampas, L.
BoostLab5-4 : BioFlaT : biobasierte Flammschutzrüstung für Textilien
1. Jahresversammlung des Kompetenzzentrum Bio4MatPro, Aachen 05.-06. Oktober 2022
- Krause, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Feng, L.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Kampas, L.
BoostLab5-4 : BioFlaT : biobasierte Flammschutzrüstung für Textilien
1. Jahresversammlung des Kompetenzzentrum Bio4MatPro, Düsseldorf 25.-26. Mai 2023
- Heesemann, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Feng, L.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Kampas, L.
Reduction of the amount of flame retardants used for fire protection textiles through a bio-based finish using anchor peptides

PPE Seminar 2023, 14 - 16 June, 2023, Rixensart, Belgium

- Heesemann, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Rey, M.; Gries, T.; Feng, L.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.
Development of a process for flame retardant coating of textiles with bio-hybrid anchor peptides
Journal of Vacuum Science and Technology, A: Vacuum, Surfaces, and Films 41 (2023), H. 5, Art. 053110, doi: 10.1116/6.0002776
- Heesemann, R.; Bettermann, I.; Paul, R.; Gries, T.; Feng, L.; Nöth, M.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Danielsiek, D.
BoostLab5-4 : BioFlaT : biobasierte Flammschutzausrüstung für Textilien
1. Jahresversammlung des Kompetenzzentrum Bio4MatPro, Düsseldorf 06.-07. Mai 2024
- Heesemann, R.; Sanders, M.; Paul, R.; Bettermann, I.; Gries, T.; Feng, L.; Schwaneberg, U.; Hummelsheim, C.; Danielsiek, D.
Development of a finishing process for imbuing flame retardancy into materials using biohybrid anchor peptides
Applied Sciences 14 (2024), Art. 6107, doi: 10.3390/app14146107

Aufzählung der wichtigsten wissenschaftlich-technischen Ergebnisse und anderer wesentlicher Ereignisse

AP1: Präzisierung des Anforderungsprofils mit Bezug zu textilen Substraten, Flammschutzadditiven und Prozessbedingungen

Im Rahmen des AP 1 veranstalteten das Institut für Textiltechnik (ITA) und die Klevers GmbH & Co. KG einen gemeinsamen Workshop zur Anforderungsermittlung von Chemikalien und Textilien. Der Fokus des Workshops lag auf der Identifikation möglicher Flammschutzmittel und geeigneter Textilien für verschiedene Anwendungen. Durch die Anwendung der Brainstorming-Methode wurden zahlreiche potenzielle Materialien und Substanzen identifiziert, die den Anforderungen an Sicherheit und Funktionalität gerecht werden können. Die erste Phase des Workshops konzentrierte sich auf die Identifikation möglicher Flammschutzmittel. Das Ziel war es, eine Liste von Substanzen zusammenzustellen, die in verschiedenen Anwendungen verwendet werden können, um die Entflammbarkeit von Textilien zu reduzieren. Die folgenden Flammschutzmittel wurden identifiziert:

- Compound: Roter Phosphor und Melamin Zyanorat
- Phosphonsäure Ester „SR 15“
- Melamin Zyanorat
- Compound: Ammoniumpolyphosphat
- Synergistische Antimonmischung
- Aluminiumtrihydroxid (ATH)
- Magnesiumhydroxid

- Blähgraphit
- Titandioxid mit Platin (als Flammschutz nur für Silikone)
- Schwefelbasierte Flammschutzmittel (neue Typen)

Um den Einsatz von den Flammschutz-Chemikalien in Textilien optimal zu gestalten, müssen verschiedene Anforderungen berücksichtigt werden. Diese umfassen die Lieferkette und -zeit, Hochskalierbarkeit, Gefahrstoffrisiko, Zertifizierung, Erfahrung, Flammschutz, Preis, Farbe, chemische Wechselwirkung, Garnausrüstungs-fähigkeit, Härte (Verarbeitung Weben), Beeinflussung der Reißfestigkeit und Staubentwicklung im Prozess. Im Folgenden wird eine detaillierte Betrachtung dieser Anforderungen vorgestellt

Im zweiten Teil des Workshops lag der Fokus auf der Bestimmung möglicher Textilien, die für verschiedene Anwendungen geeignet sind:

- Aramide
 - Preox (Regenerat)
 - Para-Aramid (Filament)
- Glas
 - Glasfaser glatt
 - Glasfaser texturiert
 - Glasfaser V4H
- Mischgewebe
 - Poly-Cotton
- Naturfasern
 - Hanf
 - Flachs

Die Anforderungen an die Textilien sind die folgenden:

- Nachhaltigkeit
- Potenzial 2 Linien / Hochskalierung
- Erfahrung
- Lieferfähigkeit
- Konfektionierbarkeit
- Beschichtbarkeit
- Gleichmäßigkeit (Qualität)
- Brandverhalten
- Verarbeitbarkeit

Mit Hilfe eines paarweisen Vergleichs und einer Nutzwertanalyse werden die wichtigsten Anforderungen an die Chemikalien und die Textilien erarbeitet. Die fünf wichtigsten Anforderungen an die Chemikalien

sind: 1. Gefahrstoffrisiko, 2. Flammschutz, 3. Chemische Wechselwirkung, 4. Garnausrüstbarkeit, 5. Beeinflussung der Reißfestigkeit

Für die Textilien sind die fünf wichtigsten Anforderungen folgende: 1. Ausrüstbarkeit, 2. Brandverhalten, 3. Verarbeitbarkeit, 4. Nachhaltigkeit, 5. Erfahrung

Mit Hilfe der wichtigsten Anforderungen werden gemeinsam folgende Textilien und Flammschutz Chemikalien aus dem Portfolio von dem Partner Klevers gewählt (siehe Tabelle 1):

Tabelle 1: Untersuchte Textilien und Flammschutzmittel

Textilien	Flammschutzmittel
1. KlevoGlass 320-3 RL	1. Addiflam S1MCP 5050/500
2. KlevoGlass 332-1 KK	2. Addiflam Slurry DE 100/700
3. KlevoGlass Itex 450-1 L	3. Blähgraphit ES100 C10
4. KlevoGlass 550 V4A-1 L	4. ATH Alfrinat 104
5. KlevoGlass Texo 640-1 L	5. Addiflam Slurry APP F2 MF-500
6. KlevoGlass 660 V4A-2 Karo	6. Addiflam POW MCH Eco
7. KlevoGlass Texo 1260 V4A-1 P	
8. KlevoMid 290-3 L	
9. Optisyn 220	

Als Zielprodukt wie ein Feuerschutzvorhang aus drahtverstärktem Glasgewebe gewählt.

Nach der Definition der Textilien und der Flammschutzmittel sowie des Zielprodukts werden gemeinsam die Anforderungen für den Veredelungsprozess aufgestellt (siehe Tabelle 2).

Tabelle 2: Anforderungsprofil an das Veredlungssystem

Anforderungsprofil an das Veredlungssystem:	
Viskosität der Beschichtungsmasse:	Geringe Viskosität Kein Beschichtungsauftrag als Paste möglich - nur als Lösungsmittel
Auftragsdicke:	Geringe Dicke Keine wesentliche Beeinträchtigung der Funktionalität des Textils zulässig - angestrebtes Flächengewicht: 20 g/m ² (bisher verwendetes zusätzliches Flächengewicht)
Menge Flammschutzadditive:	Geringe Menge Flammschutzadditive Ziel: möglichst ressourcenschonendes Beschichtungssystem und weniger als 30 % Gewichtsauflage zur Erhaltung der textilen Eigenschaften
Verlust der Menge an Flammschutzadditiven:	Minimal mögliche Verlustmenge an Flammschutzadditiven
Beschichtungsauftrag einseitig/beidseitig:	beidseitig
Eigenschaft der Beschichtung	permanent
Verarbeitbarkeit des verwendeten Materials:	Verarbeitbarkeit von Optisyn 220 und KlevoGlass 660 als Textil gewährleistet

