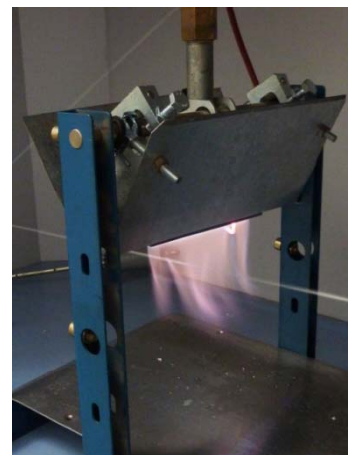




CVD - Technologien – ein Weg zur Funktionalisierung von Fäden

Uwe Hartmann³, Antje Krahmer¹, Andreas Neudeck¹, Monika Weiser¹, Andre Modes¹, Andreas Bräuer², Birgit Armbruster³, Uwe Möhring¹,

¹ Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V, Zeulenrodaer Str. 42, 07973 Greiz

² Fein-Elast Umspinnwerk GmbH, Greizer Straße 101, 07937 Zeulenroda-Triebes

³ imbut GmbH, Zeulenrodaer Str. 42, 07973 Greiz

titv
Textilforschungsinstitut
Thüringen-Vogtland e. V.

GEFÖRDERT VOM



Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

WACHSTUMSKERNE
UNTERNEHMEN
REGION
Die BMBF-Innovationsinitiative
Neue Länder



Gliederung

Einführung

Untersuchungen/ Ergebnisse

Ausblick/ Zusammenfassung



Foto: astoria - Fotolia.com

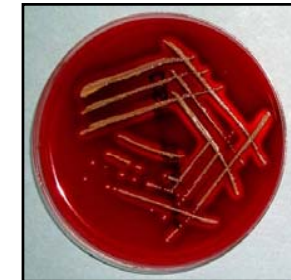


Foto: FSU Jena



**Silikonfreie
Gleitschichten
mittels FlammCVD
(Normaldruck)**



Hochleistungstextilmachines



GEFÖRDERT VOM

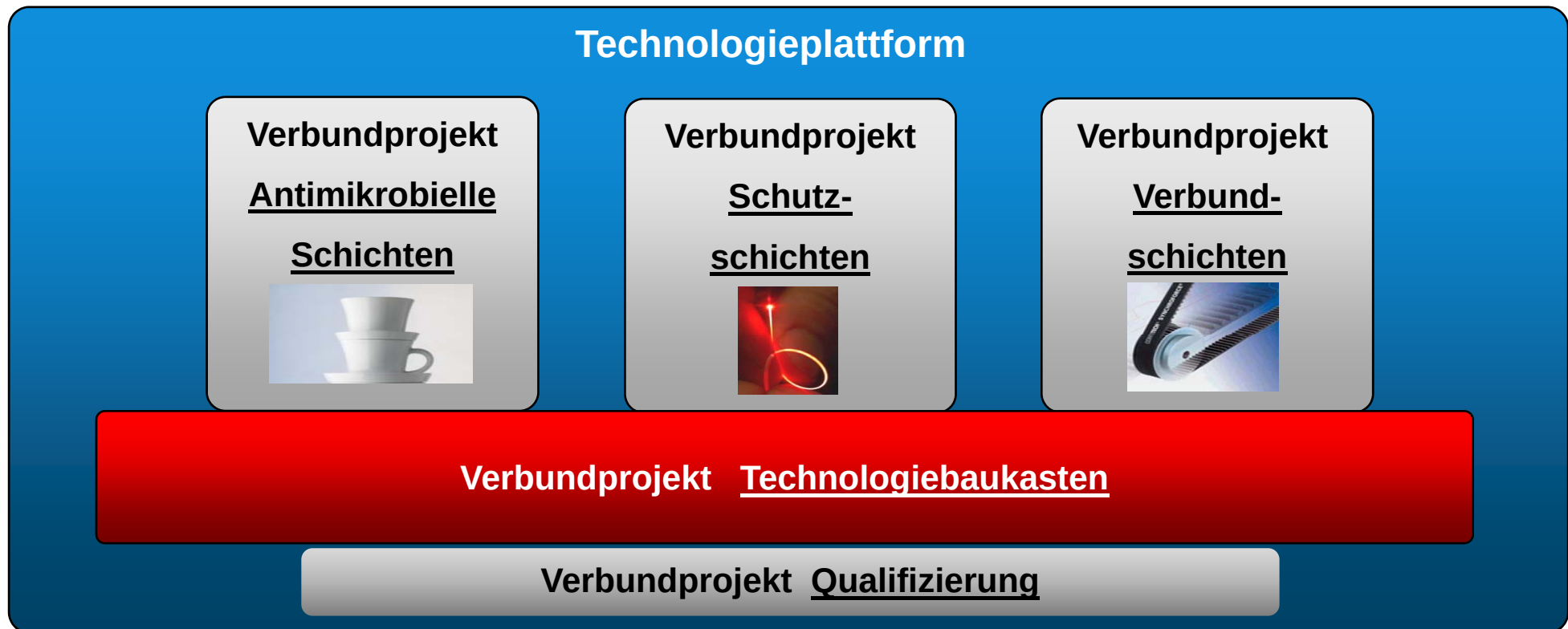


Bundesministerium
für Bildung
und Forschung

WACHSTUMSKERNE
UNTERNEHMEN
Die BMBF-Innovationsinitiative
Neue Länder **REGION**

Projekte im Rahmen des Wachstumskerns J-1013

Laufzeit: 01.08.2010 – 31.07.2013



Funktionen auf den verschiedenen Fadenmaterialien:

- Permanente silikonölfreie Schichten mit guten Gleiteigenschaften
- Permanente antimikrobielle Schichten

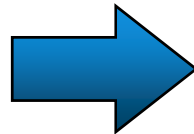
Bisherige Technologien

Einschichtverfahren mit
geringer Beständigkeit
z. B. Antireflexglas



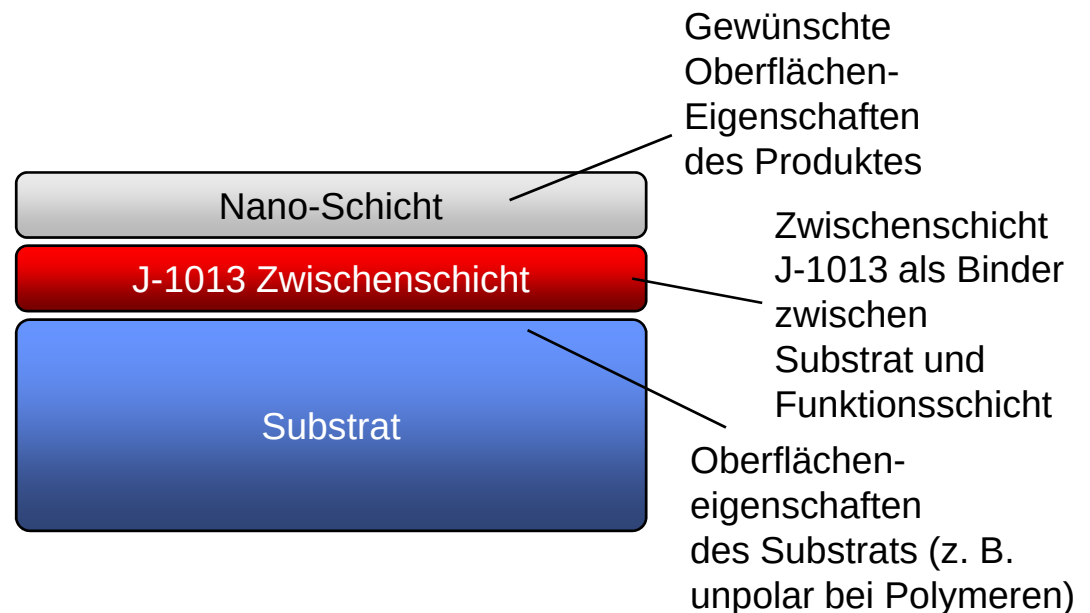
oder

Funktionalisierung des Substrats
z. B. Antimikrobielle Schichten,
silikonölfreie Gleitschichten



