

Neue hybride Sol-Gel-Beschichtungen für Textilien durch Zwillingspolymerisation (Zwillingspolymerisation)

Karola Schäfer¹, Xiaomin Zhu¹, Martin Möller¹, Lysann Kaßner², Stefan Spange²,
Michael Mehring²

¹ DWI – Leibniz-Institut für Interaktive Materialien e.V., Aachen

² Technische Universität Chemnitz, Fakultät für Naturwissenschaften, Institut für
Chemie, Professur Koordinationschemie, Chemnitz

Zusammenfassung der Ergebnisse

Neuartige anorganisch-organische Hybridbeschichtungen auf Basis der Zwillingspolymerisation und der Polyalkoxysiloxan-Chemie wurden zur Funktionalisierung von Textilien entwickelt. In diesem Projekt wurden eine Hydrophobierung, Schmutzabweisung und Erhöhung der Abrasionsbeständigkeit von Textilien angestrebt.

Polyethoxysiloxan (PEOS) wurde durch ein am DWI etabliertes Verfahren aus Tetraethoxysilan (TEOS) und Essigsäureanhydrid hergestellt und die Synthese soweit optimiert, dass durch den Einsatz eines neuartigen Katalysators (kationisches Ionenaustauscherharz) farblose PEOS-Derivate in hohen Ausbeuten erhalten wurden. Im Hinblick auf die Erzielung einer Hydrophobierung wurden mit langen Alkylketten (Hexadecyl- und Behenyl-, R-PEOS) substituierte PEOS-Derivate synthetisiert.

Das Zwillingsmonomer (ZM) 2,2'-Spirobi[4*H*-1,3,2-benzodioxasilin] wurde nach dem an der TU Chemnitz etablierten Verfahren hergestellt. Die Mischungen aus ZM und PEOS sind bei Temperaturen von 85 °C in den Verhältnissen 1:1 bis 1:4 mischbar, bilden klare Schmelzen und polymerisieren zu klaren Hybridmaterialien, sodass sie sich für die Ausrüstung von Textilien eignen. Milchsäure (LA) als geeigneter Katalysator führt zur Bildung kompakter, gelber bis roter Hybridmaterialien. Zusätzlich wurden die Polymerisationsreaktionen anderer Reaktanten, wie Hexamethylcyclotrisiloxan (D3) und Poly[dimethylsiloxan-co-(3-aminopropyl)methylsiloxan], im Gemisch mit dem ZM untersucht. Es bildeten sich Hybridmaterialien bestehend aus Phenolharz und Siliziumdioxid mit kovalent gebundenen Oligodimethylsiloxan-Einheiten.

Für die Beschichtung von Textilien und Modelloberflächen wurden Formulierungen aus 2,2'-Spirobi[4*H*-1,3,2-benzodioxasilin], PEOS/R-PEOS, Silikonen oder Mischungen daraus als Emulsion (Variante 1) oder aus ethanolischer Lösung (Variante 2) entwickelt.

Homogene Emulsionen mit guter Lagerstabilität wurden nach Vorlösen des ZM und der R-PEOS-Derivate in Butyl- oder Octylacetat unter Ultraschall in Wasser erhalten (Variante 1). Die Emulsionen konnten auf Oberflächen durch Tauchen oder Foulardieren bei RT mit anschließender Thermofixierung bei 150 °C unter Ausbildung einer kontinuierlichen Dünnschicht aufgebracht werden. Mittels FE-SEM wurde gezeigt, dass eine Beschichtung der Glasplättchen und Polyestergerberei erfolgt ist.

Durch Wassertropfentests (gemäß DuPont-Prüfmethode) wurde eine Hydrophobierung der Polyestergewebe aufgezeigt. Dieses Ergebnis wurde durch Kontaktwinkelmessungen an beschichteten Glasplättchen bestätigt. Beschichtungen mit R-PEOS/ZM wiesen höhere Kontaktwinkel auf als solche mit PEOS/ZM.

Nach Variante 2 wurden 1:1-PEOS/ZM-Mischungen und Mischungen des ZM-Vorpolymerisats mit Dimethylsiloxan-Derivaten aus ethanolischer Lösung auf Polyestergewebe durch Tauchen aufgebracht und anschließend bei 130 °C thermofixiert. Mit Hilfe des Wassertropfentests konnte gezeigt werden, dass modifizierte Polyestergewebe sowohl mit PEOS, als auch mit ZM-Vorpolymerisat und den Dimethylsiloxan-Derivaten hydrophobiert werden konnten, im Vergleich zum Ausgangsmaterial. REM-Aufnahmen zeigten bei hoher Konzentration der ZM-Vorpolymerisat-PEOS-Lösung eine geschlossene Hybridmaterialschiicht auf den Fasern, die zum Teil zu Verklebungen der einzelnen Fasersträngen führte.

Eine Oleophobie wurde für die nach beiden Varianten beschichteten Polyestergewebe nicht erreicht. Das gebildete Zwillingpolymer zeichnet sich durch hohe thermische Stabilität aus. Erste Untersuchungen zur Lichtbeständigkeit der Beschichtungen zeigten, dass die Beschichtung von Polyestergewebe mit PEOS bzw. C₁₆H₃₃-PEOS allein oder in Mischung mit Spiromonomer UV-stabil ist. Die Untersuchung der Abrasionsbeständigkeit der Beschichtungen im Martindale-Scheuerverfahren zeigte, dass die Komposite aus PEOS und Zwillingpolymeren nach 2.500 und 10.000 Touren Scheuern noch auf Polyestergeweben nachweisbar sind; nach längerem Scheuern (10.000 Touren) waren jedoch deutliche Verluste der Beschichtung aufgetreten. Trotzdem waren die hydrophoben Eigenschaften meist noch uneingeschränkt vorhanden. Erste Untersuchungen zum Anschmutzverhalten der Beschichtungen zeigten, dass mit dem Zwillingmonomer und PEOS/ZM beschichtete Polyestergewebe durch Aktivkohle weniger angeschmutzt werden als Referenzgewebe.

Danksagung

Wir danken der Forschungsvereinigung Textil e.V., Reinhardtstraße 12-14, 10117 Berlin, für die finanzielle Förderung des Forschungsvorhabens IGF-Nr. 19959 BG, die im Rahmen des Programms zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung und –entwicklung (IGF)“ aus Haushaltsmitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages über die Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AiF) erfolgte.

Unser besonderer Dank gilt den Mitgliedern des Projektbegleitenden Ausschusses (PA) des Vorhabens für ihre Kooperation und fruchtbaren Diskussionen.

Wir danken allen Kollegen im DWI und in der TU Chemnitz für wertvolle Anregungen und Diskussionen sowie die Kooperation bei der Charakterisierung der Materialien. Wir danken Frau M. Arndt-Schaffrath (DWI) für die sorgfältige technische Assistenz. Ferner danken wir Herrn Dr. Z. Chen (DWI) für die Synthesearbeiten und die Elektronenmikroskopie, Herrn Dr. R. Vinokur (DWI) für die Unterstützung bei der Thermoanalyse, Herrn Dipl.-Ing. J. Roes (DWI) für die XPS-Messungen, Frau A. Kaiser (DWI) für die Scheuerbeständigkeitsprüfungen, Frau S. Rieder (DWI) für die EDX-Analytik und Frau Y. Cao (DWI) für ihren Beitrag im Rahmen eines Chemie-Forschungspraktikums. Für elektronenmikroskopische Aufnahmen der beschichteten Textilien danken wir Frau D. Dentel und Herrn Professor Dr. C. Tegenkamp (TUC).

Weiterhin danken wir Frau T. Uhlig (TUC) für die Unterstützung bei Synthese und Charakterisierung der Hybridmaterialien, Herrn Professor Dr. W. Goedel (TUC) für die Möglichkeit der Nutzung des Kontaktwinkelmessgerätes, Herrn S. Scholz (TUC) für zahlreiche TG-Analysen und Herrn T. Klose (TUC) für seine Arbeit im Rahmen eines Vertiefungspraktikums. Zudem danken wir Herrn Dr. F. Simon und Frau Dr. S. Höhne (IPF Dresden e.V.) für die Durchführung und Diskussion von XPS- und Kontaktwinkelmessungen.

Der Schlussbericht zum IGF-Forschungsvorhaben 19959 BG „Neue hybride Sol-Gel-Beschichtungen für Textilien durch Zwillingspolymerisation“ ist über die Forschungseinrichtung zu beziehen: DWI – Leibniz-Institut für Interaktive Materialien, bibliothek@dwil.rwth-aachen.de, Forckenbeckstr. 50, 52074 Aachen.

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages