

Entwicklung eines mehrstufigen Carbonisierungsprofils für die Herstellung von polyethylenbasierten Carbonfasern

Tim Röding

**„Entwicklung eines mehrstufigen Carbonisierungsprofils
für die Herstellung von polyethylenbasierten Carbonfasern“**

**„Development of a Multi-step Carbonization Profile
for the Production of Polyethylene-based Carbon Fibres“**

Von der Fakultät für Maschinenwesen der Rheinisch-Westfälischen
Technischen Hochschule Aachen zur Erlangung des akademischen Grades
eines Doktors der Ingenieurwissenschaften genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Tim Alexander Röding

Berichter: Univ.-Prof. Prof. h. c. (MGU) Dr.-Ing. Dipl.-Wirt. Ing. Thomas Gries

Prof. Dr.-Ing. habil. Dipl.-Wirt. Ing. G.H. (Gunnar) Seide

Tag der mündlichen Prüfung: 21.12.2023

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online
verfügbar.

Textiltechnik/Textile Technology

herausgegeben von

Univ. Prof. Professor h. c. (MGU) Dr.-Ing. Dipl.-Wirt. Ing. Thomas Gries

Tim Alexander Röding

**Entwicklung eines mehrstufigen
Carbonisierungsprofils für die Herstellung
von polyethylenbasierten Carbonfasern**

Shaker Verlag
Düren 2024

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2023)

Copyright Shaker Verlag 2024

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-9551-7

ISSN 1618-8152

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

*“If I have seen further,
it is by standing on the shoulders of giants.”*
Sir Isaac Newton, 1675

Danksagung

Mein Dank gebührt meinem Doktorvater Herrn Prof. Thomas Gries für die fachlichen Diskussionen und die Möglichkeit, die Arbeit durchführen zu können. Bei Herrn Prof. Gunnar Seide und Herrn Prof. Ronald Gebhardt bedanke ich mich herzlich für die Übernahme des Korreferats und des Vorsitzes im Promotionsverfahren.

Ein besonderer Dank geht an Andreas De Palmenaer, dessen geteilte Leidenschaft für unser Forschungsthema und nimmermüde Bereitschaft, unzählige Stunden über Carbonfasern zu diskutieren, eine Quelle der Inspiration und Motivation war. Ebenso möchte ich mich bei Felix Pohlkemper und Musa Akdere für ihren unermüdlichen Einsatz danken, meine Motivation hochzuhalten und mich in der schwierigen Endphase der Promotion zu unterstützen. Ein herzlicher Dank geht an Gerd Lienert-Godzinski, Franz Pursche, Alexander Lüking, Davide Pico, Gisa Wortberg, meinen Lieblingsskollegen aus dem Spinnturbüro sowie allen Kollegen aus dem Bereich Verstärkungsfasern. Meinen ehemaligen Betreuern der Bachelorarbeit Moritz Warnecke und Timm Holtermann danke ich für das Wecken meines Interesses an der Carbonfaserforschung.

Ein großer Dank gilt ebenso den vielen Studenten, mit denen ich in den vergangenen Jahren zusammenarbeiten durfte und die zum Gelingen dieser Arbeit wesentlich beigetragen haben. Insbesondere Andreas Wiehlpütz, Stefan Schonauer sowie Thomaz Giani Oliva Modenesi Barbosa, Flávio Marter Diniz, Bastian Maiworm und Florens Roß haben mit ihrer Mitarbeit wertvolle Beiträge geleistet.

Schließlich möchte ich meiner Familie - meinen Eltern und Großeltern, meinem Bruder - und insbesondere meiner Frau Milena und meiner Tochter Maja danken. Eure unermüdliche Geduld, euer Verständnis und steter Rückhalt waren für mich während dieser anspruchsvollen Zeit eine unersetzliche Hilfe. Ohne eure Unterstützung wäre die Vollendung dieser Arbeit nicht möglich gewesen.

Teile dieser Arbeit basieren auf den Ergebnissen der von mir betreuten studentischen Arbeiten. Eine bibliographische Auflistung befindet sich am Ende des Literaturverzeichnisses.