J-1013 Technologie

Mehrschichtverfahren mit
hoher Beständigkeit



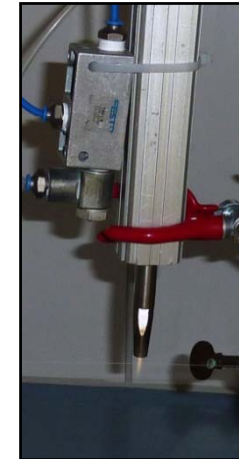
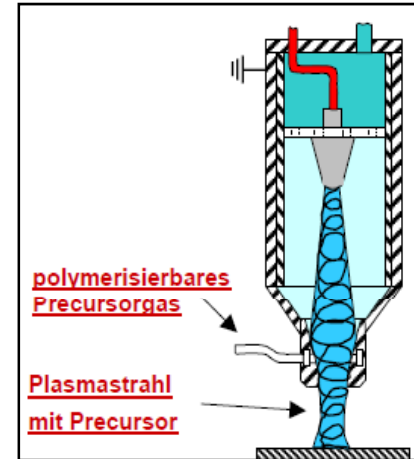
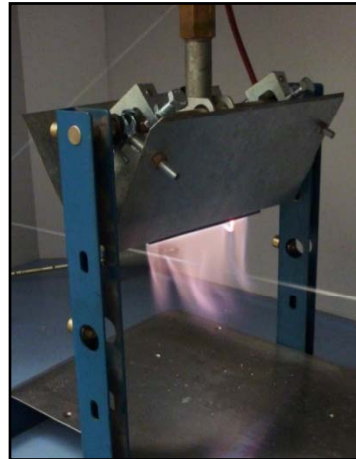
Nasschemische Vorbehandlung

- Vorwäsche zur Entfernung von Präparationen, wie Spinnpräparationen, Fette und Öle
- Versuchsreihen im Baumfärbeapparat
 - Aufwicklung des Fadenmaterials auf einen perforierten Zylinder (Baum)
 - Flottenbewegung mittels Druck von Innen nach Außen und von Außen nach Innen
- Waschmittel: Tissocyl RLB bzw. Tissocyl JT (Zschimmer & Schwarz)
- Variation der Temperaturen (30 °C, 70 °C) und Einsatzkonzentrationen (0,5 – 2,0 g/l Waschmittel)

Auflagerungen u. Begleitstoffe in %									
Polyamid (PA)				Polyester (PES)				Baumwolle (CO)	
1.1	1.2	1.3	1.4	2.1	2.2	2.3	2.4	3.1	3.2
0,67	0,78	0,15	1,1	1,4	0,51	0,47	0,02	0,48	0,61



Erzeugung der Nanostartschicht auf den unterschiedlichen Fadenmaterialien mittels C- und AP-CVD Verfahren

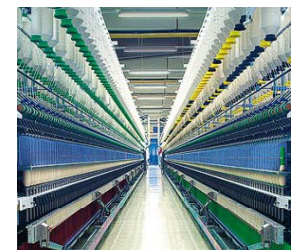


Beim C-CVD Verfahren wird einem Brenngas eine zur Erzeugung der gewünschten Schicht geeignete Ausgangsverbindung (Precursor: Silane, Siloxane, metallorganische Verbindungen) zugesetzt. Das zu beschichtende Substrat wird in geringem Abstand durch die Flamme bewegt. Durch die hohe Verbrennungsenergie bilden die Precursoren reaktive Gruppen, die sich fest mit der Substratoberfläche verbinden.

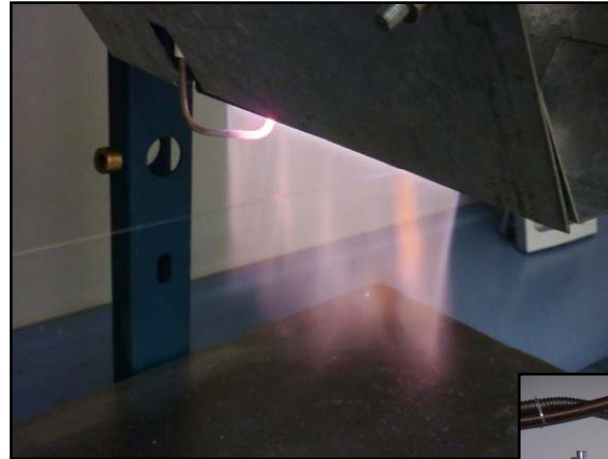
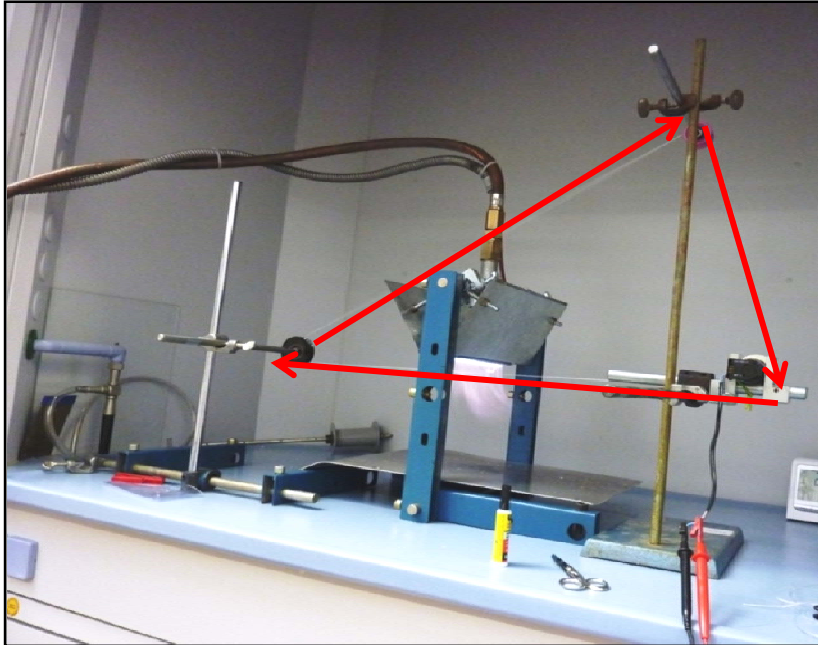
Bei dem AP-CVD Verfahren unter Atmosphärendruck werden bei geringen Prozesstemperaturen Oxidschichten evtl. zusammen mit Fremdstoffen abgeschieden. Die dazu nötigen Elemente Silizium und Sauerstoff werden über die Gase Silan SiH_4 und O_2 unter Zugabe von Stickstoff bereitgestellt.

Voruntersuchungen zur Wärmeübertragung

- CVD (Chemical Vapour Deposition) Technologien zur Oberflächenfunktionalisierung aus der Gasphase unter Normaldruck **ohne aufwendige Vakuumtechnik** werden im Wachstumskern J-1013 auf Garne und textile Flächengebilde übertragen
- Die Haftvermittlerschichten ermöglichen es sowohl an Substraten aus Naturfasern als auch an Substraten aus synthetischen Fasern (PES, PA, AR, PP und PE) funktionelle Beschichtungen **kovalent** also **permanent** anzubinden
- Durchläuft ein textiles Substrat zur Oberflächenfunktionalisierung eine Flamme oder Plasmafackel wird eine **erhebliche Wärmemenge** übertragen.



Voruntersuchungen am diskontinuierlichen Versuchsaufbau (C-CVD)

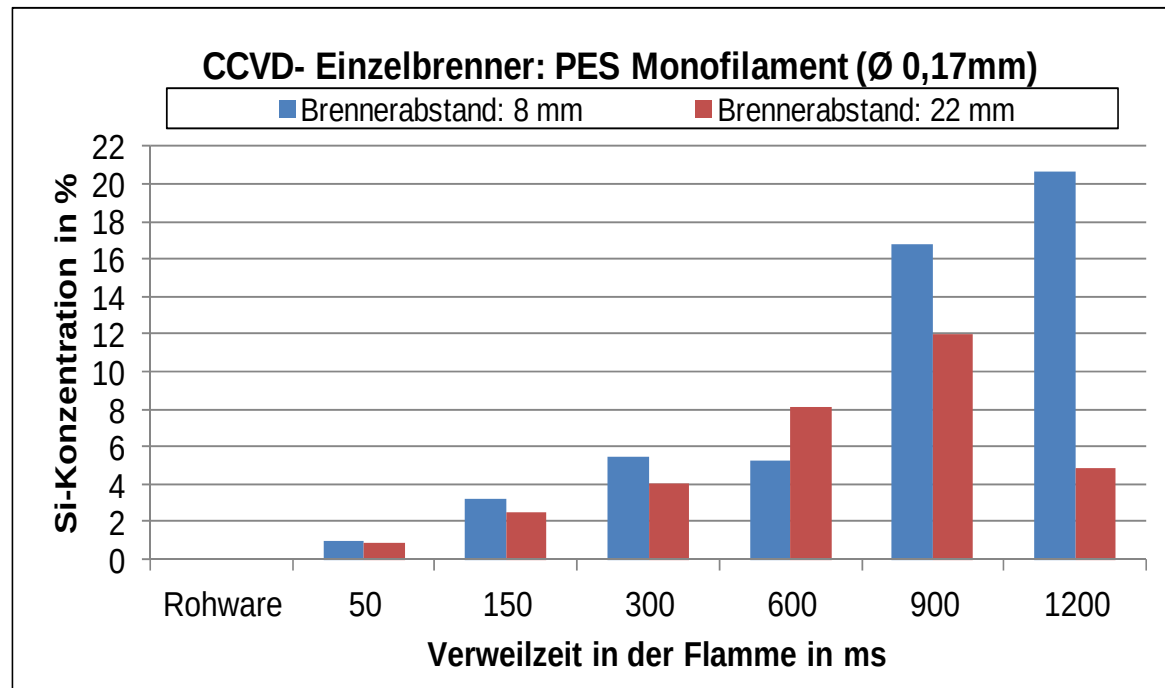


diskontinuierlicher Versuchsaufbau

- Es ist grundsätzlich möglich, SiO_x - Nanostartschichten mittels C-CVD Behandlung auf Fadenmaterialien zu applizieren.
- Mit Zunahme der Durchläufe und damit der Verweilzeit in der Flamme wird die Silizium- Konzentration auf der Fadenoberfläche erhöht.

Voruntersuchungen am diskontinuierlichen Versuchsaufbau (C-CVD)

Vergleich Brennerabstand – Siliziumkonzentration



Brennerstufe: 2

$v = 375$ m/min

HMDSO: 1,1l/min

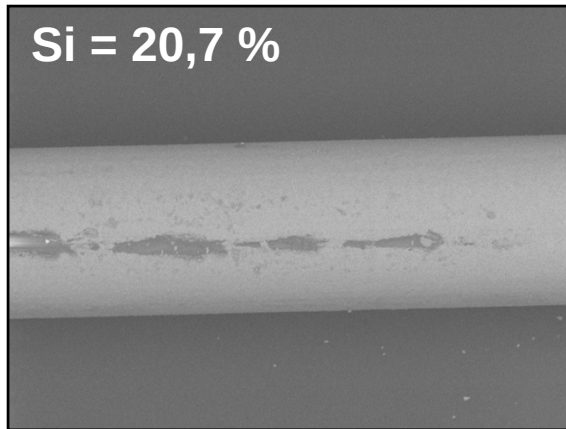
Voruntersuchungen am diskontinuierlichen Versuchsaufbau (C-CVD)

PES-Monofilament

Brennerabstand = 8 mm,
 $v = 375$ m/min

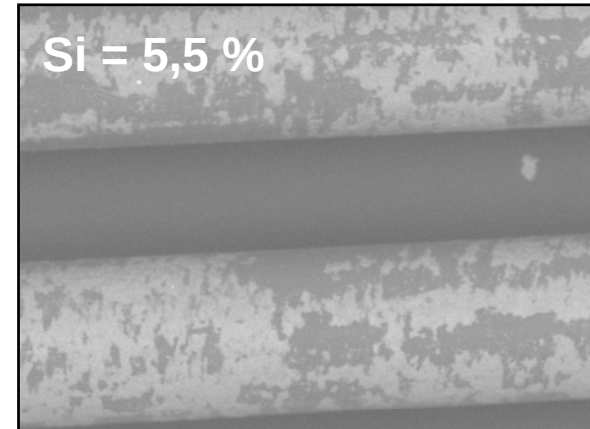
Laufzeit 5 min
Verweilzeit 0,75 s, 940 DL

Si = 20,7 %



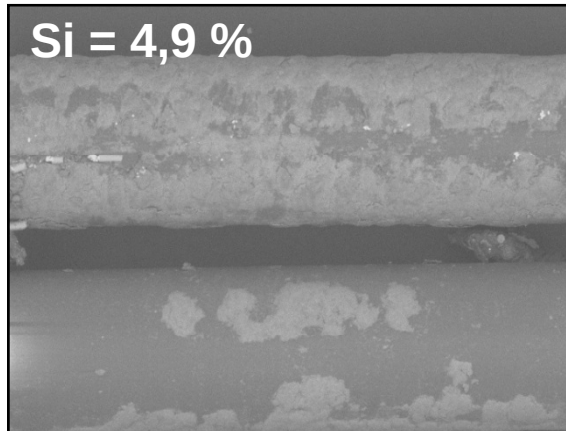
Laufzeit 1 min
Verweilzeit 0,15 s, 190 DL

Si = 5,5 %

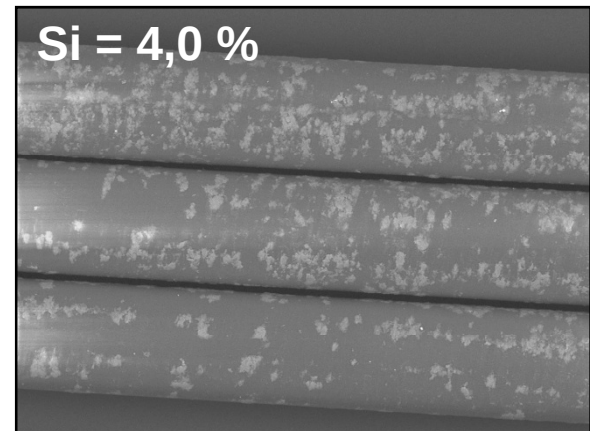


Brennerabstand = 22 mm,
 $v = 375$ m/min

Si = 4,9 %



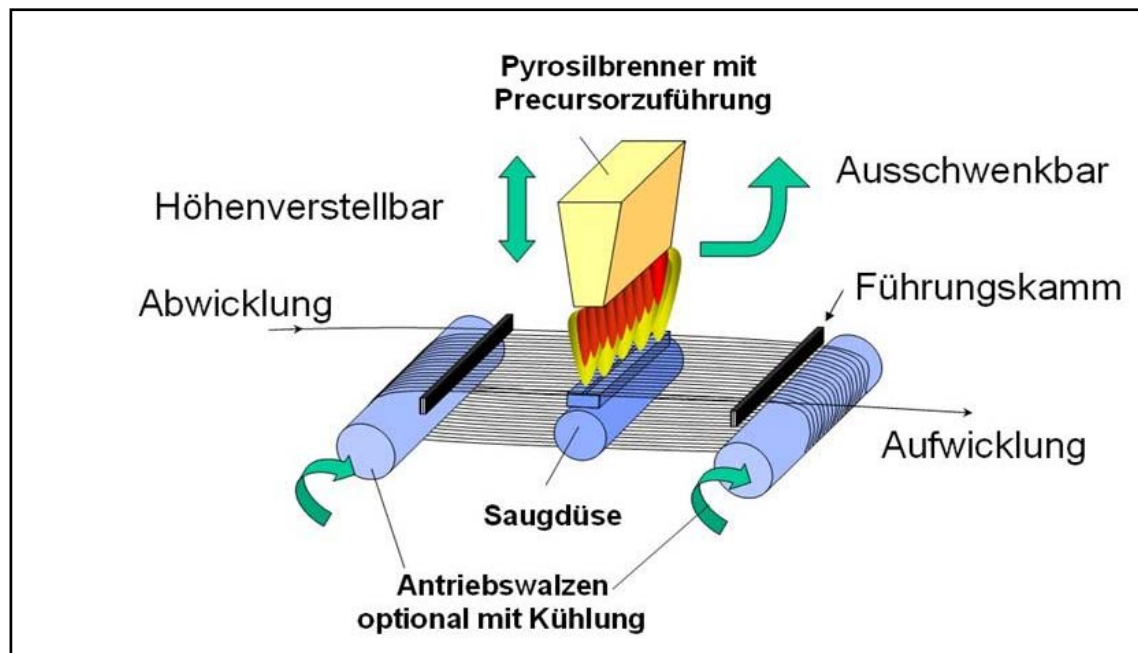
Si = 4,0 %



- Bei geringerem Brennerabstand wird mehr und gleichmäßiger Silizium abgeschieden.
- Der optimale Brennerabstand zum Faden beträgt 5-10 mm.

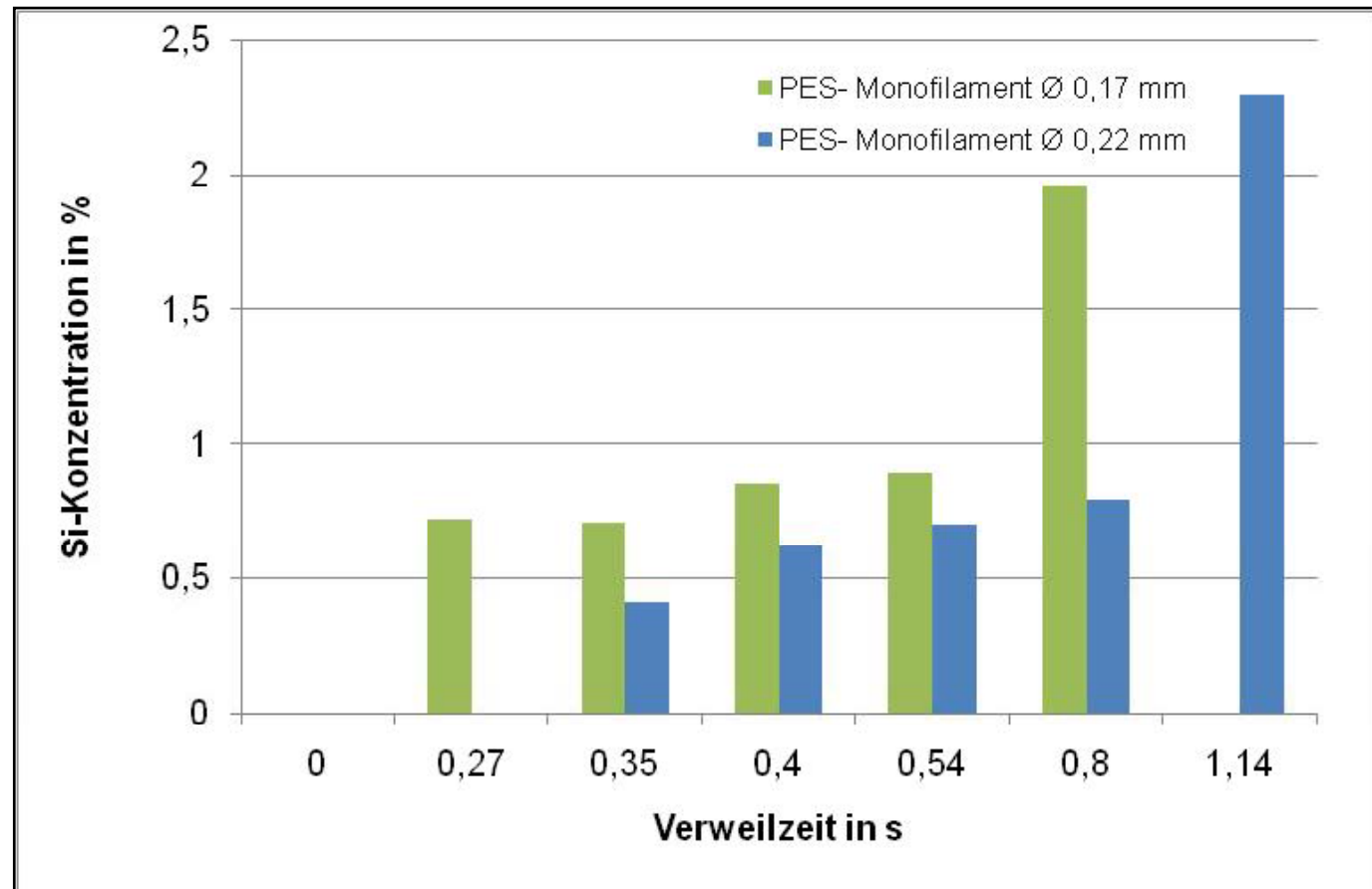
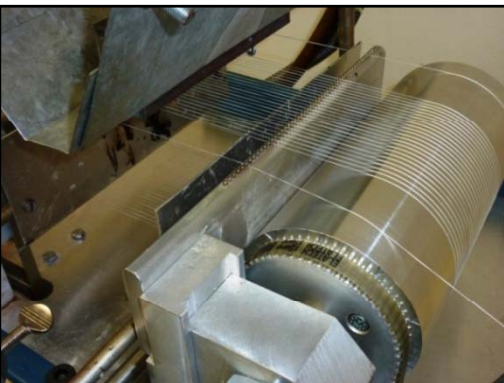
Entwicklung kontinuierlicher Versuchsaufbau

- Herstellung größerer Versuchsmengen für Verarbeitungstests
- Folgeversuche und Charakterisierung der erreichten Eigenschaften



Prinzipskizze der kontinuierlichen Versuchsanlage

C-CVD: Untersuchungen am kontinuierlichen Versuchsaufbau

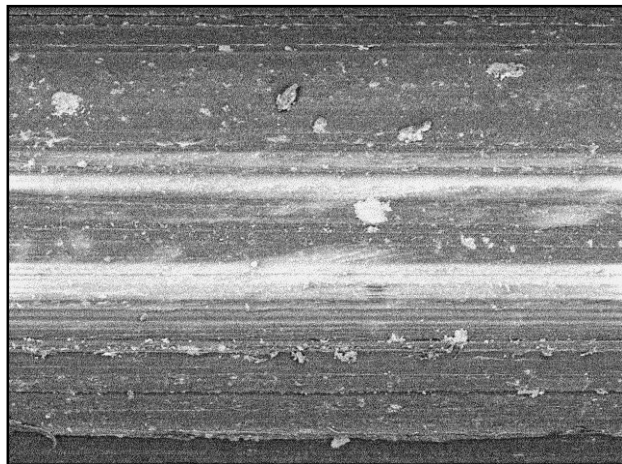


Je länger die Verweilzeit in der Flamme, desto mehr Silizium wird abgeschieden. Die Abscheiderate ist abhängig vom Durchmesser. Je geringer der Durchmesser, desto mehr Silizium ist nachweisbar.

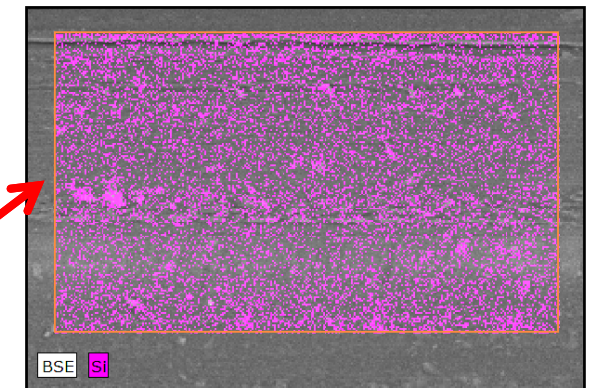
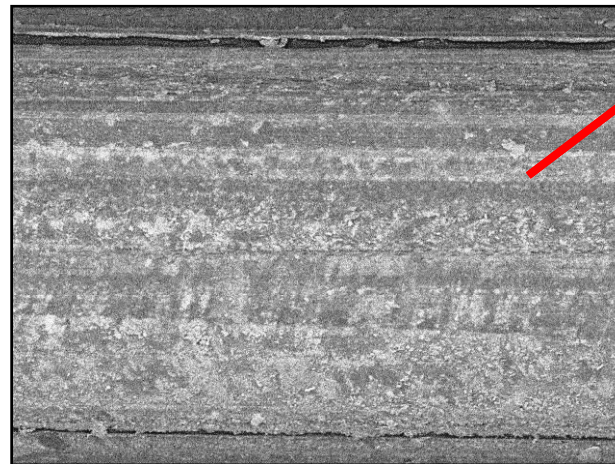
Rohware
PES-Monofilament



Verweilzeit = 0,27 s
Si = 0,72 %

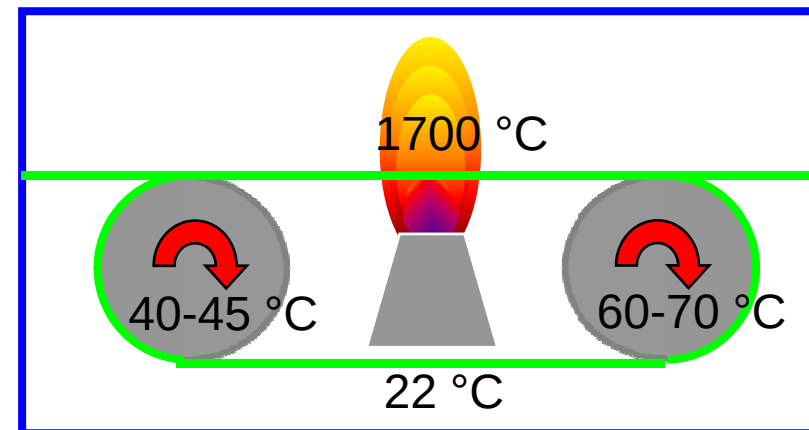
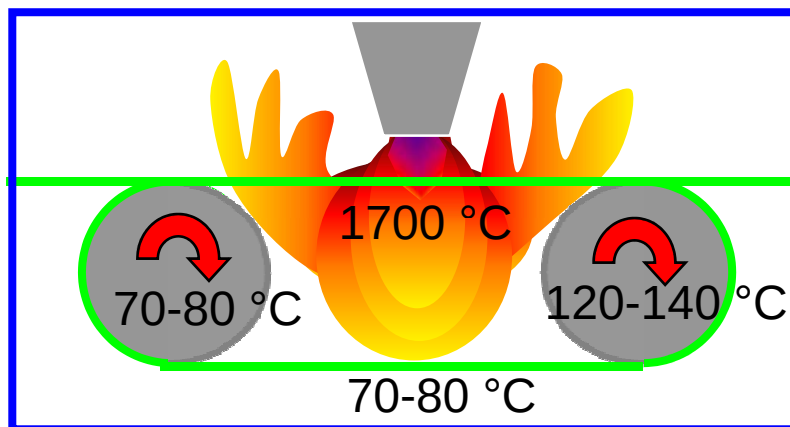


Verweilzeit = 0,8 s
Si = 1,96 %



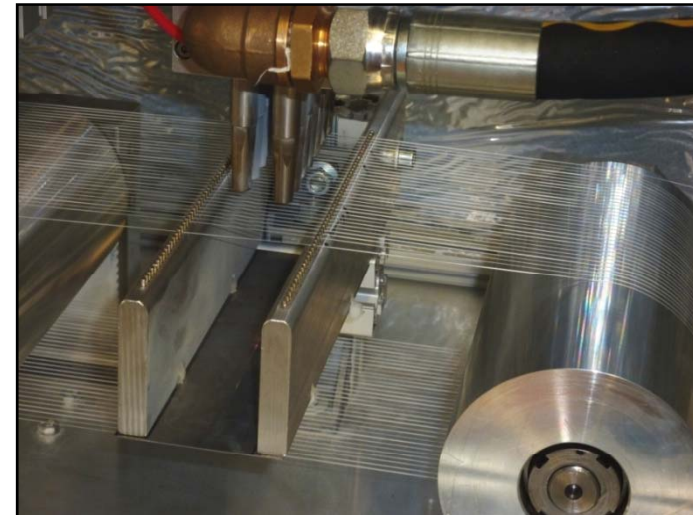
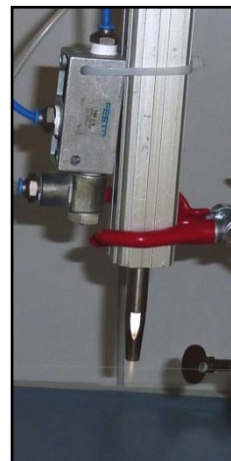
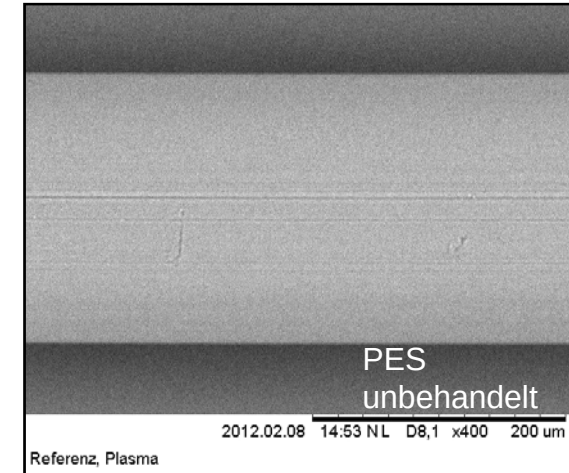
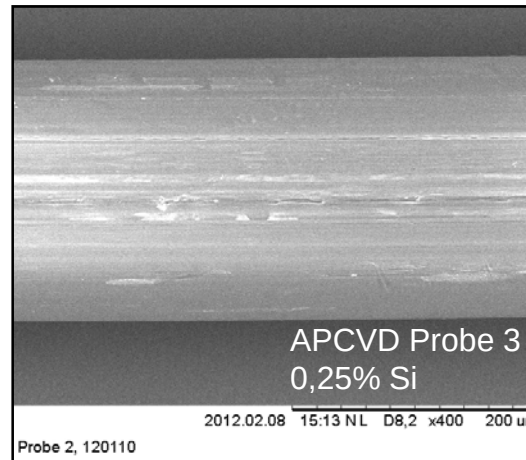
C-CVD: Untersuchungen am kontinuierlichen Versuchsaufbau

Zur Verringerung der thermischen Belastung und Erhöhung der Verweilzeit erfolgt eine Modifizierung der Anlagentechnologie zur C-CVD Behandlung.

