

Untersuchungen zur Haftungsbeeinflussung von Pigmentdrucken durch UV-Laser-Behandlung

Verena Doblies, Wolfgang Kesting, Adelgund Bossmann, Dierk Knittel und Eckhard Schollmeyer

Krefeld, Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West e.V.

Dedicated to Prof. Hartwig Höcker, German Wool Research Institute, Aachen, on the Occasion of his 60 th Birthday

Eingegangen am 16. Juni bzw. 13. Oktober 1997

Investigations on Adhesion of Pigment Printings by UV-Laser Treatment

Abstract. Investigations on the influence of UV-laser treatment of polyethyleneterephthalate and polyamide fibers and foils on the adhesion properties of pigment printings are presented. It could be shown that even irradiation with low ener-

gy densities and low number of pulses applied increases binder film adhesion very efficiently. Some interpretations of the laser action upon adhesion improvement related to surface modification are presented.

Pigmentdruckfarben sind die am weitesten verbreiteten Druckfarben zum Bedrucken von Textilien. Besondere Vorteile des Pigmentdruckes sind die hohe Lichtechtheit der Pigmente und die einfache Verfahrenstechnik, verbunden mit einem geringen Wasserverbrauch [1,2].

Eine wesentliche Voraussetzung für die Qualität eines Pigmentdrucks ist eine ausreichende Haftung zwischen der Pigmentbinderschicht und der Textiloberfläche. In der Praxis wird diese meist durch Messung der Reibechtheit charakterisiert.

Insbesondere bei Synthesefasern sind die Reib- und Waschechtheiten von Pigmentdrucken schlechter als auf Cellulosebasis eingesetztem Material, weil bedingt durch die glatte Oberfläche der Fasern i. a. eine schlechtere mechanische Haftung erzielt wird.

Zur Bildung von Oberflächenstrukturen, die die mechanische Verankerung von Pigmenten bzw. Pigmentbindern erhöhen sollen, gibt es mehrere Lösungsansätze. Neben chemischen Aufrauungsverfahren, z.B. durch Alkalisieren von Polyethyleneterephthalat (PETP), werden auch rein physikalische Behandlungsmethoden (z.B. Gasentladungstechniken wie Coronaentladung, Niedertemperaturplasmaverfahren) erprobt, um gezielt Faseroberflächen zu modifizieren [3,4].

Eine neuartige Methode ist die Behandlung von Polymeren mit UV-Laserlicht, um eine gleichmäßige, rollenartige Oberflächenstruktur zu erzeugen [5]. Diese Modifizierung benötigt keine Vakuumanlage wie die Plasmatechnologie und bleibt – im Gegensatz zu Coronamethoden – allein auf die Faseroberfläche beschränkt und vermindert daher nicht die Faserfestigkeit.

In der vorliegenden Arbeit werden Untersuchungen vorgestellt, die eine UV-laserinduzierte Oberflächenmodifizierung von Polyamid-Material (PA) mit dem Ziel der Haftungsverbesserung von Pigmentdrucken beschreiben. Die Ursachen der Haftungsveränderung wird an PA- und PETP-Folien und an Geweben aus Filamentgarnen ebenfalls untersucht. Dabei ist zu klären, ob allein topographische Strukturveränderungen oder auch chemische Modifikationen die Haftung beeinflussen.

Bei der Haftung zweier Schichten aneinander (z.B. Textil und Binderfilm) können folgende Wechselwirkungen vorliegen: chemische Bindungen, Wasserstoffbrückenbindungen, statische und induzierte Dipolkräfte und Van-der-Waals-Kräfte.

Die Adhäsion wird auch durch mechanische Haftung beeinflusst, etwa durch Verankerung an kleinen Poren und porösen Stellen der Oberfläche. Eine solche Haftung, welche bei glatten Synthesefasern eine geringe Rolle spielt, läßt sich durch ein Aufrauen der Faser stark verbessern. Das Aufrauen vergrößert die wirksame Oberfläche und aktiviert die molekulare Struktur der Oberfläche [2].

Bahners *et al.* [3,5-7], Kesting *et al.* [8,9], Knittel *et al.* [10-12] und Ryback *et al.* [13] zeigten, daß Synthesefasern wie PETP, PA, Aramide u.a. die Laserstrahlung stark absorbieren und durch eine Bestrahlung mit Licht von UV-Excimerlasern aufgeraut werden kön-

nen, wenn eine materialspezifische Energiedichteschwelle der Bestrahlung überschritten wird. Bei PETP tritt darüber hinaus eine Vergrößerung der Anzahl an Carboxylgruppen an der Oberfläche auf [7]. Für laserinduzierte chemische Veränderungen an PA wird die Bildung freier Amino- und sekundärer Aminogruppen diskutiert [12]. Ryback *et al.* wiesen deutlich verbesserte Haftung von Pigmentdrucken auf PETP durch die Bestrahlung nach.