Temperaturführung des Beschichtungssystems:	Beschichtung bei Raumtemperatur
Potential Hochskalierung:	Anwendbarkeit auf industriellen Maßstab Etabliertes Verfahren notwendig
Gleichmäßigkeit Beschichtung:	Hohe Qualität der Beschichtung Sichere FlammSchutzausrüstung hat hohe Priorität
Verfahrenskosten:	Wettbewerbsfähige Verfahrenskosten
Verfahrensgeschwindigkeit:	Min. 6 - 8 m/min Durchschnittliche Produktionsgeschwindigkeit zur Sicherung der Wettbewerbsfähigkeit
Zugspannung:	1200 - 1500 N/m
Walzendurchmesser:	140 - 180 mm
Abstand zwischen den Quetschwalzen:	Variabel einstellbar unterschiedliche Dicke der verwendeten Materialien, Abstand der Walzen muss flexibel einstellbar sein
pH-Wert Lösungsmittel:	8 Der PH-Wert des Lösungsmittels ist durch die Wahl der Ankerpeptide und FlammSchutzmittel festgelegt auf 8
Aufbereitung des Lösungsmittels:	Lösungsmittel muss kontinuierlich durchmischt werden FlammSchutzmittel setzt sich ohne kontinuierliche Durchmischung nach etwas fünf Minuten am Boden ab
Einwirkdauer Lösungsmittel:	Min. 3 Minuten

AP 2: Identifizierung weiterer Ankerpeptiden und Performancevergleich für textile Substrate

Im Rahmen des Arbeitspakets 2 wurde die Identifizierung von Ankerpeptiden für textile Flächen und FlammSchutzmittel durchgeführt. Hierbei unterstützte Klevers das BioTec-Institut der RWTH Aachen.

1. Recherche zur chemischen Struktur des FlammSchutzmittels Addiflam S1MCP5050/500 (N19): Klevers führt eine detaillierte Recherche zur chemischen Struktur dieses speziellen FlammSchutzmittels durch. Ziel ist es, ein tiefgehendes Verständnis der chemischen Mechanismen zu erlangen, die für die feuerhemmenden Eigenschaften verantwortlich sind.
2. Bereitstellung weiterer Informationen zu Chemikalien für FlammSchutzmittel: Klevers sammelt und liefert umfassende Informationen über die chemische Zusammensetzung, die Anwendungsmöglichkeiten und die Sicherheitsdaten von ATH Alfrimat 104. Dies beinhaltet auch eine Bewertung der Umweltverträglichkeit und der möglichen gesundheitlichen Auswirkungen. Ebenso werden detaillierte Informationen zu Pow MCA Eco bereitgestellt. Dies umfasst die Analyse der chemischen Struktur, der Einsatzgebiete sowie der Effizienz und Sicherheit des Materials in verschiedenen Anwendungen.
3. Probenvorbereitung Beschichtungspaste: Klevers übernimmt die Vorbereitung von Proben der Beschichtungspaste für das Optisyn 220 Gewebe und für das KlevoGlass 660. Diese Aufgabe beinhaltet die genaue Dosierung und Mischung der Bestandteile, um sicherzustellen, dass die Paste unter realistischen Bedingungen getestet und bewertet werden kann.

AP 4: Durchführung von Veredlungsvorgängen im Labormaßstab

Nachdem geeignete und Textilien gefunden wurden, wurde ein Upscale der Veredlung der Textilien unternommen. Um dies zu ermöglichen, arbeitete die RWTH mit Klevers zusammen, um diesen Versuch zu realisieren. Ein Prozess zur kontinuierlichen Veredlung des Textils mit bifunktionaler peptidgebundener flammhemmender Lösung wurde mit der Expertise von Klevers vom ITA konstruiert und gebaut. Für die Bindung des Flammschutzmittels wurde für den ersten Versuch das bifunktionelle Peptid Cgdef-MH an Addiflam MCA gebunden. Die Testmuster wurden mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten und Zeiten durch den Prozessor laufen gelassen, um zu beobachten, wie diese Faktoren die durch Cgdef-MH vermittelte Beschichtungseffizienz von Addiflam MCA auf dem Textil verändern können.