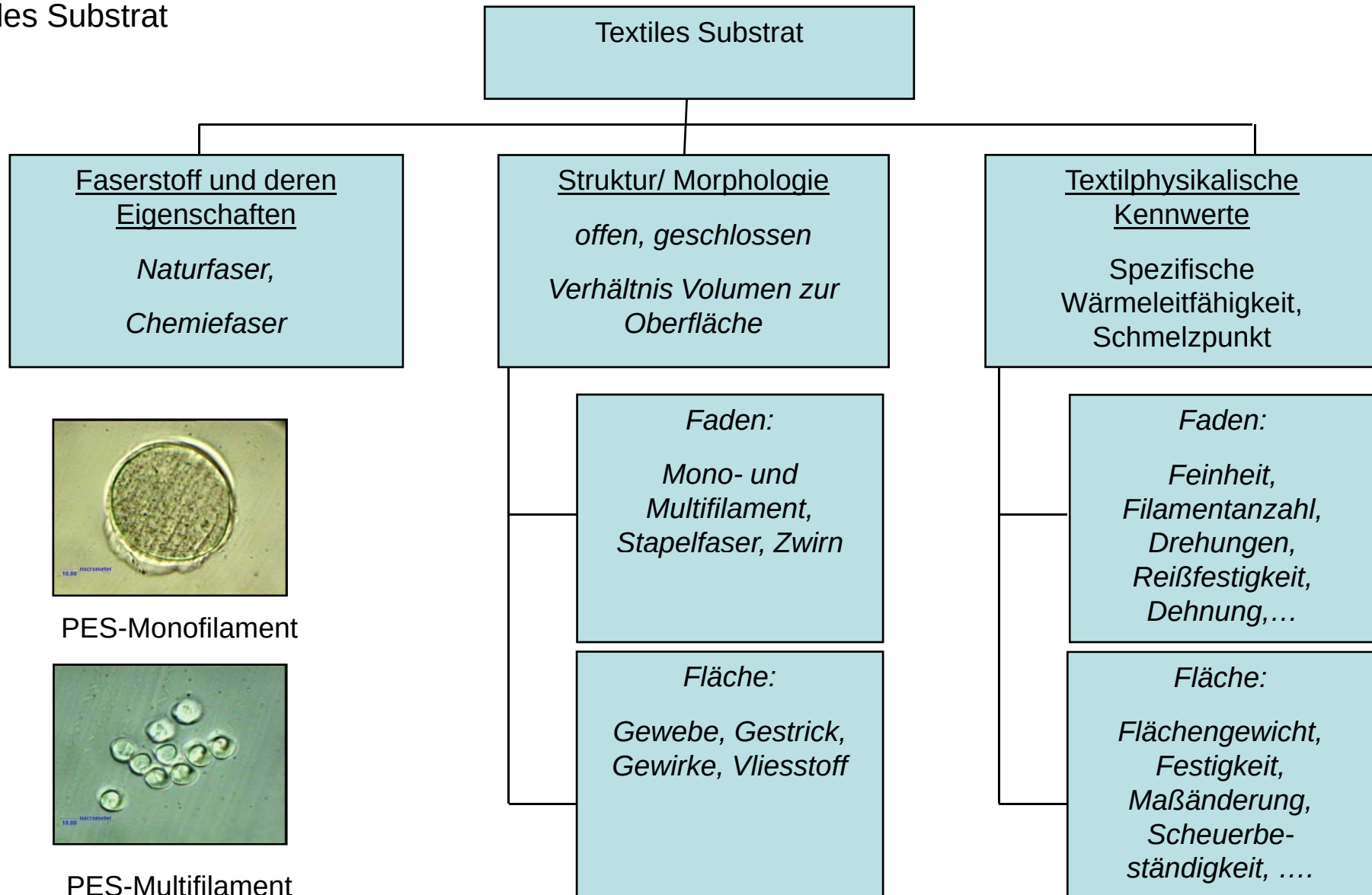


AP-CVD: Untersuchungen am kontinuierlichen Versuchsaufbau

Probe	Precursor	Ermittelte Elemente (EDX)
120110; 1	HMDSO (SiOx)	0,39% Si
120110; 2		0,57% Si
120110; 3		0,25% Si
120110; 4		0,45% Si
120110; 5		0,33% Si



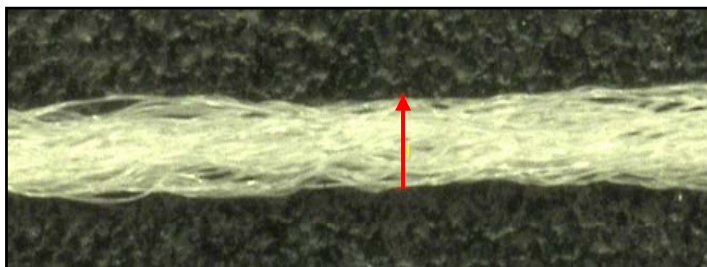
Einflussfaktoren bei der Schichterzeugung durch CVD- Verfahren textiles Substrat



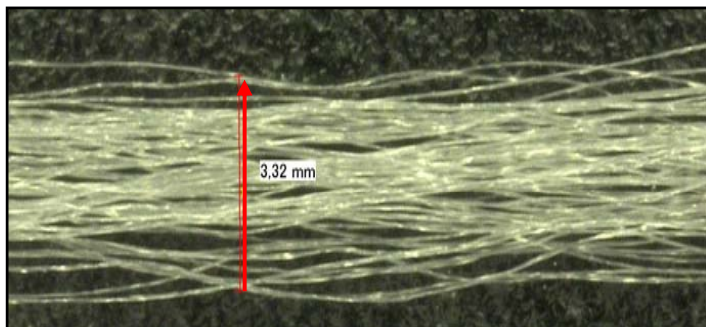
Einflussfaktoren des textilen Substrates

AP-CVD: Die benötigte Druckluft in der Plasmafackel öffnet das Fadenmaterial (Multifilament) und es kommt zum Fadenbruch.

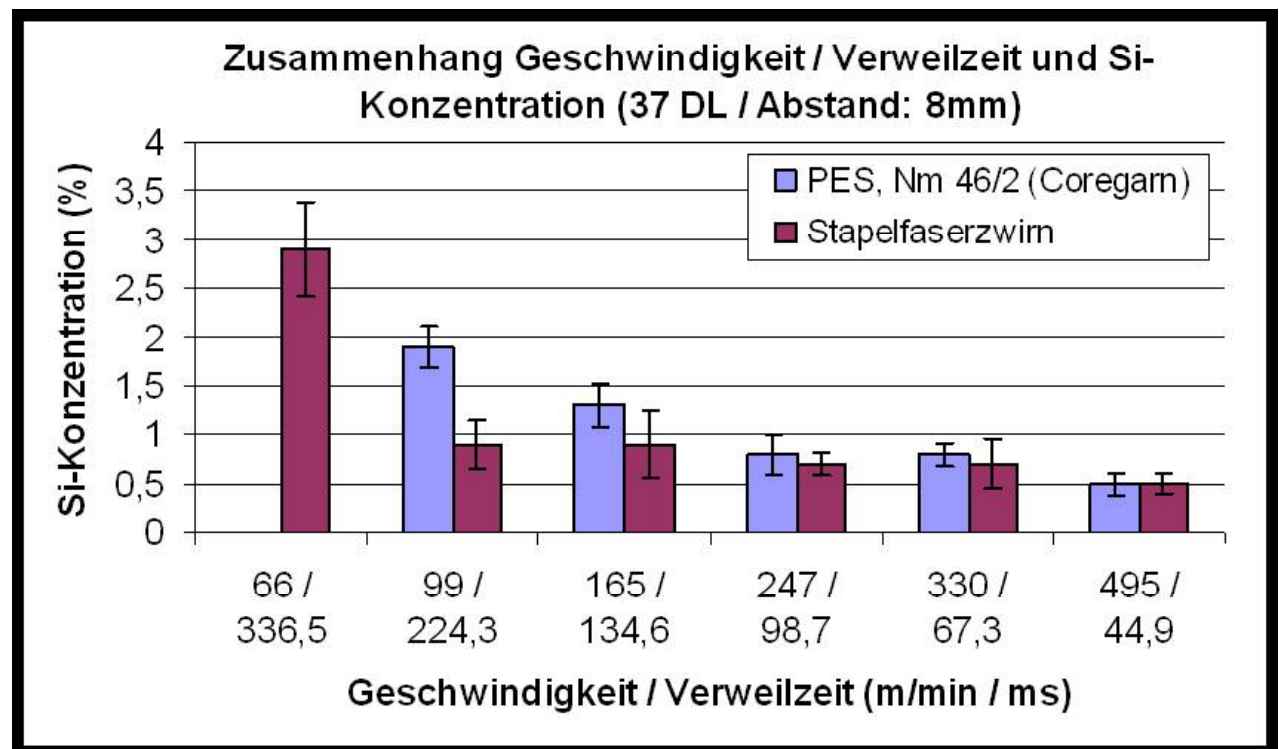
C-CVD: Mit gezwirnten Materialien sind wesentlich höhere Verweilzeiten erreichbar. (Multifilament, 330dtexf72 -> max. Verweilzeit 27,6 ms)