Ergebnisse und Diskussion

Wesentliche Voraussetzung zur Ausbildung von Oberflächenstrukturen durch Laserbestrahlung ist ein ausreichend großer UV-Absorptionskoeffizient, damit der Energieeintrag auf eine geringe Oberflächenschicht (μm -Bereich) des Polymeren beschränkt bleibt. PA-Material muß im Gegensatz zu PETP mit der kurzwelligen Laserwellenlänge von $\lambda = 193 \text{ nm}$ bestrahlt werden, da der Absorptionskoeffizient des Polymeren für 248 nm zu gering ist, um den Energieeintrag ausschließlich auf die Oberflächenschicht des Polymeren zu beschränken. So bleiben die Bulk-Eigenschaften der Faser unbeeinflusst.

Die mit stark adsorbierten Wellenlängen behandelten PETP- und PA-Polymeren weisen eine regelmäßige Berg- und Tal-Struktur auf, deren Abstände zwischen 1 und $5 \mu\text{m}$ liegen. Diese Struktur ist bei Fasermaterialien streng senkrecht zur Fibrillarorientierung ausgerichtet [3,10]. Bei wachsender Energiedichte nehmen die Erhebungen dieser Struktur die Form geschlossener Materialaggregate an, während die Täler an Breite zunehmen [3,8,9]. PA-Gewebe und verstreckte PA-Folien erscheinen aufgrund der Oberflächenstrukturierung (Aufrauhern) visuell matt.

Unterschiedliche Frequenzen der gepulsten Laserbestrahlung zeigen bei PA-Gewebe keine signifikanten Unterschiede in der Strukturausbildung (bis zu 20 Hz). Es tritt keine kumulative Erwärmung der Probe durch die einzelnen Laserpulse auf, die zur Schmelzerstörung führen würde.

Die Oberflächenveränderungen lassen sich durch geometrische Strukturgrößen sowie durch grenzflächenphysikalische Messungen (Kontaktwinkel) charakterisieren. So weisen laserbestrahlte PA-Folien und -Gewebe eine gesteigerte Benetzbarkeit gegenüber unbestrahlten Proben auf. Hierbei erweist sich der übliche Steighöhentest als zu ungenau, da die Unterschiede der Benetzbarkeit von PA-Gewebe so gering sind, daß sie innerhalb der Meßwertstreuung liegen. An PA-Folien als Modellsubstrat erweist sich die Kontaktwinkelmessung als aussagekräftig.

An UV-Laser bestrahlter PA-Folie kann ein Absinken der Kontaktwinkel und daraus folgend eine verbesserte Benetzbarkeit der Folie festgestellt werden (vgl.

Tab. 1). Hierbei wurden Laserparameter (Energiedichte) unterhalb der Strukturschwellenenergie eingestellt, bei denen keine Ausbildung von Oberflächenstrukturen zu erwarten ist und somit nur chemische Veränderungen der Oberfläche zum Tragen kommen [8].

Tab. 1 Kontaktwinkel zu Wasser von laserbestrahlter PA-Folie (Bestrahlung bei $\lambda = 193 \text{ nm}$)

Pulszahl	Energiedichte (mJ/cm^2)	Kontaktwinkel ($^\circ$)
0	0	74
1	30	59
5	30	60
10	30	56
20	30	58
50	30	63
10	10	65
10	30	56
10	50	46

Die gesteigerte Hydrophilie kann auf eine durch laserinduzierte chemische Modifizierung der Faseroberfläche unter Ausbildung funktioneller Gruppen (z.B. Aminoendgruppen) zurückgeführt werden. Mittels FT-IR-Spektroskopie kann eine chemische Veränderung der Polymeroberfläche nach der Laserbestrahlung zwar beobachtet werden, eine Zuordnung zu funktionellen Gruppen ist bisher jedoch nicht eindeutig durchführbar. Ein zunehmend stärker polarer Charakter der Oberfläche kann aufgrund der Benetzungsergebnisse angenommen werden. Hierdurch ist zu erwarten, daß polare Gruppen z.B. *N*-Methylolgruppen eines Bindersystems bessere Möglichkeiten zur Verankerung zeigen.

