

Neuartige lumineszierende Kunststofffilme und – filamente für Warn- und Sicherheitssysteme

333 ZN

In diesem Vorhaben wurden neuartige lumineszierende, anorganische und organische Nanopigmente zur Einfärbung von Polymermaterialien wie Filamente, Filme oder Folien für Anwendungen in Warn- und Sicherheitssystemen, z.B. in der Textil- und Bekleidungsindustrie, im Polymerbereich oder in der Papierindustrie, entwickelt. Die lumineszierenden Nanopigmente wurden in Bottom-up-Verfahren durch Präzipitationssynthese oder in Top-down-Verfahren durch Reaktivmahlen hergestellt. Im Bottom-up-Verfahren wurden die verschiedenen Leuchtfarbstoffe oder -pigmente in SiO₂ nach dem Stöber-Verfahren oder aus Mikroemulsionen verkapselt.

Ferner wurden neuartige lumineszierende Nanopigmente auf Basis von SiO₂-Perylendiimid (PDI)-Nanoellipsoiden mit einer Core-Shell-Struktur entwickelt. Durch die Verkapselung von PDI in SiO₂ wurde die Photo- und Thermostabilität der Leuchtpigmente ebenso erhöht wie ihre Dispergierbarkeit. Außerdem wurden ZnS- und mit Cu oder Mn dotierte ZnS-Nanopartikel synthetisiert. Zur Verbesserung der Beständigkeit der lumineszierenden Nanopigmente wurden Beschichtungsverfahren entwickelt, mit denen eine höhere Dichte erzielt kann.

Bei der Beschichtung von ZnS-Nanopartikel mit Siliziumdioxid konnte durch ein zweistufiges Verfahren eine dichte und vollständige Beschichtung mit SiO₂ erreicht werden. Hierfür wurde zuerst eine Beschichtung nach dem Stöber-Verfahren gefolgt von einer "dichten" SiO₂-Beschichtung mit Orthokieselsäure durchgeführt. Damit lässt sich ein Schutz gegenüber Säuren, Sauerstoff und Licht, etc. erzielen.

In einem zweiten Ansatz wurden lumineszierende Nanopigmente durch Mahlen in Top-down-Verfahren entwickelt. Folgende Leuchtpigmente wurden geprüft: Zinksulfid, dotiert mit Kupfer, Strontiumaluminat, dotiert mit Europium und Dysprosium; Yttriumoxysulfid, dotiert mit Europium. Zusätzlich wurde ein organisches Leuchtpigment (Aldazin) mit einbezogen. Verschiedene kommerziell erhältliche und neu entwickelte Dispergiermittel wurden untersucht, um festzustellen, inwieweit sie Partikeldispersionen während des Mahlvorgangs, in flüssigen Formulierungen oder in der Polymerschmelze dispergieren und stabilisieren. Mehrere Dispergiermittel erwiesen sich als geeignet, die Leuchtpigmente im Mahlprozess und auch beim Einbringen in die Polymerschmelze zu stabilisieren. Stabile Suspensionen der Leuchtpigmente SrAl₂O₄: Eu, Dy "TOP-F" bzw. Lumogen[®] Gelb S0790 mit Partikelgrößen von ca. 100 nm konnten durch Nasszerkleinerung von kommerziellen, mikroskaligen Pigmenten in Ethanol in Gegenwart von Dapral[®] GE 202 bzw. Polyvinylpyrrolidon als polymere Dispergatoren hergestellt werden. Die Prozessbedingungen beim Mahlen wurden insbesondere für das malempfindliche SrAl₂O₄: Eu, Dy so optimiert, dass die gemahlene Pigmentpartikel noch eine ausreichend hohe Photolumineszenz-Intensität zeigen. Für beide Pigmente erwies sich eine Zerkleinerung unter milden Bedingungen, d. h. mit relativ geringem Energieeintrag als gut geeignet. Beim SrAl₂O₄: Eu, Dy zeigten die unter milden Bedingungen zerkleinerten Proben bei vergleichbarer Partikelgröße eine höhere Photolumineszenz-Intensität als die mit hohem Energieeintrag in einer Rührwerkskugelmühle zerkleinerten Proben. Beim Pigment Lumogen[®] Gelb S0970 führt ein zu hoher Energieeintrag zur Reagglomeration der Partikel. Ein Scale-up des optimierten Zerkleinerungsprozesses gelang für beide Pigmente durch eine Erhöhung des Ansatzvolumens bei gleicher Pigmentkonzentration in der Suspension.. Das Scale-up ermöglicht die Herstellung von 85 Gramm SrAl₂O₄: Eu, Dy-Nanopartikeln bzw. 25 Gramm Lumogen[®] Gelb S0790-Nanopartikeln pro Ansatz.