1,19 mm



3,32 mm

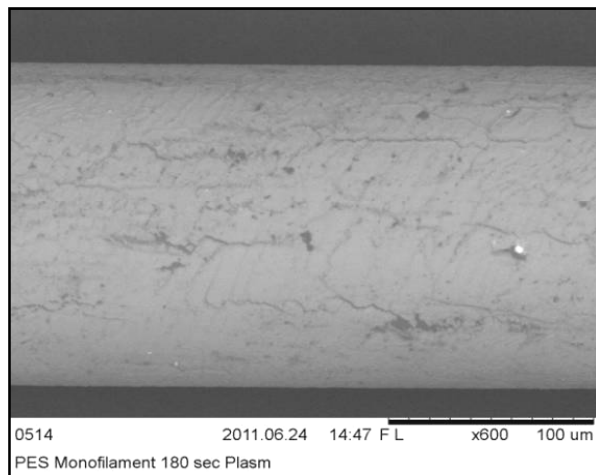


Vergleich AP- und C-CVD Verfahren zur Erzeugung der Nanostartschicht

Polyestermonofilament ($\varnothing$ 0,17 mm)

Plasmabrenner

Precursor	Brennerleistung	Abstand zum Substrat
HMDSO 50 cm ³ /min	300 W	10 mm

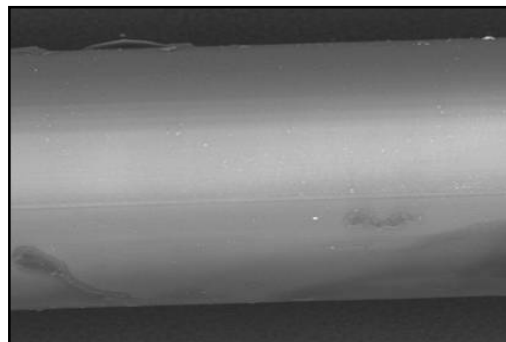


3,1 s Verweilzeit:

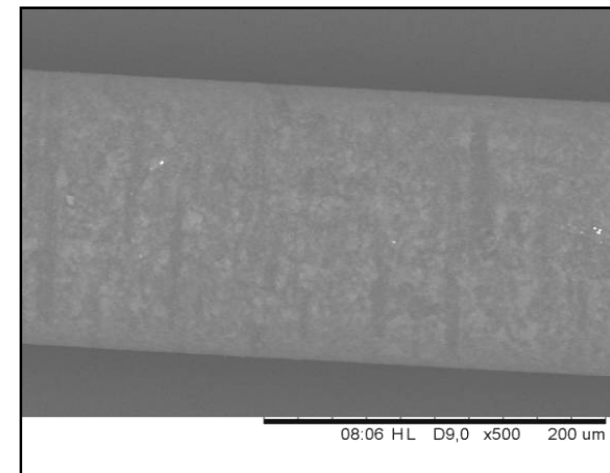
3,6 % Si

Flambrenner

Precursor	Brenner	Abstand zum Substrat
HMDSO 1,1 l/min	Stufe 2 (Gas: 6 l/min und Luft: 85 l/min)	8 mm



unbehandelt



0,9 s Verweilzeit:

16 % Si

Realisierung der Funktionsschichten (z. B. antimikrobielle Schicht)

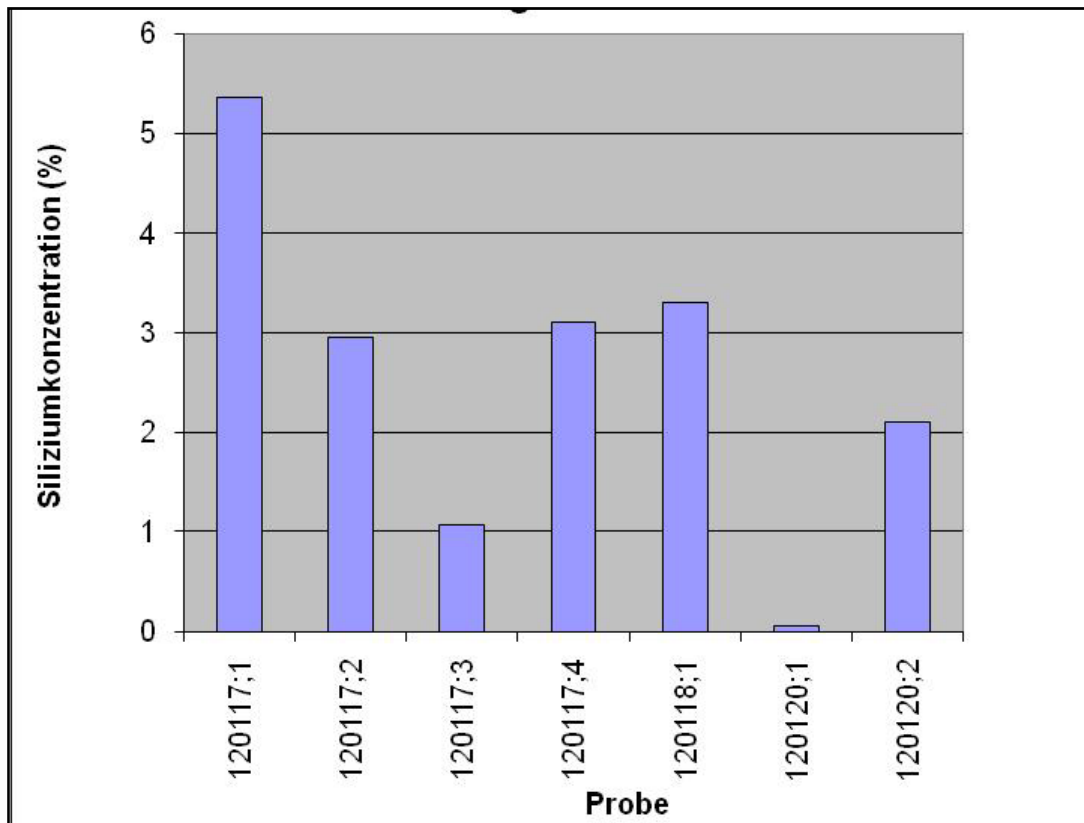
1. Aufbringen der Funktionsschicht in einem nachfolgenden Sol-Gel Prozess

2. Aufbringen der Funktionsschicht bereits simultan mit der aus der Gasphase abgeschiedenen Startschicht

Dazu werden dem Prozessgas sowohl der Precursor für die eigentliche Startschicht als auch ein geeigneter Precursor für die geplante Funktionsschicht gesteuert beigemischt.

Untersuchungen zum Aufbringen der antimikrobiellen Schicht bereits simultan mit der aus der Gasphase abgeschiedenen Startschicht

Beschichtung ($\text{SiO}_x + \text{AgNO}_3$) auf PES Monofilament mittels C-CVD Technologie

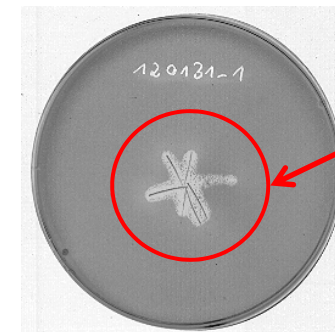
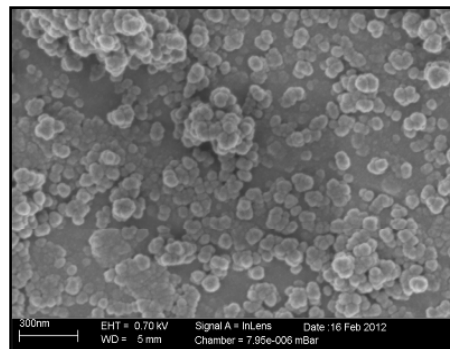
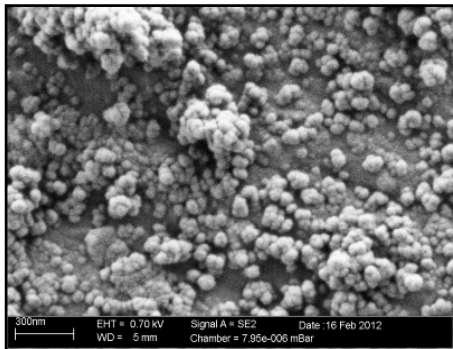


Die nachweisbare Silizium- und Silbermenge ist von folgenden Verfahrensparametern abhängig:

