

## 1.1 Zusammenfassung

Ein wesentliches Ziel des Projekts war die Modifizierung und auch Funktionalisierung von Textilfaseroberflächen mit Polymeren schon während der Faserherstellung. Durch diese Verfahrensweise sollte eine Modifizierung der Textilfaseroberfläche unter Einsparung der bisher üblichen, der eigentlichen Faserherstellung nachgeordneten Verfahrensschritte, erreicht werden. Dieses Ziel kann unter Verwendung von speziellen LCST-Polymeren (Lower Critical Solution Temperature) erreicht werden, da diese Polymere bei Temperaturerhöhung unlöslich werden und aus der Lösung ausfallen. Da in diesem speziellen Fall eine Ausfällung und nicht nur ein Beschichten durch Verdampfen des Lösemittels stattfindet, sind die abgetrennten Schichten in der Regel wesentlich homogener und dünner, was sich zumeist auch positiv auf die Oberflächenhaftung auswirkt. Unter Verwendung eines Inline Fiber Finishing Prozesses sollte es deshalb möglich werden, eine direkt aus dem Extruder kommende, noch heiße Textilfaser mit einer Dispersion eines thermisch vernetzbaren LCST-Polymeren zu besprühen, das Polymere auf der Oberfläche auszufällen und eine dünne homogene Polymerbeschichtungen auf den Textilfasern zu erhalten. Da sich über diese Methode auch Nanopartikel unterschiedlichster Art auf den Oberflächen okkludieren und abscheiden lassen, sind somit nicht nur hydrophil/hydrophobe Modifizierungen der Textilfaseroberfläche, sondern prinzipiell auch Funktionalitäten wie Antistatik, Erhöhung der chemischen und mechanischen Beständigkeiten, als auch veränderte Infrarot- und UV-Absorption-/Reflexionseigenschaften zugänglich. Infolge der Schnelligkeit der Prozesse muss die Vernetzung über radikalisch verlaufende Reaktionen durchgeführt werden. Die hierfür benötigten, olefinisch modifizierten Polymere sind jedoch nicht kommerziell verfügbar, so dass diese im Rahmen des Projekts zunächst synthetisiert und hinsichtlich der resultierenden LCST und Vernetzungseigenschaften charakterisiert und optimiert werden mussten. Diese Arbeiten wurden erfolgreich bei der BASF SE, in Abstimmung mit dem Fraunhofer IPA, durchgeführt. Es konnten letztlich neuartige LCST-Polymere mit einer für die Applikation optimalen LCST hergestellt werden, mit welchen eine Modifizierung der Faseroberfläche während der Textilfaserherstellung ermöglicht werden konnte. Es erfolgte ein entsprechendes Up-Scaling des Herstellungsprozesses seitens der BASF, um eine Übertragbarkeit in industrielle Maßstäbe gewährleisten zu können. Bei der Durchführung der LCST-Belegung in der Praxis stellte es sich jedoch heraus, dass Eisenionen, welche sich beim Umwälzen der Polymerdispersion aus den im Textilbereich verwendeten Pumpensystemen lösen, die Vernetzung der reaktiven LCST-Polymere bereits in der Lösung katalysieren, wodurch die Polymere aus der Lösung ausfallen und somit die Standzeiten wesentlich erniedrigt werden. Diese Problematik konnte schließlich durch Zugabe von Komplexbildnern, welche die Eisenionen dem System entziehen, gelöst werden.

LCST-Polymere mit unterschiedlicher chemischer Architektur wurden nun hinsichtlich ihres Auffäll- und Vernetzungsverhaltens auf Polyesterfasern während der Filamentgarnherstellung im Schmelzspinnprozess eingesetzt und auf diesen appliziert. Dabei wurde der Einfluss verschiedener, variabler Spinnparameter ausgelotet und mit den gebildeten Strukturen auf der Filamentoberfläche sowie den resultierenden Garn- und Anwendungseigenschaften in Beziehung gesetzt. Voraussetzung dafür war die Bereitstellung von LCST-Systemen, die unter praktischen Anwendungsbedingungen im Spinnversuch eine ausreichende Stabilität besitzen. Diese LCST-Polymerensysteme konnten in der ersten Projektphase grundsätzlich entwickelt und hinsichtlich LCST-Temperatur, pH-Wert und Initiierung der Vernetzung optimiert werden. Unter Verwendung verschiedener, derartiger LCST-Systeme wurde nunmehr das Applikations- bzw. Spinnverhalten in Abhängigkeit von den Prozessvariablen:

Auftragsmenge, Applikationshöhe und Art des Spinnprozesses untersucht. Diese drei genannten Variablen sind hauptsächlich für die Ausbildung der Struktur der LCST-Ausrüstung auf der Filamentoberfläche verantwortlich. Daher wurden die erhaltenen Fasern direkt nach Bestimmung ihrer fadenmechanischen Eigenschaften mittels REM-Untersuchungen in Bezug auf die Verteilung und Homogenität der Auffällung charakterisiert. Im Hinblick auf relevante anwendungstechnische Eigenschaften wurden die Garn-Reibungskoeffizienten für die Faden/Faden- und Faden/Metall-Reibung bestimmt, bevor daran anschließend aus den Garnen textile Flächen hergestellt wurden, die bezüglich ihres elektrischen Widerstandes und der Farbstoffaufnahme im Rahmen einer Dispersionsfärbung geprüft wurden. Besonders in den an den flächigen Textilien durchgeführten Prüfungen wurden z.T. sehr gute Ergebnisse erhalten, die über denen der Referenzproben lagen. Problematisch war der Nachweis der Permanenz der Beschichtung, der schließlich über die Extraktion der beschichteten Garne mit Isopropanol geführt wurde. Dabei zeigte es sich, dass trotz Optimierung der Vernetzungsbedingungen stets der weitaus überwiegende Teil der LCST-Ausrüstung von der Filamentgarnoberfläche abgelöst wurde, was das untersuchte Verfahren für eine Anwendung in der industriellen Fertigung im Moment daher uninteressant macht. Als eine Ursache für die schlechte Immobilisierung der LCST-Polymere auf der Filamentoberfläche wurde die nicht ausreichende Vernetzung der LCST-Polymere untereinander erkannt, wofür hauptsächlich die geringe Auflagemenge und damit verbunden die zu niedrige Konzentration an reaktionsfähigen Endgruppen innerhalb der Beschichtungsmasse verantwortlich zu machen ist. Die reaktionsfähigen Doppelbindungen an den jeweiligen Enden der LCST-Moleküle sind dadurch räumlich zu weit voneinander entfernt als dass sie miteinander reagieren könnten. Diese Vorstellung wird dadurch bestätigt, dass der fixierte Anteil der LCST-Auftragung steigt, wenn die Auflagemenge erhöht wird. Diese Zielsetzung wurde somit im Rahmen des Projekts nicht erreicht.

Insgesamt zeigte es sich, dass unter Verwendung von LCST-Polymeren eine Belegung, sowie eine Funktionalisierung der Textilfaseroberfläche mit Nanopartikeln im Inline Fiber Finishing Prozess durchgeführt werden kann. Durch Optimierung der Bedingungen bei der Textilfaserherstellung, im Wesentlichen durch Optimierung der Temperaturcharakteristik im Prozess, konnte sowohl die Homogenität, als auch die Vernetzung der erhaltenen LCST-Polymer-Oberflächenmodifizierung verbessert werden. Es zeigte sich, dass die im Projekt verwendeten LCST-Polymere auf Basis von Polyether-Blockcopolymeren sehr günstige Eigenschaften aufweisen, so dass durch Veränderung von Blockstrukturen und Änderung der Monomereinheiten auch auf schwierig modifizierbare Textilfasern, wie beispielsweise Polypropylenfasern, relativ homogene LCST-Polymerbeschichtungen im Inline Fiber Finishing Prozess realisiert werden können. Im Rahmen des Projekts konnten unterschiedliche LCST-Polymere in enger Zusammenarbeit von Fraunhofer IPA und der BASF SE entwickelt und hinsichtlich der Art der olefinischen Funktionalisierung, deren Reaktivität, als auch in Hinblick auf die resultierende LCST optimiert werden. Von den erhaltenen LCST-Polymeren wurden lagerstabile Polymerdispersionen unter Einsatz von Haftvermittlern und Nanopartikeln hergestellt, welche auch nach Zusatz des Radikalstarters eine ausreichende Stabilität besaßen und sich im Inline Fiber Finishing Prozess gut applizieren ließen. Ein wesentliches Problem stellte jedoch die zu geringe und nicht ausreichende Permanenz der LCST-Polymermodifizierung auf den erhaltenen Textilien beim Waschen oder Belasten mit Propanol dar. Trotz umfangreicher Versuche zur Verbesserung der Adhäsion und Vernetzung, konnte die Permanenz in den durchgeführten Technikumsversuchen nicht ausreichend verbessert werden, so dass das Ziel einer Industrialisierung des Prozesses im Projekt nicht erreicht werden konnte. **Das Ziel des Forschungsvorhabens wurde zum Teil erreicht.**