Für die Verarbeitung in Polymerschmelzen wurden die Nanopigmente in Masterbatches oder Flüssigformulierungen eingearbeitet und auf ihre Prozessstauglichkeit überprüft. Hierbei wurden zunächst mit allen Verfahren Compounds hergestellt, die hinsichtlich Dispergierqualität und Distribution der Nanopartikel analysiert wurden. Es gelang, zwei verschiedene Verfahren erfolgreich anzuwenden und mit diesen lumineszierende, nanoskalige Partikel in den Kunststoff homogen einzuarbeiten: (a) konventionelle Compoundierung mit Einsatz von nanopigmenthaltigen Masterbatches auf dem Doppelschneckenextruder und (b) Einbringung der Partikel über eine Dispersion. Die Herstellung nanopigmenthaltiger Filamente gelingt nach beiden Verfahren. Die Prozessparameter im Schmelzspinnen wurden hierzu auf industrienahe Anlagen an die

entwickelten Materialien angepasst. Die Prozessroute über nanopartikelhaltige Dispersionen zeigt sich als die für die Industrie bedeutsamste Alternative. Der Grund dafür liegt in der geringen Anzahl an Prozessschritten und der geringen Gefahr der Reagglomeration. Mit diesem Verfahren wurden lumineszierende Filamente hergestellt, die vergleichbare Festigkeiten zu konventionellen PET-Filamenten aufweisen. Abschließend wurden die Filamente texturiert und zu textilen Flächen weiterverarbeitet. Durch den Einsatz von nanoskaligen Leuchtpigmenten konnte eine deutlich gleichmäßigere Verteilung der Pigmente in den Polymermaterialien erreicht werden, verbunden mit höheren Leuchtdichten und geringeren Mengen an Pigmentzusätzen bei höheren Licht-, Hitze- und Nassbeständigkeiten als in konventionellen Systemen.

Bearbeitet wurde das Forschungsthema von 12/09 bis 11/10 am **DWI an der RWTH Aachen e.V.** (Pauwelsstraße 8, 52056 Aachen, Tel.: 0241/8023-300) unter der Leitung von Dr. Karola Schäfer (Leiter der Forschungsstelle Prof. Dr. M. Möller) und der **Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg, Department Chemie- und Bioingenieurwesen, Lehrstuhl für Feststoff- und Grenzflächenverfahrenstechnik** (Cauerstraße 4, 91058 Erlangen, Tel.: 09131/85-29406) unter der Leitung von Dr. Cornelia Damm (Leiter der Forschungsstelle Prof. Dr. W. Peukert) und der **RWTH Aachen, Institut für Textiltechnik** (Otto-Blumenthal-Straße 1, 52074 Aachen, Tel.: 0241/80-23458) unter der Leitung von Dipl.-Ing. Christian Wilms (Leiter der Forschungsstelle Prof. Dr. Th. Gries)

[--> TIB](#)

Gefördert durch:



Das IGF-Vorhaben Nr. 333 ZN der Forschungsvereinigung DECHEMA, Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V., Theodor-Heuss-Allee 25, 60486 Frankfurt am Main wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages