

## Carbamat

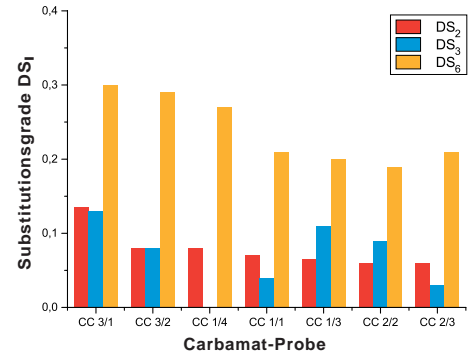
**Celluloseregeneratfasern lassen sich umweltfreundlich nach dem Carbamatverfahren herstellen. Im IAP wurde dieses Verfahren in Kooperation mit dem Industriepartner Zimmer AG zur industriellen Reife gebracht und wird heute zum umweltfreundlichen „Revamping“ von Viskose-Spinnfabriken angeboten.**

### Harnstoff ersetzt giftigen Schwefelkohlenstoff

Celluloseregeneratfasern werden heute weltweit noch überwiegend nach dem Viskoseverfahren hergestellt (mehr als 2 Mio Weltjahrestonnen). Wegen der hierbei auftretenden Umweltbelastungen durch Schwefelkohlenstoff und Schwermetalle und zur Verbesserung der Prozeßökonomie werden Alternativtechnologien gesucht. Neben dem bereits industriell eingesetzten Lyocellverfahrens stellt das Carbamatverfahren eine umweltfreundliche Alternative dar. In Zusammenarbeit mit der Zimmer-AG, Frankfurt/M, und dem Deutschen Institut für Textilforschung, Denkendorf, wurde im Fraunhofer IAP das auf einer speziellen Cellulosecarbamat-Synthese beruhende CarbaCell®-Verfahren [1] für den industriellen Einsatz vorbereitet. Die Arbeiten umfaßten dabei die Teilaufgaben Synthese, Spinnerei sowie Struktur-Eigenschaftsuntersuchungen an Fasern.

### Synthesestufe

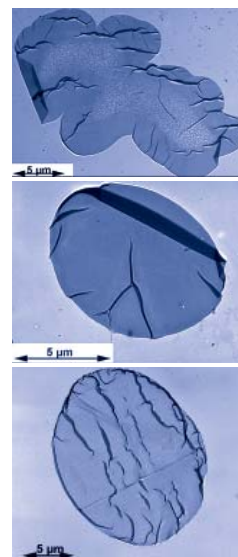
Beim CarbaCell®-Verfahren wird alkalisch aktivierte Cellulose mit Harnstoff in einem inerten organischen Lösungsmittel bei Temperaturen um 140 °C zum alkalilöslichen Cellulosecarbamat umgesetzt. Diese Reaktion



**Abbildung 1**  
Verteilung der Substituenten an den Anhydroglucose-Einheiten bei unterschiedlichen Cellulosecarbamat.



**Abbildung 2**  
HKZ-Spinnmaschine einer Viskoseanlage.



**Abbildung 3**  
Querschnitte unterschiedlicher Celluloseregeneratfasern  
oben : Viskose  
mitte : Lyocell

**Fraunhofer-Institut für Angewandte Polymerforschung**  
Wissenschaftspark Golm  
Geiselbergstraße 69  
14476 Potsdam  
Deutschland

Telefon +49(0)331/568-10  
Telefax +49(0)331/568-3000  
E-Mail [info@iap.fraunhofer.de](mailto:info@iap.fraunhofer.de)  
[www.iap.fraunhofer.de](http://www.iap.fraunhofer.de)

führt zu relativ stabilen lagerfähigen Produkten, die getrennt von der Verspinnung hergestellt werden können - neben der Vermeidung von CS<sub>2</sub> ein wesentlicher Vorteil gegenüber dem Viskosespinnprozess. Zur Vereinfachung und wirtschaftlicheren Gestaltung der Synthesestufe wurden eine Reihe von neuen Aktivierungs- und Synthesvarianten entwickelt und zum Patent angemeldet.

Zur Charakterisierung der Carbamate wurde mittels der <sup>13</sup>C-NMR-Spektroskopie die Substituentenverteilung in den Anhydroglukoseeinheiten (AGU) untersucht (Abbildung 1). Mit der Festkörper-NMR-Spektroskopie wurde gefunden, daß die Verteilung der Substituenten blockartig oder gleichmäßig entlang der Cellulosekette sein kann und dies von der Synthesvariante beeinflusst wird [2].

### Spinnprozessentwicklung

Qualitätskriterien für die Spinnlösungen sind die Parameter Zusammensetzung, DP, Viskosität, Reife, Filterwert, DS, Substituentenverteilung, Partikelgehalt und rheologische Größen. Über die Substituentenverteilung entlang der Cellulosekette sind der z.B. der Lösungszustand der Spinnlösung und die Eigenschaften der Spinnfasern beeinflussbar.

Systematische Untersuchungen zu den Einflußgrößen auf die Fadeneigenschaften wurden an einem üblichen kontinuierlichen Filamentgarnprozeß durchgeführt. Zur Vorbereitung eines industriellen Einsatzes des CarbaCell®-Verfahrens erfolgten Spinnversuche zur Modellierung gängiger Spinnverfahren (Konti, HKZ, Stapelfaser) unter praxisnahen Bedingungen. Mit Hilfe einer speziellen Spinnrohrtechnik gelang beim kontinuierlichen Spinnprozeß die

Anhebung der Spinnengeschwindigkeit auf 120 m/min, wobei die Spinnbedingungen (Reckung, Zersetzung, Trocknung) optimiert wurden. Für alle Spinnverfahren konnten geeignete Spinnparameter für eine industrielle Nutzung aufgezeigt werden. Erste Industrierversuche an HKZ-Spinnmaschinen einer Viskosespinnfabrik haben die Überführbarkeit der im IAP erarbeiteten Spinntechnologie belegt (Abbildung 2).

### Struktur und Eigenschaften der Fasern

In Zusammenhang mit der Faserentwicklung erfolgten umfangreiche Strukturuntersuchungen [3, 4]. Typisch für die neuen Fasern ist, im Gegensatz zur Viskosefaser, ihr nahezu runder Querschnitt (Abbildung 3). Eine Steuerung der textilmechanischen Eigenschaften der Fasern erfolgt ganz wesentlich über die Orientierung der Moleküle in Faserrichtung, wie in Abbildung 4 am Beispiel einer Carbamatfaser-Entwicklungsserie im Vergleich zu anderen Cellulosefasertypen gezeigt wird [4]. Hier wird deutlich, daß erst durch das Verständnis der Zusammenhänge zwischen den Herstellungsbedingungen, den resultierenden Strukturen und deren Eigenschaften die gewünschten Fasereigenschaften erreichbar sind. Die Carbamatfasern erreichen dabei in wesentlichen Parametern die textilmechanischen Daten von Viskose. Grundsätzlich können bei allen diesen Spinnprozessen Cellulosecarbamatfasern mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt hergestellt werden. Die Färbereigenschaften dieser Fasern und auch vollständig regenerierter Fasern sind exzellent. Das Aufziehverhalten der Farbstoffe, die Brillanz der Ausfärbungen sowie die Ökonomie der Farbstoffausnutzung bei Cellulosecar-

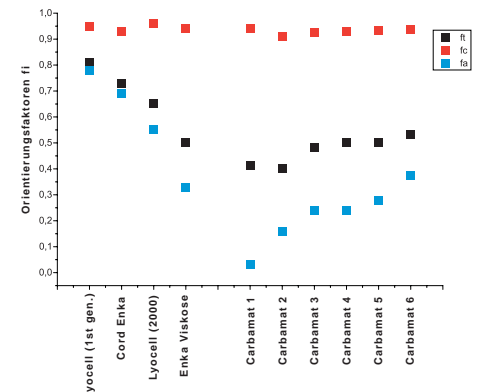


Abbildung 4  
Orientierungsparameter unterschiedlicher Celluloseerzeugnisfasern

bamatfasern sind sehr gut. Sie übertreffen damit alle anderen gängigen Cellulosefasern, wie beim Partner DITF gezeigt werden konnte.

CarbaCell® - eingetragenes Warenzeichen der Zimmer AG, Frankfurt/Main

### **Förderung**

Die Arbeiten erfolgten mit BMBF-Förderung im Rahmen des Programmes Integrierter Umweltschutz in der Textilindustrie (FKZ 0330230)

### **Literatur**

[1] M. Voges, M. Brück, H.-P. Fink, J. Gensrich The CarbaCell process - an environmentally friendly alternative for cellulose man-made fibre production. Proc. of the Akzo-Nobel Cellulosic Man-made Fibre Seminar, Stenungsund 13 - 15 June 2000

[2] J. Gensrich, H.-P. Fink, J. Kunze, E. Schaaf, F. Hermanutz: Zur Lösungsqualität von Cellulosecarbamaten und deren Einfluß auf den Spinnprozeß. Vortrag Zellcheming-Konferenz, Cellulosechemikerrundgespräch, Baden-Baden 24.-26.06.2002 Veröffentlichung in „Das Papier“ 2002, in Vorbereitung

[3] H.-P. Fink, J. Gensrich, R. Rihm, O. Hanemann: Formation, Structure and Properties of CarbaCell-type Cellulosic Fibres 2002 International Conference on Advanced Fiber Materials, Shanghai, September 13-15, 2002

[4] H.-P. Fink, R. Rihm, J. Gensrich Zur Struktur von CS<sub>2</sub>-frei hergestellten Cellulose regeneratfasern Tagungsband des 5. Int. Symp. Alternative Cellulose, Rudolstadt, 4.-5. Sept. 2002, S. 9/1-9/8

### **Patentanmeldungen**

J. Gensrich, P. Weigel, E. Schaaf, H.-P. Fink, F. Loth: Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamatformkörpern AZ: 102 23 174.5, 2002

F. Loth, E. Schaaf, H.-P. Fink, J. Kunze, J. Gensrich: Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamaten in einem inerten organischen Reaktionsmedium, AZ: 102 53 672.4, 2002

F. Loth, E. Schaaf, P. Weigel, H.-P. Fink, J. Gensrich: Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamaten AZ: 102 23 171.0, 2002

P. Weigel, F. Loth, H.-P. Fink: Verfahren zur Herstellung von Cellulosecarbamaten mittels reaktiver Extrusion, AZ: 102 23 172.9, 2002

### **Kontakt**

Dr. Hans-Peter Fink  
Telefon +49 (0) 331/ 568-1815  
E-Mail fink@iap.fraunhofer.de