Zur Veredlung im Labormaßstab wird ein Prozess zusammen mit dem Partner Klevers entwickelt. Zur Festlegung geeigneter Prozessparameter für den Veredlungsprozess im Labormaßstab erfolgt zunächst eine Literatur- und Marktrecherche bzgl. herkömmlicher Textilveredlungsverfahren für Gewebe. Zu diesen Verfahren gehören Rakelauftrag, Foulard und Walzenauftrag. In einem gemeinsamen Workshop werden Anforderungen an den Beschichtungsprozess festgelegt. Mittels der Methode des paarweisen Vergleichs werden die Anforderungen gewichtet und ein Verfahren zur Ausrüstung ausgewählt (Tabelle 3):

Tabelle 3: Bewertung und paarweiser Vergleich der verschiedenen Verfahren

	Gewichtung	Rakelauftrag	Foulard	Walzenauftrag
Beidseitige Beschichtung	0,17	3	9	3
Dosierbare Auftragsmenge	0,33	6	9	9
Homogenität	0,5	3	6	6
Resultat	-	3,99	7,5	6,48

Aufbauend auf den Ergebnissen aus der Tabelle wird sich für ein Veredlungsverfahren mit Foulard entschieden. Die Anforderungen an den Foulard werden gemeinsam von den Projektpartnern wie folgt definiert:

- Einstellbarer Anpressdruck
- Einstellbare Aufwicklungsgeschwindigkeit
- Leicht zu reinigen

Zusätzlich werden die Anforderungen an die Anpresswalzen des Foulards wie folgt definiert:

- Sehr glatt
- Weich (verschiedene Weichheitsgrade müssen getestet werden)
- Gummiert
- Keine Absorption von Flüssigkeit

- Beständigkeit gegen Säuren und Laugen

Für die Laborbeschichtung wird ein Foulard konstruiert und gefertigt. Um die Geschwindigkeit mit der das Textil beschichtet wird zu variieren, wird ein Stirnradgetriebemotor und ein Frequenzumrichter für die Konstruktion gewählt. Als Material für die Walzenoberfläche werden auf Grund ihrer chemischen Eigenschaften und Resistenzen Polyurethan (PU) und Polyvinylchlorid (PVC) gewählt.

Im Rahmen eines gemeinsamen Meilensteinworkshops werden die Anforderungen für den Textilveredelungsprozess präzisiert:

- Durch die Versuche am Biotech-Lehrstuhl ist bekannt, dass sich die Ankerpeptide samt Flammschutzmittel am Boden der Beschichtungswanne absetzen. Aus diesem Grund wird Beschichtungslösung bei den Versuchen am Biotech-Lehrstuhl geschüttelt.
 - Um das Schütteln auf den Foulard zu übertragen wird die Konstruktion des Laborfoulards um einen Magnetrührer angepasst. Durch den Magnetrührer wird die Veredelungslösung vermischt und die Ankerpeptide mit Flammschutzmittel setzen sich nicht am Boden ab. Darüber hinaus ergaben sich weitere Ergebnisse aus den Beschichtungsversuchen.
- Das Textil muss min. für 3 Minuten in die Lösung getränkt werden
 - Die Konstruktion des Foulards wird um eine Möglichkeit der Batch-Veredelung erweitert
- pH-Wert der Lösung: 8
 - Keine Konstruktionsanpassung an den Foulard notwendig.
- Konstruktion Foulards

Abquetschwalzen

Bei der Installation beider Abquetschwalzen wird eine horizontale Anordnung verwendet. Grund dafür ist eine einfachere Handhabung bei der Abstands- und Druckeinstellung gegenüber einer Anordnung mit Winkel. Die außenliegende Walze dient dabei als Antriebswalze und ist nicht verschiebbar. Die innenliegende Walze kann durch den Einsatz von Profilleitern axial verschoben werden. Die Abquetschwalze ist fest an das obere Aluminiumprofil montiert. Das Aluminiumprofil ist auf dem untenliegenden Profil horizontal verschiebbar. Zur exakten Einstellung des Anpressdrucks werden bei Initialversuchen Dehnungsmessstreifen für transiente Druckmessungen verwendet. Nach Einstellung des gewünschten Anpressdrucks werden diese Positionen auf dem Aluminiumprofil für beide Zieltextilien markiert. Hierdurch sind vergleichbare Versuchsreihen auch nach mehrmaligem verschieben der Profilleiter möglich.