Die Messungen zeigen, daß mit zunehmender Energiedichte der Bestrahlung die Benetzbarkeit von PA verbessert wird, während die Variation der Pulszahl lediglich einen signifikanten Unterschied zwischen unbestrahlter und UV-laserbestrahlter Probe erkennen läßt (vgl. Tab. 1).

Untersuchung der Schäladhäsion an Folien

Untersuchungen zur Veränderung der Haftung von Pigmentbindern auf polymeren Werkstoffen lassen sich bevorzugt an Folien durch Messung der Schäladhäsion an auskondensierten Binderschichten durchführen.

Da größere Erfahrung bei der Auswirkung einer UV-Laserbehandlung von PETP vorliegt (Bestrahlung mit $\lambda = 248 \text{ nm}$, [13]), wurden zunächst Untersuchungen an PETP-Folien auch mit der Laserwellenlänge von $\lambda = 193 \text{ nm}$ vorgenommen und Schäladhäsionsexperimente an auf laserbestrahltem Material aufgetragenen Binderfilmen durchgeführt.

Bei einer laserbehandelten, verstreckten PETP-Folie steigt die Adhäsion bei einer Bestrahlung mit $\lambda = 193$ nm mit zunehmender Energiedichte an. Selbst bei Bestrahlungsbedingungen, bei denen rasterelektronenmikroskopischer Analyse zufolge noch keine topographische Strukturierung der Oberfläche auftritt, werden bessere Haftwerte ermittelt. Wie aus Abb. 1A ersichtlich ist, erhöhen sich die Adhäsionskräfte bei einer Bestrahlung bei $\lambda = 193$ nm mit 150 mJ/cm^2 und 10 Pulsen um etwa das 16-fache gegenüber dem an unbehandelten Material. Daraus ist zu schließen, daß eine laserinduzierte chemische Modifizierung der Oberfläche stattgefunden hat. Das Auftreten von Carboxylgruppen nach UV-Laserbestrahlung bei 248 nm von PETP ist bekannt [7,8]. Bei der Bindercondensation dient die erhöhte Anzahl an Carboxylgruppen offensichtlich als chemische Ankerstelle für den Binder (z.B. Veresterung mit *N*-Methylolgruppierungen). Die Meßwerte von Abb. 1 und 2 verdeutlichen die Ergebnisse hinsichtlich des Einflusses von Energiedichte und Pulszahl für bestrahlte PETP- und PA-Folien.

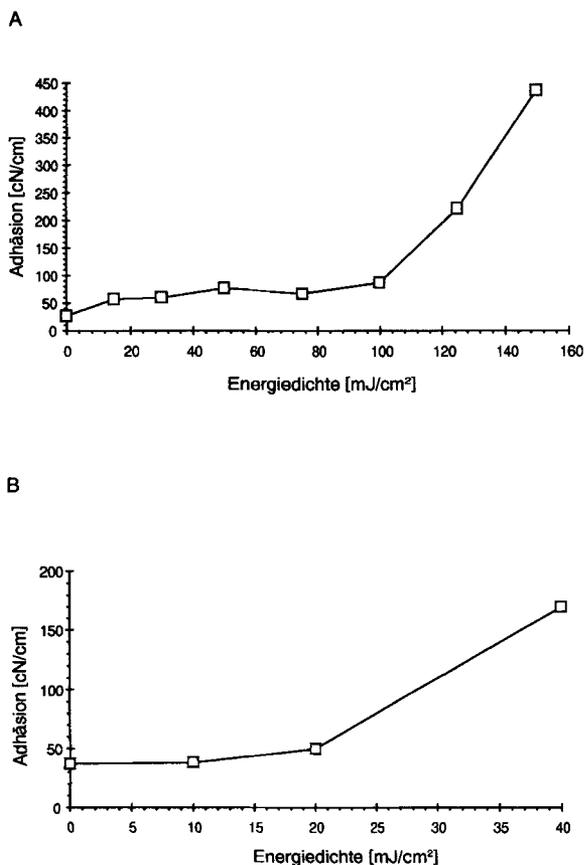
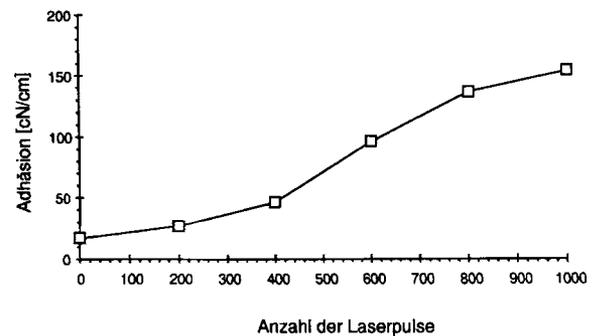


Abb. 1 Einfluß der Energiedichte auf die Haftung des Bindersystems auf vorverstreckten Folien, Bestrahlung bei $\lambda = 193$ nm, 10 Pulse: A Polyethylenterephthalat (PETP), B Polyamid (PA).

Hierbei ist für PETP zu bemerken, daß ab einer Bestrahlung oberhalb der Energiedichte von 75 mJ/cm^2 und einer Pulszahl von 10 die Oberfläche der PETP-Folie eine Strukturierung auszubilden beginnt. Deshalb steigen die Haftkräfte oberhalb einer Behandlungsenergiedichte von ca. 100 mJ/cm^2 stark an, da bei diesen Bedingungen die mechanische Haftung gegenüber dem verwendeten Bindersystem aufgrund der vergrößerten Angriffsfläche verbessert wird. Eine chemisch induzierte Haftungsverbesserung betrifft offensichtlich nur die Haftung zu reaktionsfähigen Auflagen (z.B. *N*-Methylolgruppenhaltigen Bindersystemen), da etwa für reaktionsträge Polyvinylchloridbeschichtungen auf laserbestrahltem PETP, trotz Ausbildung der Oberflächenstruktur, keine signifikante Verbesserung der Adhäsion PVC/PETP erreicht wird [14]. An PA-Folien beginnt die Haftungsverbesserung bereits ab einer Bestrahlung mit 20 mJ/cm^2 (Abb. 1B).

A



B

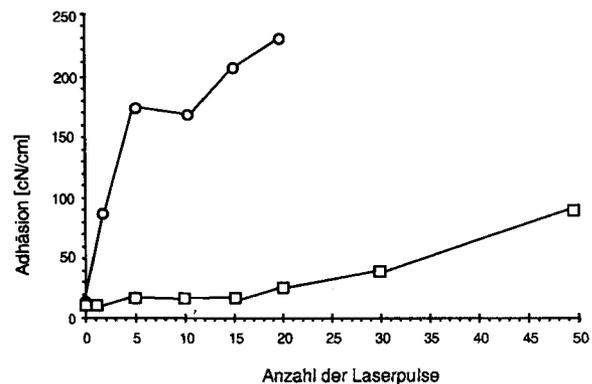


Abb. 2 Einfluß der Pulszahl auf die Haftung des Bindersystems (*N*-Methylolgruppen) auf vorverstreckten Folien (Bestrahlung $\lambda = 193$ nm), A: PETP (20 mJ/cm^2), B: PA ($\bullet\bullet$ 20 bzw. $\circ\circ$ 50 mJ/cm^2).

Pulszahlabhängig wird an PETP selbst bei der geringen Energiedichte von 20 mJ/cm^2 noch eine deutliche

Haftungsverbesserung einer Pigmentbinderschicht erzielt, allerdings erst ab etwa 400 Pulsen (Abb. 2A). Bei den Untersuchungen an laserbestrahltem PA-Material zur Schäladhäsion von auskondensierten Pigmentbindern wurden verstreckte und unverstreckte Folien eingesetzt. Die Ausprägung einer Oberflächenstruktur auf verstreckter PA-Folie kann mit der Laserbehandlung bei $\lambda = 193 \text{ nm}$, ab einer Energiedichte $>50 \text{ mJ/cm}^2$ und Pulsen, festgestellt werden. An unverstreckten Folien ist nach Kesting et al. [8] keine topographische Modifizierung durch Laserbestrahlung möglich.

Eine mit UV-Laserlicht behandelte, verstreckte PA-Folie weist eine verstärkte Adhäsion des Pigmentdrucks als Funktion der Pulszahl auf. Die Haftung steigt dabei an, es ist eine Erhöhung der Adhäsion oberhalb einer bestimmten Energieschwelle um mehr als das 5-fache festzustellen (Abb. 2B). Hierbei ist zu beachten, daß nicht die mechanische Haftung verbessert wurde, da die Oberfläche bei diesen Bestrahlungsbedingungen keine Struktur ausbildet. Daraus kann geschlossen werden, daß eine laserinduzierte chemische Modifizierung der Oberfläche stattgefunden hat. Bei der Bindercondensation dienen die erzeugten reaktiven Gruppen als chemische Ankerstellen.