- Abstand Brenner zum Faden
- Verweilzeit in der Flamme
- Precursordosierung (SiO_x , AgNO_3)
- Leistung des Brenners
- Fadenmaterial und -struktur

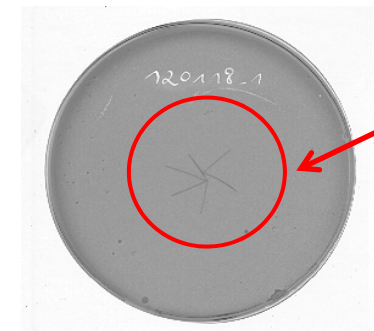
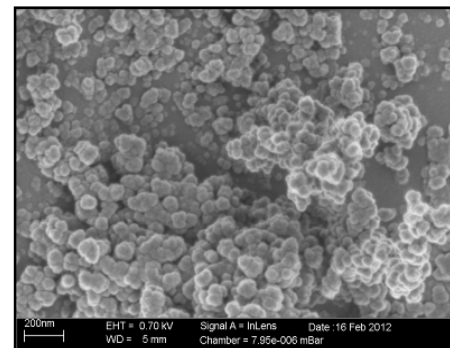
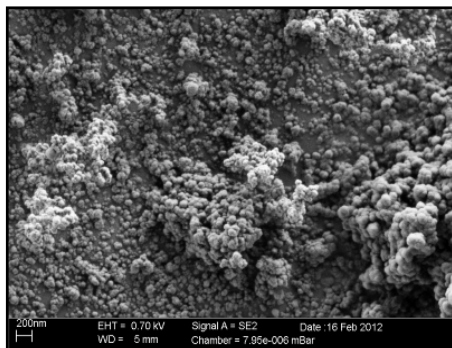
Untersuchungen zum Aufbringen der antimikrobiellen Schicht bereits simultan mit der aus der Gasphase abgeschiedenen Startschicht

SiO_x 25ml/min, 160rpm



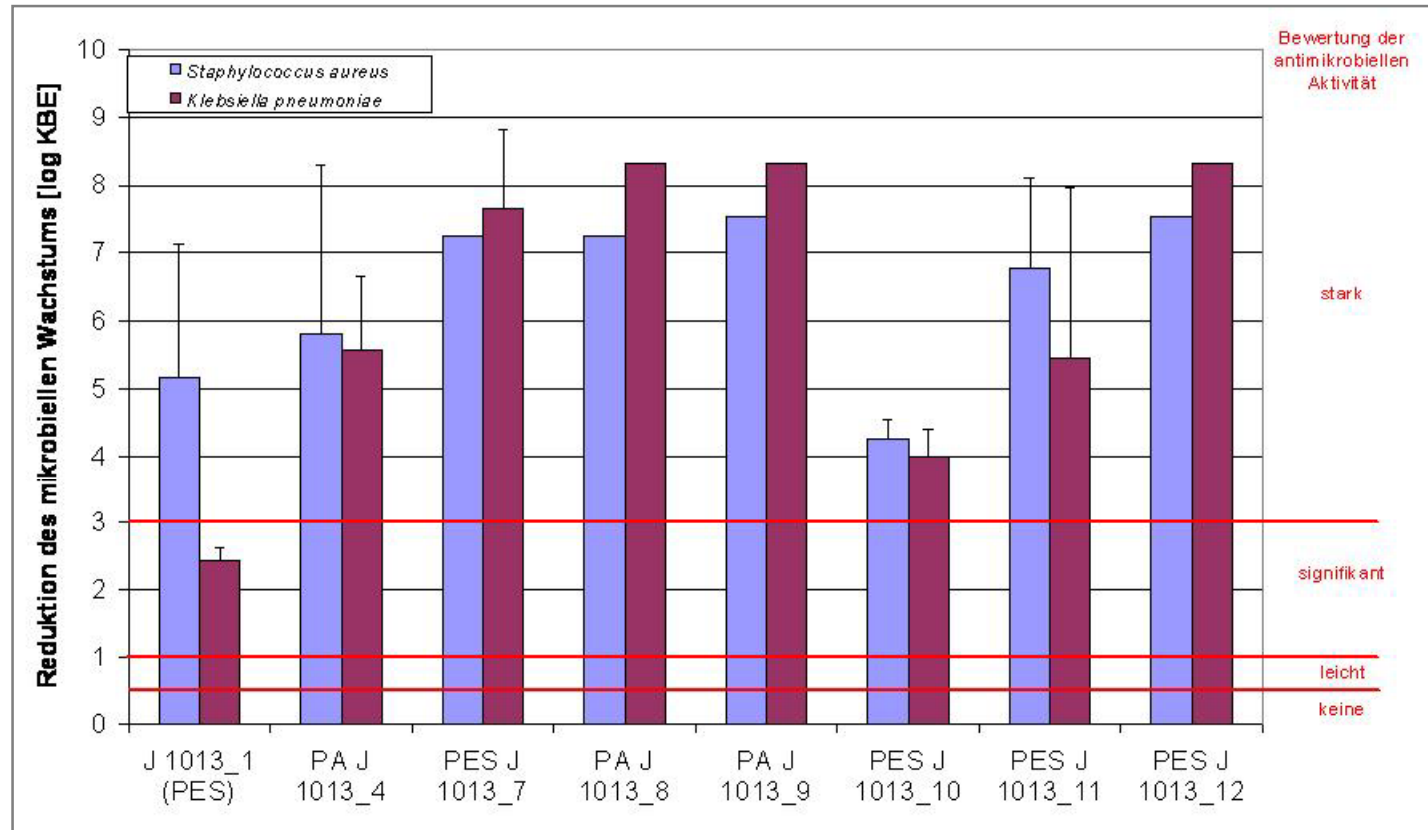
Sichtbarer
Hemmhof

SiO_x 25ml/min, 160rpm, 0,25 AgNO_3



Kein
Hemmhof
sichtbar

Aufbringen der antimikrobiellen Schicht in einem nachfolgenden Sol-Gel Prozess



Alle untersuchten Probenmaterialien zeigten eine starke antimikrobielle Wirksamkeit gegen *Staphylococcus aureus*.

Das Probenmaterial J 1013_1 (PES) hatte eine signifikante antimikrobielle Wirksamkeit gegen *Klebsiella pneumoniae*. Die anderen untersuchten Probenmaterialien zeigten eine starke antimikrobielle Wirksamkeit gegen *Klebsiella pneumoniae*.

Ausblick/ Zusammenfassung

- Die CVD Technologie ist eine kosteneffektive Methode zur Applikation dünner Nanostartschichten sowohl auf Garnen als auch auf textilen Flächen.
- Für jedes textile Substrat sind spezifische Prozessparameter notwendig, um eine gleichmäßige Schichtbildung mit guter Haftung zu erreichen.
- Die abgeschiedene Schicht ist abhängig vom Substrat, der Morphologie der Oberfläche und den gewählten Prozessparametern.
- Die Nanostartschicht schafft eine chemisch identische Oberfläche auf unterschiedlichen Substraten wie Naturfasern oder auch Fasern aus synthetischen Polymeren (PEEK; PET, PA, AR, PP u. PE) sowie auf Metallen.
- Auf diese Nanostartschichten können die unterschiedlichsten Funktionsschichten unabhängig vom Substrat abgeschieden werden..



Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit

Danksagung

Wir danken dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) für die finanzielle Förderung des Wachstumskeims J-1013 und den Projektpartnern Innovent e.V. in Jena, SURA Instruments GmbH in Jena, KUSTAN GmbH in Rudolstadt, imbut GmbH in Greiz, Fein- Elast Umspinnwerke GmbH in Zeulenroda, Thorey Textilveredlung GmbH in Gera und dem IPHT e.V. in Jena für Ihre Unterstützung und Mitarbeit.

Textilforschungsinstitut Thüringen-Vogtland e.V.
Zeulenrodaer Str. 42, 07973 Greiz
Ansprechpartner: Frau Antje Krahmer
Tel.: 03661/611-150, Fax: 03661/611-222
E-Mail: a.krahmer@titv-greiz.de