Durchmischung Veredelungsappretur

Das eingesetzte Lösungsmittel besteht aus einer Pufferlösung, Ankerpeptiden und einem

Flammschutzmittel. Es muss kontinuierlich durchmischt werden, um eine dauerhafte Homogenität der Flüssigkeit zu gewährleisten. Der Grund hierfür ist, dass die Moleküle des Flammschutzmittels wesentlich schwerer sind als die Ankerpeptide und deshalb nach etwa fünf Minuten auf den Boden absinken. Das Flammschutzmittel muss folglich dauerhaft in Schwebelage gehalten werden. Die Mischwirkung wird im Anwendungsfall im Labor durch zwei einstellbare Magnetrührer erreicht.

Prozessgeschwindigkeit

Aus experimentellen Versuchen geht hervor, dass das Lösungsmittel mindestens drei Minuten Einwirkzeit auf dem textilen Substrat benötigt, um eine permanente Bindung zwischen Ankerpeptiden und Textil zu garantieren. Durchschnittliche Produktionsgeschwindigkeiten sind, wie in der Anforderungsliste bereits beschrieben, mit herkömmlichen Flammschutzmitteln 6 - 8 m/min. Diese Geschwindigkeiten sind mit der Nutzung von biohybriden Ankerpeptiden, ohne Modifikationen eines konventionellen Foulards, nicht möglich. Eine Möglichkeit, um diesem Defizit entgegenzuwirken, ist die Maximierung der zurückzulegenden Strecke im Tauchbecken.

Der konstruierte Foulard für den Labormaßstab wurde montiert, siehe Abbildung 1. Der Foulard besteht aus einem Tauchbecken, einer Umlenkrolle im Tauchbecken, einer Umlenkrolle auf der Einzugsseite und zwei Walzen zum Abquetschen an der Abzugsseite. Die Untere der Abquetschwalzen ist so gelagert, dass der Achsabstand flexibel eingestellt werden kann.

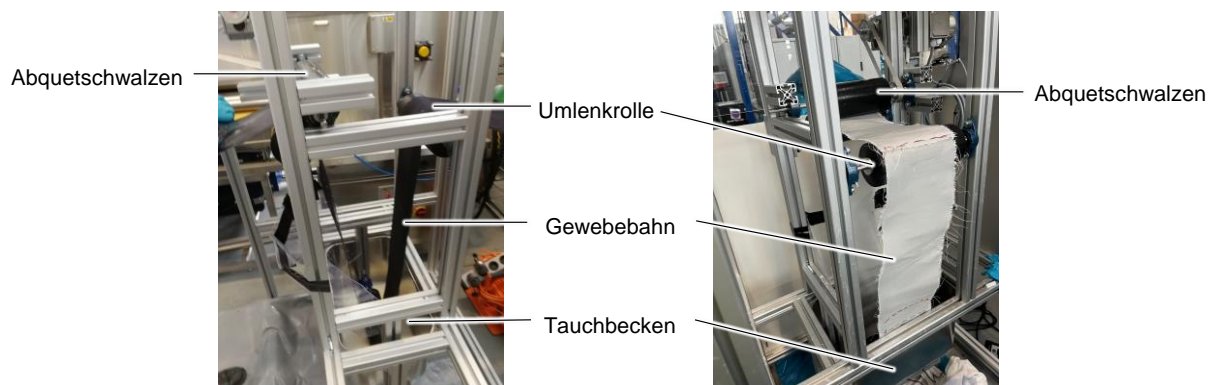


Abbildung 1: Veredlungsversuche im Labormaßstab

In der ersten Versuchsreihe zur Bestimmung der Parameter für den Versuchsplan werden die Textilien manuell abgezogen. In dieser Versuchsreihe werden Erkenntnisse über das Verhalten der unterschiedlichen Materialien sowie der signifikanten Einflussgrößen, also den Faktoren und Parametern, gewonnen.