Nach einer Bestrahlung mit Energiedichten über 50 mJ/cm^2 und 10 Pulsen ist ein Abziehen der Binderschicht von der Folie nicht mehr möglich. Die Schicht löst sich dabei von dem sie stabilisierenden Baumwoll-Gewebe (vgl. Abb. 3), jedoch nicht von der Folie. Bei weiteren Versuchen, bei denen mit gleichen Bedingungen eine unverstreckte Folie bestrahlt wurde, konnte die Haftfestigkeit auch wegen Überschreitung der Binderfestigkeit nicht mehr vermessen werden. Das bedeutet bei einer unverstreckten Folie, bei der sich aufgrund des Fehlens von Spannungsfeldern keine Rollenstruktur ausbilden kann, daß dennoch hohe Haftkräfte erhalten werden. Die erhöhte Haftung ist offenbar auf eine durch die Laserbestrahlung hervorgerufene chemische Modifizierung der Oberfläche zurückzuführen. Die Werte der Schäladhäsionskräfte, die bei verstreckten und unverstreckten PA-Folien nach Bestrahlung und Bedrucken mit Bindersystem erhalten werden, steigen mit steigender Laserpulszahl (s. Abb. 3). Auch hier wurde bei den Versuchen mit PA-Folie die methodisch meßbare Grenze erreicht, bei der sich der Binderfilm nicht mehr von der Folie löst. Diese verstärkte Adhäsion wird ohne eine Erhöhung der mechanischen Haftung, d.h. ohne eine Strukturausbildung an der Oberfläche erreicht.

Für die Untersuchung an laserbestrahltem und bedrucktem PA-Gewebe wurden Scheuerversuche als Haftungskriterium herangezogen, die nach Beurteilung durch den SEK-Maßstab (Schweizer Echtheits-Kommission, ISO-Norm 105/DP A05) charakterisiert werden können. Der SEK-Wert gestattet es, aus farbmatischen Daten in feiner Abstufung eine Korrelation zum etablierten Graumaßstab herzustellen. Der SEK-Wert

sinkt mit steigendem Abtrag einer Binderschicht und damit konform mit dem Farbabtrag. Eine Variation der Energiedichte der Laserbestrahlung bei konstanter Pulszahl ergibt, daß bei der Bestrahlung des PA-6.6 Gewebes ein Sättigungsverhalten bei den erreichbaren Haftungswerten auftritt. Weiterhin zeigt sich, daß niedrige Pulszahlen (ca. 10 Laserpulse) genügen, um eine nach dem Scheuertest und nach der SEK-Bewertung bessere Haftung zu erzielen.

Wie von Ryback *et al.* nachgewiesen [13], läßt sich die durch die Laserbehandlung ($\lambda = 248 \text{ nm}$) gebildete Rollenstruktur an PETP durch eine Wärmebehandlung fixieren. Nach einer solchen Thermobehandlung an PA verschlechtert sich die Haftung jedoch gegenüber einem unter gleichen Bedingungen bestrahlten, ungetemperten Gewebe markant.

Neben der laserinduzierten topographischen Oberflächenänderung und neben der Ausbildung chemischer Gruppen, die zur Haftungssteigerung zwischen Polymer und Binderfilm führen [2,7], ist auch eine Reinigungswirkung an der Polymeroberfläche durch den Energieeintrag des Lasers zu beachten. Eine solche Reinigungswirkung würde etwa auch dünne Zwischenschichten (im Submikrometerbereich) entfernen, die verarbeitungsbedingt auf dem Polymer (Folie/Faser) existieren können und die ggf. die Haftung negativ beeinflussen (z.B. Siliciumverbindungen). Hierzu zeigt Tabelle 2 Werte, die mittels der auf Nanometerbereiche sensitiven XPS-Oberflächenanalytik an kommerziellen und laserbehandelten Folien bzgl. der Elementzusammensetzung der Oberfläche erhalten werden [12].

Tab. 2 XPS-Analytik an Polyamid 6.6 Folien; Elementzusammensetzung der Oberfläche (in Atom-%) entsprechend der chemischen Polymerstruktur und an Proben vor und nach UV-Laserbestrahlung.

