



[zurück zum Abstract](#)

**TEXTILFORSCHUNGSINSTITUT
THÜRINGEN-VOGTLAND e.V. (TITV e.V.)**

Zeulenrodaer Str. 42 D-07973 Greiz / Thür.



Die Anwendung der Thermischen Analyse in der Textilforschung

Dipl.-Ing. Andrea Glawe

1 Institut Textilforschung

Neben fast der gesamten Textilen Kette (Spinnerei, Weberei und deren Vorbereitung, Wirkerei, Stickerei, Veredlung und Konfektion) verfügt unser Institut über ein sehr gut ausgerüstetes textil-physikalisches sowie textil-chemisches Prüflabor. Die meisten Prüfverfahren der Labors sind akkreditiert. Wir sind 50 Mitarbeiter und finanzieren uns durch staatliche Forschung (AiF, BMWi usw.) und Auftragsforschung anteilmäßig tendenziell 50 zu 50 %.

2 Gerätevorstellung

In unserem Textilforschungsinstitut arbeiten wir mit einer simultanen Thermischen Analyse STA 409 der Firma Netzsch Gerätebau. Das Meßverfahren ist ein akkreditiertes Prüfverfahren als Bestandteil unseres textil-chemischen Prüflabors.

Zum Meßgerät:

- 3 verschiedene Öfen erlauben einen Temperaturbereich zwischen ca. - 200 °C (abhängig von der Kühleinrichtung) bis + 1700 °C dazu sind entsprechende Meßköpfe verfügbar.
- In inerter Atmosphäre arbeiten wir mit Argon ansonsten mit synthetischer Luft, Vakuum wird seltener genutzt.
- Das Meßgerät ist auf einer schwingungsgedämpften Steinplatte gelagert, da in der Anfangsphase keine thermogravimetrischen Messungen möglich waren (wir konnten jeden am Institut vorbeifahrenden LKW orten).

An ausgewählten Beispielen möchte ich im Vortrag zeigen, in welchen Fällen die Thermische Analyse in unserem Institut genutzt wird.

3 Beispiele

Anhand einiger Beispiel soll der praktische Nutzen der Thermischen Analyse in unserem Textilforschungsinstitut kurz dokumentiert werden.

3.1 Materialbestimmung

Vor der Extraktion von Farbstoffen für die Bestimmung von aromatischen Aminen muß das Material der Textilie bekannt sein, da davon ausgehend das Extraktionsverfahren gewählt wird. Neben der Mikroskopie und chemischen Löseverfahren wird zur Materialidentifikation die Thermische Analyse genutzt. Bei externen Prüfaufträgen müssen mindestens zwei Nachweisverfahren zur Bestimmung unbekannter Materialien genutzt werden. Die TA wird genutzt vor allem bei Materialbestimmungen, die durch Thermische Effekte besser möglich sind als durch andere Methodiken.

Als Reaktionstemperatur für den Schmelzvorgang wird in Fachveröffentlichungen meist die extrapolierte Peakanfangstemperatur definiert und angegeben. In der Denkendorfer Fasertafel (für die Textilindustrie bedeutende Sammlung physikalischer und chemischer Eigenschaften nahezu aller textilen Materialien) wird jedoch das Peakmaximum als Schmelztemperatur angegeben bei einer vorgegeben Aufheizgeschwindigkeit von 10 K/min.

Beispiel 1 - Frage nach Polyamid im Futterstoff eines Anoraks der nach aromatischen Aminen untersucht werden soll. Es wurde PA 6 nachgewiesen.

Aufgabe:

Frage nach verwendetem Material – welches Polyamid wurde eingesetzt (PA 6 oder PA 6.6?)

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 400 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis:

Schmelzpunkt lag bei ca. 219 °C

Schmelzbereich PA 6 nach Fasertabelle angegeben mit 215 - 220 °C

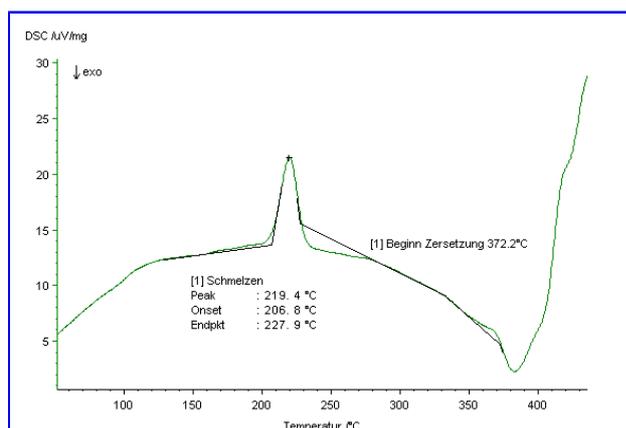


Abbildung 1: Materialidentifikation Beispiel 1

Beispiel 2 - Frage nach verwendetem Material im Haftband eines Kompressionsstrumpfes

seitens des Herstellers waren PA und Elastan angegeben - nach Auswertung der Messung ist PES eingesetzt worden, daher wurde der Strumpf gemäß deutschem Textilkennzeichnungsgesetz falsch ausdeklariert (besagt mehr als 2 % Anteil eines Faserstoffes müssen genannt werden).

Aufgabe:

Frage nach verwendetem Material im Haftband eines Kompressionsstrumpfes

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 400 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 100 ml/min

Ergebnis:

seitens Hersteller waren nur PA und Elastan angegeben → nach Textilkennzeichnungsgesetz falsch

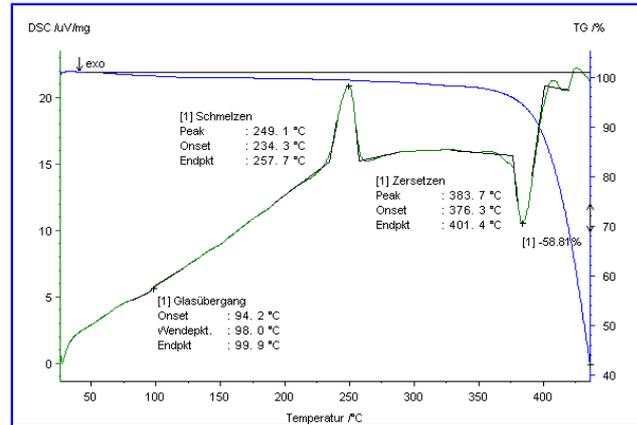


Abbildung 2: Materialidentifikation Beispiel 2

Beispiel 3 - Kunstlederprobe lag vor mit der Angabe, daß PES als Grundmaterial verwendet wurde - nach mißlungenen Entfärbungsversuchen entsprechend dieser Materialvorgabe wurde eine Materialanalyse angefordert, die als eingesetztes Material PA 6 ergab

Aufgabe:

Kunstlederprobe, die sich nicht entfärben ließ Welches Material wurde eingesetzt?

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 400 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis:

Schmelzpunkt lag bei ca. 220,4 °C

Schmelzbereich PA 6 angegeben mit 215 - 220 °C

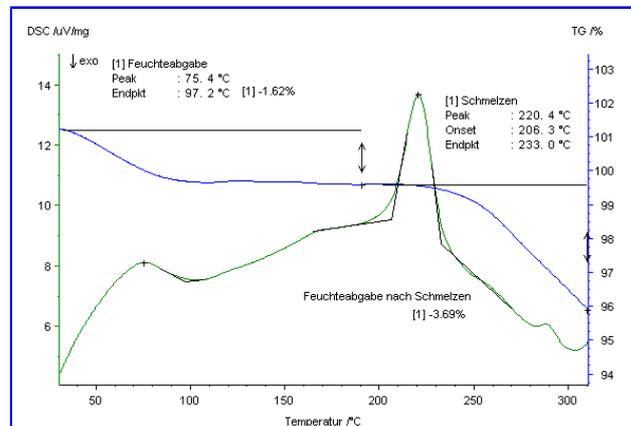


Abbildung 3: Materialidentifikation Beispiel 3

3.2 Ermittlung der Eigenschaften für Veredelungsprozesse

Desweiteren werden Hinweise zur Veredelung von Materialien bzw. den Einsatz von Textilhilfsmitteln anhand ihrer thermischen Eigenschaften gegeben.

Beispiel 1 - Einsatz PVA

- als wasserlösliches Polymer wird verstärkt PVA in der Stickerei eingesetzt, als Ersatz der bisherigen Auslösung von Stickereien
- zur Herstellung von Spitze wurden bisher ökologisch sehr bedenkliche Ätzverfahren eingesetzt, die damit ersetzt werden können
- Veredelungsverhalten von PVA jedoch weitestgehend unbekannt – aus Erfahrungen mit PES und PA muß die Fixiertemperatur 50-60 °C unterhalb des Schmelzpunktes liegen, d.h. bei ca. 160-170 °C muß dieses PVA fixiert werden. Dies ist problematisch, wenn als Stickmaterial PES eingesetzt wurde, das höher fixiert werden müßte.

Aufgabe:

Ermittlung des Thermischen Verhaltens von PVA zur Definierung des Veredelungsprozesses

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 400 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis:

Feuchteabgabe bis 115 °C 5,33 %

Erweichungspunkt 225,9 °C

Schmelzpunkt 236,4 °C

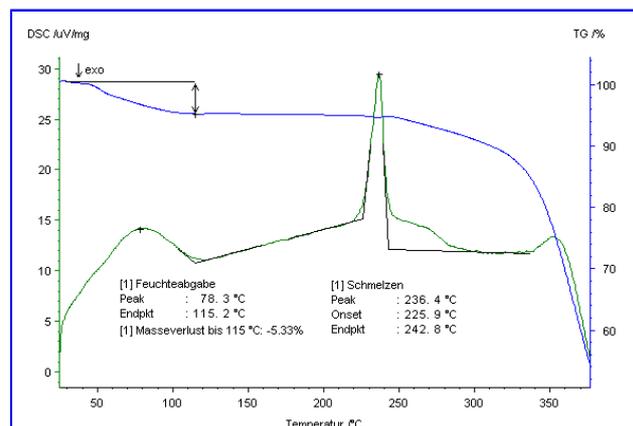


Abbildung 4: Veredelungsoptimierung Beispiel 1

Beispiel 2 - Fasermischung Polymer mit Leinen, zur Festlegung des Veredlungsprozesses muß eingesetztes Polymer bekannt sein – vermutet wurde PES, weil es üblicherweise in Mischung mit Leinen angeboten wird – PP, welches identifiziert wurde, erfordert jedoch viel niedrigere Verarbeitungstemperaturen

Aufgabe:

Fasermischung Polymer mit Leinen - Frage nach Polymer sowie Anforderungen an Veredlung

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 400 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis:

Schmelzpunkt lag bei ca. 170 °C

Schmelzbereich PP angegeben mit 160 - 175 °C

thermische Behandlung nur bis 150 °C möglich

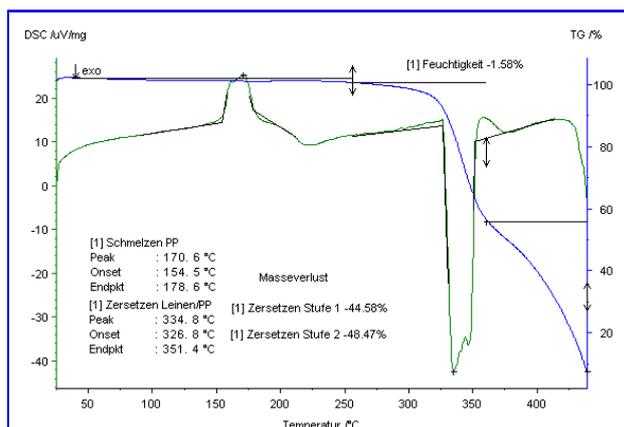


Abbildung 5: Veredlungsoptimierung Beispiel 2

Beispiel 3 - Thermisches Verhalten von Präparationsmitteln

Präparationsmittel werden eingesetzt im festen Zustand z.B. als Wachsstäbe im Webkettenbereich oder im flüssigen Zustand als Schlichteflotten- oder Spinnölszusätze. Je nach Einsatzzweck muß das Temperaturverhalten von z.B. Paraffin beachtet werden – Im Anwendungsfall sollte es an der Webmaschine als Einlegepräparation eingesetzt und später wieder ausgewaschen werden. Es werden in Auswertung der Thermischen Analyse Waschttemperaturen von 85 – 90 °C empfohlen.

Aufgabe:

Verarbeitungsverhalten von Präparationsmitteln

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 300°C 10 K/min unter synthetischer Luft

Ergebnis:

mit Paraffin präparierte Fäden müssen bei einer Temperatur von ca. 80 °C gewaschen werden, wenn das Paraffin entfernt werden soll

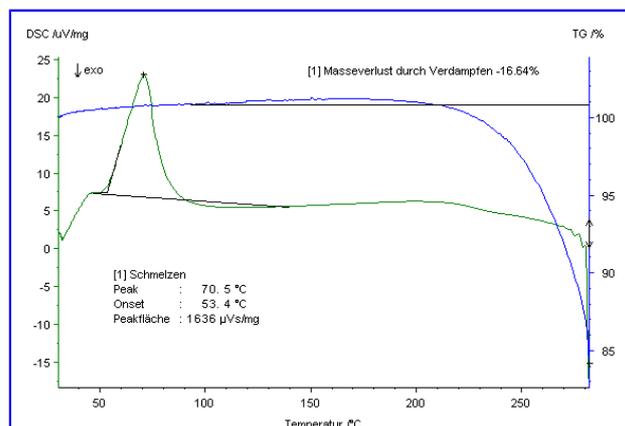


Abbildung 6: Veredlungsoptimierung Beispiel 3

3.3 Einsatz von Schmelzklebern

Schmelzklebemittel werden in Form von Klebern, Klebefasern oder Vliesen in der Textilindustrie eingesetzt. Dabei können zwei Ziele verfolgt werden:

- Verbinden zweier Textilbahnen
- Festigkeitserhöhung von Textilien z.B. von Faservliesen durch Zusatz niedrigschmelzender Fasern mit nachfolgender Hitzebehandlung

Schmelzklebstoffe sind speziell konstruierte, thermoplastische, lösungsmittelfreie Substanzen, die unter Wärmezufuhr schmelzen, adhäsive Kräfte entwickeln und damit eine physikalische Verbindung zu Trägerfasern oder Textilbahnen eingehen.

Um einen Schmelzkleber optimal zur Wirkung zu bringen ist der Arbeitsbereich von größter Bedeutung. Je nach Thermoanlage sollte er im Mittel um 30 °C höher als der Mittelwert des Schmelzbereiches der gewählten Schmelzklebefaser sein. In diesem oberen Temperaturbereich fließt die Schmelzmasse gleichmäßiger zu den Bindungspunkten der Fasern.

Nachfolgendes Beispiel stellt einen Schmelzkleber auf Basis Polyethylen Schmelzbereich 125 – 145 °C dar. Es mußte die Maschinentemperatur auf ca. 165 °C eingestellt werden.

Aufgabe:

Ermittlung des Thermischen Verhaltens von Schmelzkleber für Sitzbezüge im Automobil

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 300 °C mit 10 K/min unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis:

Erweichungspunkt: 125,0 °C

Schmelzpunkt: 137,6 °C

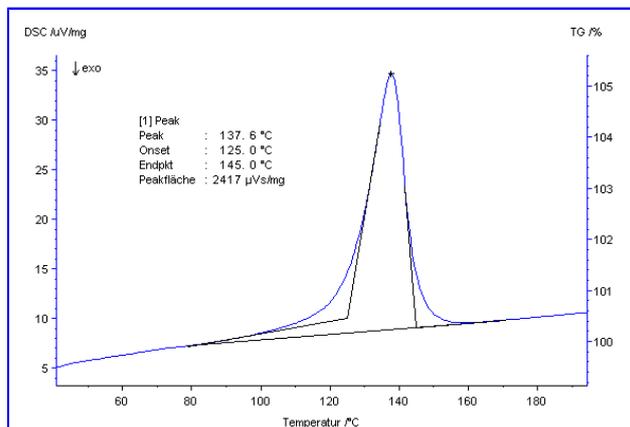


Abbildung 7: Beispiel der Untersuchung eines Schmelzklebers

3.4 Gravimetrische Messungen

Bedeutung findet die Thermogravimetrie in unserem Forschungsinstitut vor allem bei der Bestimmung von Trockengehalten und Glühverlusten.

Aufgabe:

Bestimmung Trocken- und Glühverlust eines Salzes

Versuchsbedingungen:

Temperaturprogramm 20 - 105 °C / 10 K/min

isotherm 20 min

105 - 800 °C / 10 K/min

unter synth. Luft 150 ml/min

Ergebnis: sehr hoher Feuchtegehalt

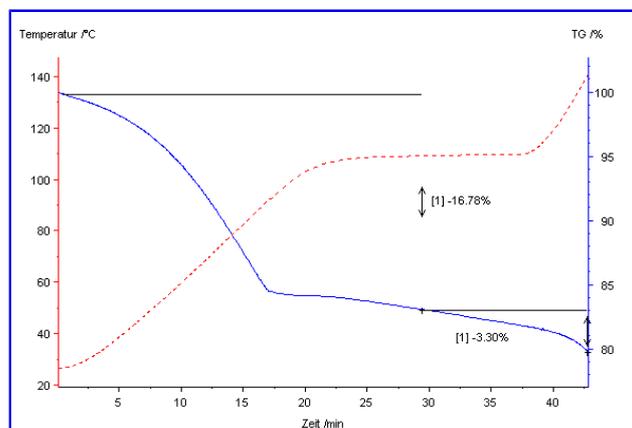


Abbildung 8: Beispiel der Bestimmung des Feuchtegehaltes von Schlichtemitteln

Bei Schlichteflottenansätzen oder auch in der Veredlung bei der Erarbeitung von Farbstoffzusammenstellungen ist der Feuchtegehalt von sehr großer Bedeutung. Negativ ist dabei, daß die Chemikalien sehr oft in den Veredlungsräumen gelagert werden müssen, wo teilweise eine sehr hohe Luftfeuchtigkeit auftritt

Es wurde ein Salz untersucht, was als Schlichteflottenzusatz eingesetzt wurde – Der Feuchtegehalt lag hier bei ca. 16,5 % und war damit sehr hoch.

4 Fixiertemperaturbestimmung

Der Fixierprozeß hat einen großen Einfluß auf die Qualität textiler Erzeugnisse. Die Folgen falscher Fixierung sind sowohl bei zu niedriger als auch bei zu hoher Fixierung problematisch. Wird ein Erzeugnis zu niedrig fixiert, ist es nicht formstabil, neigt zum Knittern und weist eine ungleichmäßige Anfärbbarkeit auf. Wird es dagegen zu hoch fixiert, kann es zu Vergilbungen und hartem Griff führen. Da Gardinen seltener gefärbt werden, kommt dem Erreichen eines optimalen Weißgrades eine große Bedeutung zu. Zur Sicherung einer hohen Qualität der Erzeugnisse ist die Erarbeitung optimaler Fixierbedingungen ein bedeutendes Kriterium.

Mit der Bearbeitung eines Forschungsthemas wurde eine exakte Methode zur Bestimmung der Effektivtemperatur der thermischen Fixierung erarbeitet und optimiert. Als optimale Meßmethodik wird die Differentialthermoanalyse eingesetzt.

Beim Fixierprozeß erfolgt ein Ausgleich der inneren Spannungen im Fasersubstrat mit folgenden Zielen:

- Schrumpffreiheit
- Entfernung fabrikationsbedingter Falten
- Erzeugen einer geringen Knitterneigung
- Vergleichmäßigung der Anfärbbarkeit
- Verbesserung des Griffs.

Fixiert werden polymere Textilerzeugnisse in allen Aufmachungseinheiten: Fixierung von Garnen und Zwirnen, Fixierung von fertigen Flächengebilden, der Fixierprozeß vor dem Färben und Drucken, die Fixierung als Formgebungsprozeß von Flächengebilden als letzter Schritt vor dem Konfektionieren aber auch Fixierung nach dem Konfektionieren durch Bügeln und Dämpfen.

Die Fixierung ist in erster Linie eine Temperatur-Zeit-Behandlung. Zur Übertragung der Wärme auf das Textilgut werden Luft, überhitzter Dampf oder Wasser genutzt. Grundsätzlich wird unterschieden zwischen Heißluft und (Wasser-)Dampf. Die Thermofixierung ist kein Zeitprozeß. Der Effekt ist da, wenn das textile Material die notwendige Temperatur erreicht hat. Die Fixierzeit hat dabei einen bedeutenden Einfluß auf die Durchfixierung der Ware. Von allen Fixierverfahren hat die Fixierung in Heißluft die größte Bedeutung.

Dem Prinzip der Thermischen Analyse liegt zu Grunde, daß beim Schmelzen eines Stoffes Wärme verbraucht wird, was als endothermer Peak in einem Thermogramm sichtbar wird. (Abbildung 9) Beim Fixierprozeß bilden sich neue zwischenmolekulare Bindungen heraus, die die spannungsärmere Faserstruktur stabilisieren. Das heißt, daß beim Fixierprozeß die eingefrorenen inneren Spannungen gelöst werden und den Molekülketten die Möglichkeit gegeben wird, sich spannungsfrei anzuordnen. Dieser neue Zustand wird durch Abkühlen unterhalb der Einfriertemperatur fixiert. Wird das Erzeugnis nicht wieder über diese Temperatur erwärmt, ist der Zustand beständig. In Auswertung der thermoanalytischen Meßkurve von fixierten Materialien ist bei der aufgetragenen Fixiertemperatur vor dem eigentlichen Hauptschmelzpeak ein kleines Schmelzpeak erkennbar. Es handelt sich bei diesem kleinen Peak um den Schmelzvorgang der bei der Fixierung gebildeten Kristallite. Eindeutig erkennbar ist dieser Effekt an einem exothermen Abfall der differenzierten DSC-Kurve, wie aus Abbildung 9 ersichtlich ist. Diese Temperatur wird als "Effektivtemperatur der thermischen Behandlung" definiert.

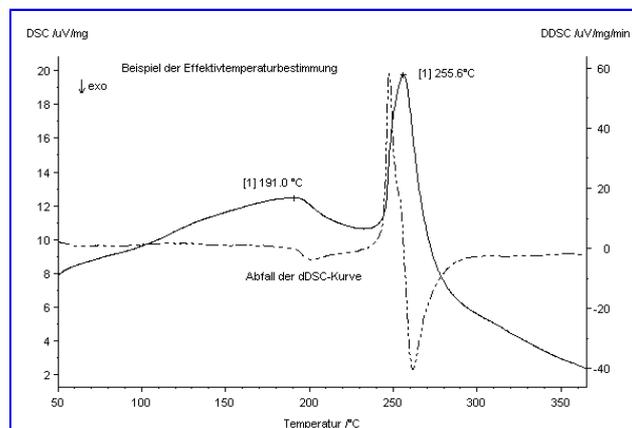


Abbildung 9: Thermogramm eines unter Laborbedingungen bei 190 °C fixierten Materials

Bei einem Praxisversuch wurde das Gewirke, welches für Gardinen eingesetzt wurde, über die gesamte Warenbreite untersucht. Dabei wurden jeweils Proben aus dem rechten, aus dem mittleren bzw. aus dem linken Teil der Gewirkebahn entnommen und analysiert und dabei nachfolgende Temperaturverteilung über die Warenbreite ermittelt Folie 12.

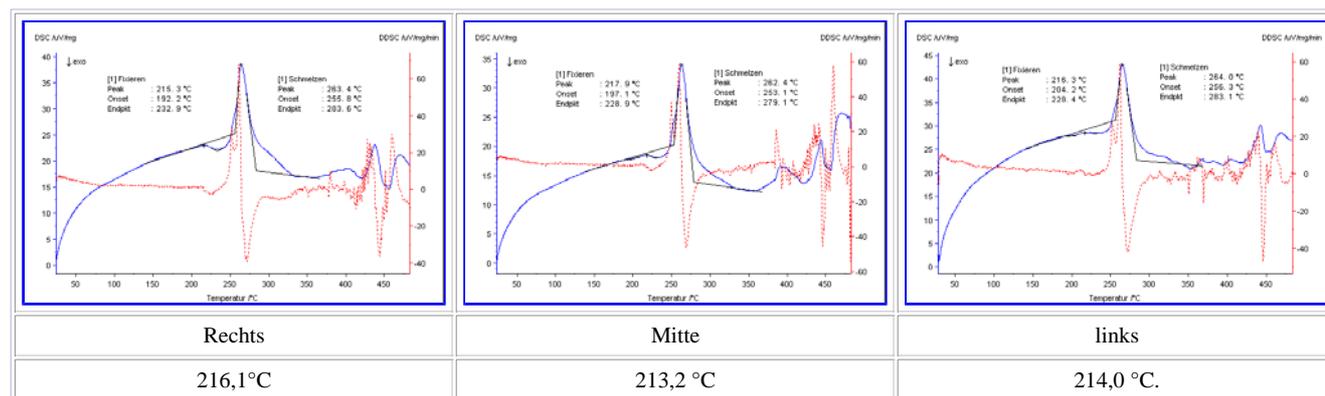


Abbildung 10: Temperaturverteilung über die Warenbreite

Das untersuchte Gewirke für Übergardinen wurde von einem Kunden reklamiert, weil es über die Gewirkebreite ein ungleichmäßiges Anfärbeverhalten zeigte. Es zeigten sich deutliche, streifenähnliche Ungleichmäßigkeiten in Querrichtung. Es wurden Temperaturdifferenzen über die gesamte Warenbreite ermittelt. Die Mitte der Maschine lag um ca. 3 bzw. 1 °C niedriger als die rechte bzw. linke Seite der Maschine. In Folge dieser ungleichmäßigen Fixiertemperatur können Ungleichmäßigkeiten auftreten, wobei ungleichmäßige Fadenspannungen im Wirkprozeß hier die Hauptursache waren. Desweiteren lag die Fixiertemperatur mit 213 - 216 °C für Polyester sehr hoch.

Dem Unternehmen wurde empfohlen, die Fixiertemperaturen auf jeden Fall zu verringern sowie eine gleichmäßigere Temperaturverteilung innerhalb der Maschine zu erreichen.

5 Zusammenfassung

Zur Analyse unbekannter Faserstoffe wird die Thermische Analyse in Verbindung mit anderen Verfahren wie z.B. der Mikroskopie in unserem Institut genutzt. Dabei liegt der Hauptschwerpunkt bei der Bestimmung von synthetischen Polymeren.

Als Vergleichsbasis für die Identifizierung verschiedenster Textilmaterialien erarbeiten wir uns fortlaufend einen "Faseratlas". Hier werden charakteristische Kurven dargestellt und verglichen. Die DSC-Meßkurven werden somit als "Fingerabdrücke" zur Identifizierung von unbekanntem Materialien ausgewertet verglichen.

Zur Bestimmung der Effektivtemperatur der thermischen Fixierung wurde ein Forschungsthema bearbeitet, um der Industrie bei Qualitätsproblemen und Reklamationen bei der Ursachenfindung zu helfen.