Es werden vier verschiedene Textilien für die Versuche zur Bestimmung der Parameter verwendet:

- Optisyn (Aramidgewebe, Gewebeprobe 1)
- KlevoGlass 660 V4A-2 Karo (Glasfasergewebe, Gewebeprobe 2)

- KlevoGlass 550 V4A-1 L (Glasfasergewebe, Gewebeprobe 3)
- KlevoGlass 660 V4A-2 Karo Gw 2 grau (Glasfasergewebe mit Aluminiumbeschichtung, Gewebeprobe 4)

Zunächst wird das Becken des Foulards mit einem Liter einer konzentrierten Lösung von funktionalisierten Ankerpeptiden, Cgdef-MH, befüllt. Die Konzentration des Flammschutzmittels (Ankerpeptid mit Flammschutzmittel) beträgt $c_{FR} = 40 \text{ g/l}$. Aus der konzentrierten Lösung wird durch Zugabe von drei Litern Tris-HCl-Pufferlösung (Tris(hydroxymethyl)aminomethan Hydrochlorid) mit einem pH-Wert von 8 die Veredlungsappretur hergestellt. Die Versuchseinstellungen sind in Tabelle 4 zusammengefasst. Im Becken des Foulards befinden sich Magnetrührer, um ein Absetzen der Ankerpeptide im Becken zu verhindern und die Ankerpeptide in Lösung zu halten.

Tabelle 4: Versuch zur Bestimmung von Parametern und Faktoren

Ankerpeptid	Cgdef-MH
Flammschutzmittel	Addiflam Pow MCA
Volumen Flammschutzmittel V_{FR} [l]	1
Konzentration Flammschutzmittel c_{FR} [g/l]	40
Volumen Pufferlösung V_P [l]	3
pH (Puffer)	8,0
Gesamtvolumen V_{ges} [l]	4
Konzentration Ankerpeptid in Appretur C_{ges} [g/l]	10

Die jeweiligen Textilien werden durch den Foulard gezogen und nach jedem Abzugsvorgang auf eine gleichmäßige Durchtränkung überprüft sowie gegebenenfalls einem weiteren Vorgang zugeführt. Nachdem die Textilien den Prozess durchlaufen haben, werden diese getrocknet.

Im Anschluss an den Veredlungs- und Trocknungsprozess werden Flammversuche nach DIN EN ISO 15025:2016 bei dem Partner Klevers durchgeführt. Die Ergebnisse sind der Tabelle 5 zu entnehmen. Zudem werden die Textilien unter einem Lichtmikroskop untersucht. Aus den in diesen Versuchen zur Bestimmung der Einflussgrößen gewonnen Erkenntnissen werden die relevanten Faktoren, Parameter und Zielgrößen abgeleitet.

Tabelle 5: Auswertung der Versuche zur Parameterbestimmung nach DIN EN ISO 15025:2016. Jeweils drei Proben, 0 = kein Schaden, 1 = Schaden

Gewebeprobe	Lochbildung	Entflammen
1 (Optisyn)	1/1/1	0/0/0
2 (KlevoGlass 660 V4A-2 Karo)	0/0/0	0/0/0
3 (KlevoGlass 550 V4A-1 L)	0/0/0	0/0/0
4 (KlevoGlass 660 V4A-2 Karo Gw 2 grau)	0/0/0	0/0/0

Während der Beobachtung des Abziehvorgangs ist zu erkennen, dass die Textilien in der Mitte der Walzen

weniger stark ausgequetscht werden. Somit ist eine konstruktive Veränderung am Foulard notwendig. Die Position der Walzen soll schnell und einfach veränderbar sein. Daher werden die Walzen für die weiteren Versuche so gelagert, dass ein schnelles Einstellen der Position mithilfe von Gleitsteinen in Aluminiumprofilen möglich ist. Die Lager sind über Feststellhebel zu befestigen.

Zusammen mit den Partnern wird für die Veredelungsversuche das Material KlevoGlass 550 V4A-1 L festgelegt. Der Grund für die Entscheidung zur Verwendung des Glasfasergewebes KlevoGlass 550 V4A-1 L ist, dass dieses Material für den Flammenschutz eine sehr große Relevanz besitzt und das zu verwendende Ankerpeptid die höchste Affinität zu Glasfaser aufweist. Als Parameter für den Versuchsplan werden die folgenden Einflussgrößen gewählt:

- Verweildauer im Prozess
- Anpressdruck der Rollen
- Eintauchfrequenz
- Konzentration des Flammenschutzadditives

Der Prozess wird hinsichtlich der Textilführung im Kreisprozess angepasst. Die Anpassung der Textilführung besteht daraus, dass das Textil vernäht wird, sodass es an den Enden verbunden ist. Das so an den Enden verbundene Textil wird kontinuierlich mit variabler Abzugsgeschwindigkeit durch den Prozess geführt. Die Reihenfolge der Versuche ist der nachfolgenden Abbildung 2 zu entnehmen.

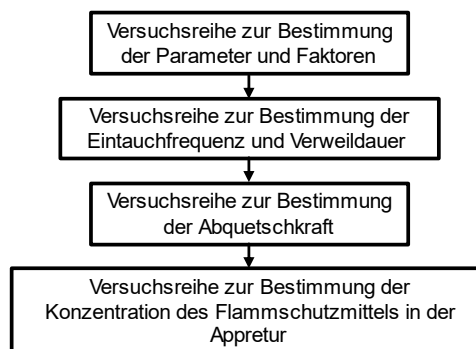


Abbildung 2: Abfolge der Versuchsreihen

Zunächst wird die Versuchsreihe zur Bestimmung der Faktoren und Parameter ausgewertet. Die Auswertung der Versuchsreihe zur Bestimmung der Parameter erfolgt unter dem Lichtmikroskop. Bei der Bewertung der Textilien unter dem Lichtmikroskop wird die Gestalt der Veredlung beurteilt. Bei der Betrachtung der Gestalt der Veredlung wird die Anzahl an Flammschutzpartikel sowie die räumliche Nähe der Flammschutzpartikel zu den Fasern der Textilien betrachtet.

Die Textilien brennen im Flammversuch nicht. Auch entstehen durch die Beflammung keine Löcher oder sonstige Beschädigungen in den Geweben. Exemplarisch ist in Abbildung 3 eine beflammete Probe des

veredelten „KlevoGlass 550 V4A-1 L“ dargestellt. Die anderen Proben weisen eine ähnliche Brandmarke auf. Außerdem ist während der Beflammung zu sehen, dass die Flammenschutzveredlung, bestehend aus Flammenschutzmittel und Ankerpeptiden, nicht brennbar ist.



Abbildung 3: Brandmarke auf mit Flammschutzappretur veredeltem „KlevoGlass 550 V4A-1 L“ ohne Lochbildung

Zusammenfassung

Die Prüfung der Textilien erfolgte durch Wiegen, Mikroskopie und normierte Flächenbeflammung. Basierend auf den jeweiligen Prüfungsergebnissen wurde der Prozess angepasst und eine neue Iteration begonnen

Als zentrale Ergebnisse stehen Einstellparameter für den Imprägnierungsprozess bezüglich:

- Verweildauer des Textils im Prozess (60 min)
- Eintauchfrequenz des Textils in die Appretur (0,14 Hz)
- Abquetschkraft (2,9 N/cm)
- Konzentration des Flammenschutzmittels in der Veredelungsappretur (40g/l)

Das Konzept zur Lagerung der Flammschutzappretur berücksichtigt die Lagerungstemperatur und -dauer. Eine Lagerung der Ankerpeptide ist bei einer Temperatur von 4°C für eine Woche möglich. Die Ankerpeptide sind lichtgeschützt zu lagern.

AP 5: Industrieller „Pilot-Einsatz“ der Flammschutzappretur

Im Rahmen der industriellen Weiterentwicklung des Veredelungsprozesses sind mehrere technische Herausforderungen vorhanden. Eine der zentralen Herausforderungen besteht darin, die bestehenden Produktionsanlagen effizient an die neuen Anforderungen anzupassen. Der Versuch, einen Magnetrührer in einen Industriefoulard zu integrieren, hat sich als nicht praktikabel erwiesen. Dies liegt an den technischen Einschränkungen und der Inkompatibilität der Geräte. Alternativen, wie beispielsweise Vibrationswalzen, sind ebenfalls nur mit erheblichem Aufwand in die bestehenden Anlagen zu integrieren. Dies macht die Umsetzung dieser Technologien in der Praxis sehr kompliziert und kostspielig.

Ein vielversprechender Ansatz zur Lösung dieser Probleme ist die Einführung eines zweiteiligen Beschichtungsprozesses. Dabei wird zunächst geprüft, ob es möglich ist, Ankerpeptide auf das Textil aufzutragen und anschließend die Flammschutzmittel hinzuzufügen. Dieser Prozess könnte wie folgt ablaufen: In einem ersten Schritt werden die Ankerpeptide auf das Textil aufgetragen, um eine geeignete Basis für die nachfolgende Beschichtung zu schaffen. In einem zweiten Schritt erfolgt die Beschichtung mit dem Flammschutzmittel in Form einer Polymer Beschichtung. Ein weiterer Ansatz beinhaltet die Mischung der Chemikalien der Polymer Beschichtung mit den Ankerpeptiden und dem Flammschutzmittel. Diese Methode erfordert eine sorgfältige Abstimmung der Mischungsverhältnisse und der Applikationstechniken. Diese Lösungsansätze wurden intensiv weiterverfolgt und evaluiert.

Das Glasgewebe KlevoGlass550 wurde in einem diskontinuierlichen Foulard im semi-industriellen Maßstab auf drei unterschiedliche Weisen imprägniert:

1. 3 Proben mit einer reinen Polymer Beschichtung (Probe 1)
2. 3 Proben mit der Polymer Beschichtung und dem Flammschutzmittel Addiflam POW MCA ECO (Probe 2)
3. 3 Proben mit der Polymer Beschichtung, dem Flammschutzmittel Addiflam POW MCA ECO und den Ankerpeptiden (Probe 3)

Die Flammschutzmittel dienen zum Flammenschutz der Polymer Beschichtung, da das Glasgewebe selbst inhärent flammresistent ist. Die drei verschiedenen Proben werden hergestellt, um den Einfluss der Ankerpeptide auf die Veredlung zu erkennen.

Nach der Imprägnierung erfolgt ein Trocknungsprozess. Die Textilien werden für 3 min bei 160 °C getrocknet

Es erfolgen weitere Flammversuche in Anlehnung an die DIN EN ISO 15025:2016. Keine der drei unterschiedlichen Proben brennt. Die Auftragsmenge des Polymers ist zu gering. Es kann keine Aussage zu der Wirkung der Ankerpeptide auf die Flammenschutzveredlung getroffen werden. Dementsprechend wird die Auftragsmenge des Polymers erhöht. Mit der erhöhten Auftragsmenge brennen alle drei Proben, da die Konzentration des Flammschutzmittels und der Ankerpeptide nicht erhöht wurde. Um die richtige Konzentration für den semi industriellen Maßstab zu bestimmen, sind weitere Iterationen notwendig.

Um den Unterschied zwischen der Anhaftung der Imprägnierung (mit und ohne Ankerpeptide) zu bestimmen werden Abrasionsversuche durchgeführt. Das erste Gewebestück wird an dem Testkörper befestigt. Am zweiten Gewebestück wird das Gewicht (ca. 200 g) befestigt. Anschließend wird das Stück über einen rotierenden Zylinder gelegt und an der anderen Seite auf der Platte angebracht, siehe Abbildung 4

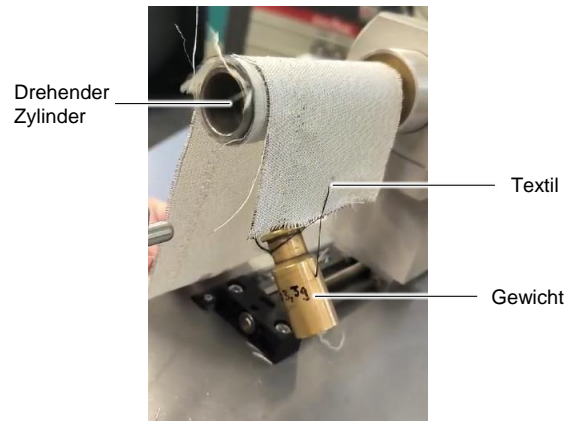


Abbildung 4: Abrasionstest

Das Spannungsgerät wird auf 12 Volt eingestellt. 1000 Umdrehungen dauern mit dieser Einstellung ca. 21 min. Alle drei Proben (mit Polymer, mit Polymer und Flammenschutzmittel, mit Polymer, Flammenschutzmittel und Ankerpetide werden bzgl. ihres Abrasionsverhalten getestet. Zur Überprüfung des Abrasionsverhaltens werden Mikroskopieaufnahmen erstellt. Es sind keine Abreibungen der Veredlung in den Mikroskopiebildern zu erkennen.