Entsprechend Summenformel	Entsprechend ESCA-Untersuchungen kommerzielle Folie	laserbehandelte Folie
% C 75	% C 80,2	% C 78,6
% N 12,5	% N 8,9	% N 9,4
% O 12,5	% O 9,9	% O 11,6
% Si –	% Si 1,0	% Si 0,4

Zusammenfassung

Die laserinduzierte Modifikation an PA-Material, sowohl topographischer als auch chemischer Art, beeinflußt die Haftung von Pigment-Bindersystemen signifikant. Es sind zum Teil nach Laservorbehandlung deutlich höhere Haftungswerte von Pigmentbindersystemen sowohl auf Gewebe als auch auf Folien festzustellen.

Messungen zur Benetzbarkeit (Kontaktwinkelmessung) an UV-laserbehandelten PA-Folien zeigen eine erhöhte Hydrophilie. Es kann hierzu einerseits diskutiert werden, daß die gesteigerte Hydrophilie durch eine laserinduzierte chemische Modifizierung in Form der Ausbildung polarer funktioneller Gruppen (z.B. Aminoendgruppen) hervorgerufen wird. Andererseits ist zu beachten, daß die Laserbehandlung von Polymeren störende Polymerauflagerungen, z.B. hydrophober Art, entfernen kann [10]. Zur Verifizierung der Reinigungswirkung der auf Polymeroberflächen sind weitere Untersuchungen erforderlich.

Bei Untersuchungen der Haftung einer Pigmentdruckschicht auf laserbehandelten Folien mittels der Schäladhäsion ist ein von den Laserparametern (wie Energiedichte und Anzahl eingetragener Pulse) abhängiges Haftungskraftmaximum zu erkennen. Die Haftung steigt sowohl bei einer Erhöhung der Energiedichte als auch mit steigender Pulszahl an. Es werden bei Haftungs-messungen (Schäladhäsion) die Grenzen erreicht, bei der die Haftkraft zwischen PA-Folie und Pigmentbinder größer ist als die einer durch Auflage-Gewebe gestützten Binderschicht.

Die besten Werte zur Binderhaftung an PA-Material werden bei der Bestrahlung mit $\lambda = 193$ nm bei einer Energiedichte von ca. 100 mJ/cm^2 erreicht, wobei i. a. bereits 10 Laserpulse/Flächeneinheit ausreichen, um eine deutliche Haftungsverbesserung zu erzielen.

Die UV-Laserbearbeitung von textilen Oberflächen, deren Ausweitung auf großflächige Warenbahnen in einem EUREKA-Projekt [15] ausgearbeitet wird, erweist sich somit als eine effiziente Methode zur Haftungsverbesserung von Pigmentdrucken auf Synthesefasermaterial (PA und PETP). Als Technologie kann eine derartige Bestrahlung eingesetzt werden, wenn es gelingt, die Lebensdauer der Excimerlaser-Bauteile und der benötigten optischen Komponenten deutlich gegenüber dem heutigen Stand zu erhöhen [16].

Wir danken dem Forschungskuratorium Gesamtextil für die finanzielle Förderung dieser Forschungsvorhaben (AIF-Nr. 10066, 10195), die aus Mitteln des Bundeswirtschaftsministeriums über einen Zuschuß der Arbeitsgemeinschaft industrieller Forschungsvereinigungen (AIF) erfolgte. Zudem danken wir Dr. R. Kaufmann (DWI Aachen) für die freundliche Unterstützung durch XPS-Messungen.

Beschreibung der Versuche

Verwendete Substrate

Polyamid-Gewebe: 52 g/m^2 , L1/1; Dicke 0,1 mm; Kette 66 Fd/cm, 54 dtex; Schuß 46 Fd/cm, 51 dtex; Polyamid-6.6 Gießfolie: $60 \mu\text{m}$, unverstreckt (Lonza); Polyamid-6.6 Folie: $25 \mu\text{m}$, biaxial verstreckt (Filmon); Polyethylenterephthalat-Folie: Hostaphan RN19(R), biaxial verstreckt (Kalle-Hoechst).

Pigmentbindersysteme und Druckpaste

Es wurden Druckpasten verwendet, die lediglich die wichtigsten Zusätze enthalten, um eine Aussagefähigkeit bzgl. der Wirkung der Hauptkomponenten zu gewährleisten:

Binder Helizarin TS(R) (wäßrige Dispersion selbstvernetzender Mischpolymerisate auf Butadienbasis mit *N*-Methylolgruppen (BASF)); Verdickungsmittel Lutexal HP(R) (Copolymerisat auf Basis Acrylsäure und Acrylamid in Wasser/Paraffinöl (BASF)); Entschäumer Antispumin(R) (nichtionisches Tensid mit Metallseife in aliphatischem Kohlenwasserstoff (Stockhausen)); Pigmentfarbstoff: Flexobrite Blau B, flüssig.

Rezeptur der Druckpaste

Harnstoff 1,0 g; Verdickungsmittel 6,6 g; enthärtetes Wasser 100 g, Binder 17,5 g; Pigment-Farbstoff 2,5 g. Zum Bedrucken von Folien wurden der Druckpaste 0,5 g Antispumin zugesetzt. Die Viskosität der Pasten wurde auf $8,1 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ (Schergefälle 30 s^{-1} , 30 s Meßzeit) (Haake Rotovisko RV100) eingestellt.

Druckverfahren

Die Drucke auf Gewebe wurden auf einer Musterabschlagmaschine Typ MDK 144 (J. Zimmer) mit Magnetrollraketwerk und einem Rakel von 10 mm Durchmesser bei einmaligem Durchzug unter Anpreßdruck der Stufe 6 und der Geschwindigkeitsstufe 4,5 (ca. $6,5 \text{ m/min}$) durchgeführt. Zum Drucken wurde unter das Polyamid-6.6-Gewebe saugfähiges Papier gelegt, um das überschüssige Wasser aufzunehmen und so ein Wellen des Probenmaterials zu verhindern. Anschließend wurde die Probe luftgetrocknet und anschließend 5 min bei $110 \text{ }^\circ\text{C}$ in einem Mathis Laborspannrahmen fixiert.

Auf Folien wurde die Druckpaste mit Hilfe einer Handrakel aufgetragen. Die Dicke der Schicht beträgt 1,4 mm. Anschließend wird zur Stabilisierung der Druckpaste ein Baumwoll-Gewebestreifen (BW) auf die Oberseite der Druckschicht gelegt und bei einem Rakelabstand von 1,8 mm angepreßt. Ohne die Auflage des Baumwoll-Streifens werden Schäladhäsionsergebnisse durch eine starke Dehnung der Binderschicht verfälscht. Es wurde 12 h luftgetrocknet und dann bei $110 \text{ }^\circ\text{C}$ (PA-Folie) bzw. bei $150 \text{ }^\circ\text{C}$ (PETP-Folie) 5 min im Mathis Laborspannrahmen fixiert.

Bestrahlungsaufbau für die Laservorbehandlung

Zur Bestrahlung der Proben wurde ein Excimerlaser LPX 215 iCC (Lambda Physik) verwendet. Die Proben von DIN-A4-Format wurden auf einem senkrecht stehenden Verschiebetisch befestigt. Zur Variation der Energiedichte wurde der Laserstrahl durch eine bikonvexe Quarzlinse (Brennweite $f = 125 \text{ mm}$ bei $\lambda = 257 \text{ nm}$) fokussiert bzw. aufgeweitet. Die Energiedichte wurde rechnerisch über die Fläche des Laserstrahles ermittelt (Messung der Pulsenergie mittels des thermischen Detektors Gen-Tec ED-500). Alle Bestrahlungen wurden unter atmosphärischen Bedingungen durchgeführt.

Methoden der Versuchsauswertung

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen (REM): Scanning Electron Microscope ABT-55 (Fa. Leitz).

XPS-Messungen: X-Probe™ Spektrometer, Modell 206 (Surface Science Instruments, Mountain View, Kalifornien, USA)..

Zur Aufnahmen der Spektren der Proben wurde mit monochromatischer Al-K α -Strahlung (1486,6 eV) mit Leistungen von 175 W angeregt.

Die Aufladungskorrektur der Spektren erfolgte über die C_{1s}-Photolinie des aliphatischen Kohlenstoffs, dessen Bindungsenergielage auf 285,0 eV festgelegt wurde. Die spektrale Auflösung (Halbwertsbreite an einer Au-Folie der Au-4f_{7/2}-Photolinie) beträgt bei Übersichtsspektren 1,55 eV, bei Elementspektren 0,9 eV. Die Konzentration der Elemente und Bindungszustände ist in Atom-% angegeben.

Benetzungsmessungen an Gewebe nach dem Steighöhentest erfolgten nach DIN 53924. Messungen der Benetzbarkeit von einzelnen Fasern wurden mit einem Einzelfasertensiometer K14 und die Benetzbarkeit von Folien mit dem Kontaktwinkelmeßgerät Typ S 2 (beide Geräte Fa. Krüss) vorgenommen.

Schäladhäsion an bedruckten Folien:

Von bedruckten Folien wurde die Binderschicht mit Hilfe eines Materialprüfgeräts (Fa. Instron, Meßkopf mit 10 - 1000 cN Meßbereich, Klemmenabzug 10 mm/min) getrennt. Es wurden die Adhäsionskräfte gemessen und der Mittelwert der Maximalwerte nach DIN 53859 bestimmt. Die Proben wurden von Hand für eine Einspannlänge von 2 cm auseinandergezogen und in die Meßklemmen eingespannt. Abb. 3 zeigt schematisch die Meßanordnung sowie beispielhaft Meßkurven an punktuell bestrahlter Folie.

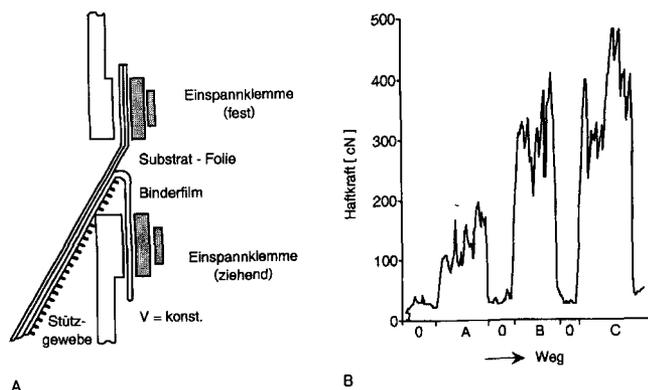


Abb. 3 A: Experimentelle Anordnung zur Bestimmung der Schäladhäsion von beschichteten Folien, B: Haftungsmessungen an streifenförmig bestrahlten, bedruckten PA-Folien (0 unbestrahlte Flächen. A: 1 Puls, B: 5 Pulse, C: 10 Pulse, $\lambda = 193$ nm, 100 mJ/cm²).

Literatur

- [1] H. Wigger, Text. Prax. Int. **43** (1988) 45
- [2] T. Müller, D. Bechter, H. Herlinger, Chemiefasern/Textilind. **1981**, 505
- [3] T. Bahners, Textilveredlung **26** (1991) 319
- [4] F. K. Dolezalek, R. Hartmann, M. Selders, 20. Intern. Chemiefasertagung, Dornbirn 1981
- [5] T. Bahners, E. Schollmeyer, Melliand Textilber./Textilbetrieb **71/108** (1990) 251
- [6] T. Bahners, E. Schollmeyer, SPIE **1132** (1989) 146
- [7] T. Bahners, D. Knittel, E. Schollmeyer, F. Hillenkamp, U. Bahr, C. Benndorf, J. Appl. Phys. **68** (1990) 1854
- [8] W. Kesting, DTNW-Mitteilung **17** (1992) 1-120, ISSN 1430-1954
- [9] W. Kesting, T. Bahners, E. Schollmeyer, Appl. Surf. Sci. **46** (1990) 326
- [10] BMFT-Forschungsvorhaben des DTNW (Projektleitung: D. Knittel): 'Erarbeitung wissenschaftlicher Grundlagen für eine gezielte Oberflächenstrukturierung von Synthesefasern und anderen Hochpolymeren mit Hilfe von Excimerlasern' (1990-1994)
- [11] D. Knittel, S. Kleine, L. Wefers, E. Schollmeyer, Text. Prax. Int. **44** (1989) 518
- [12] H. Kobsa (Erf.), US 07/431,583 (1989) (Fa. Dupont).
- [13] T. Ryback, D. Knittel, E. Schollmeyer, Melliand Textilber./Textilbetrieb **73/110** (1992) 985
- [14] M. Tennie, A. Bossmann, D. Knittel, E. Schollmeyer, Textilveredlung **28** (1993) 400
- [15] DTNW-Vorhaben Nr. 301, Eureka EU 205: Erarbeitung der technologischen Grundlagen einer Excimer-Laserbestrahlung textiler Flächen und textiler Vliese an laufenden Warenbahnen über die volle Warenbreite, (1992-1995)
- [16] T. Bahners, Optical Quantum Electronics **27** (1995)

Korrespondenzanschrift:

Priv.-Doz. Dr. Dierk Knittel
 Deutsches Textilforschungszentrum Nord-West e.V., Institut
 an der Gerhard-Mercator-Universität Duisburg-Gesamthochschule
 Frankenring 2
 D-47798 Krefeld