Kurzfassung

Carbonfasern und ihre Verbundwerkstoffe sind dank ihrer einzigartigen Kombination aus herausragenden mechanischen Eigenschaften, einer hohen Beständigkeit sowie einem geringen Gewicht ein attraktives Material für zahlreiche Industriebereiche. Der Einsatz von Carbonfasern ist jedoch aufgrund ihres hohen Einkaufspreises von durchschnittlich 20 €/kg auf wenige Hochleistungsanwendungen begrenzt. Die Produktion von Carbonfasern wird über ein mehrstufiges Verfahren realisiert, wobei die Herstellung der Precursorfaser aus Polyacrylnitril mit ca. 50 % den Großteil der Produktionskosten verursacht. Der Einsatz eines alternativen Precursormaterials bietet daher ein großes Kosteneinsparpotenzial.

Ziel

Das Ziel der Forschungsarbeit ist die Entwicklung eines Prozesses zur Herstellung von kostengünstigen Carbonfasern aus polyethylenbasierten Precursoren. Es wird gezeigt, dass die erreichbaren mechanischen Eigenschaften und der Kostenvorteil von polyethylenbasierten Carbonfasern die Anforderungen für den Einsatz in Großserienanwendungen erfüllen.

Lösungsweg

Bei der Entwicklung des neuen Prozesses wird neben dem Stabilisierungsprozess insbesondere der Carbonisierungsprozess und sein Einfluss auf die Fasereigenschaften betrachtet. Darüber hinaus wird eine detaillierte Analyse der Produktionskosten auf der Grundlage eines industriellen Produktionsmodells durchgeführt.

Zentrale Ergebnisse

Das zentrale Ergebnis ist ein Prozess, der die Herstellung polyethylenbasierter Carbonfasern mit einer Bruchspannung von bis zu 2,22 GPa und einem E-Modul von bis zu 170 GPa ermöglicht. Der prognostizierte Verkaufspreis liegt bei 11,14 €/kg. Die hergestellten Carbonfasern erfüllen damit die Anforderungen für einen Großserieneinsatz.

Abstract

Carbon fibres and their composites are attractive materials for numerous industrial sectors thanks to their unique combination of outstanding mechanical properties, high durability and low weight. However, the use of carbon fibres is limited to a few high-performance applications due to their high purchase price of 20 €/kg on average. The production of carbon fibres is realised in a multi-stage process, whereby the production of the precursor fibre from polyacrylonitrile accounts for about 50 % of the majority of the production costs. The use of an alternative precursor material therefore offers great potential for saving costs.

Aim

The aim of the thesis is to develop a process for the production of low-cost carbon fibres from polyethylene-based precursors. It is shown that the achievable mechanical properties and the cost advantage of polyethylene-based carbon fibres meet the requirements for use in high volume applications.

Approach

For the development of the new process, the stabilization process and, in particular, the carbonization process and its influence on the fibre properties will be considered. Furthermore, a detailed analysis of the production costs is carried out on the basis of an industrial production model.

Results

The main result is a process that enables the production of polyethylene-based carbon fibres with a breaking stress of up to 2.22 GPa and a modulus of elasticity of up to 170 GPa. The predicted market price is 11.14 €/kg. The carbon fibres produced thus meet the requirements for use in high volume applications.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
1.1	Ausgangssituation und Motivation der Arbeit	2
1.2	Vorgehensweise und Aufbau der Arbeit	5
2	Stand der Technik der Carbonfaserherstellung	8
2.1	Historische Entwicklung und Eigenschaften von Carbonfasern	8
2.2	Prozesskette zur Herstellung PAN-basierter Carbonfasern	14
2.3	Marktübersicht	32
3	Ansätze zur Kostenreduktion in der Carbonfaserherstellung	41
3.1	Eigenschafts- und Kostenziele kostengünstiger Carbonfasern	41
3.2	Potenzialbewertung der Ansätze zur Kostenreduktion in der Carbonfaserherstellung	44
3.3	Zusammenfassung	62
4	Polyethylenbasierte Carbonfaserherstellung	65
4.1	PE-basierte Precursorherstellung	65
4.2	Stabilisierung	72
4.3	Carbonisierung	79
5	Verwendete Anlagentechnik und Analyseverfahren	84
5.1	Anlagentechnik	84
5.2	Analyseverfahren	92
6	Planung des Entwicklungsprozesses und Festlegung der Ziele	118
6.1	Identifikation bestehender Defizite	118
6.2	Einflussfaktoren der Prozessführung in der Herstellung von polyethylenbasierten Carbonfasern	121
6.3	Vorgehen im Entwicklungsprozess	142
6.4	Zusammenfassung	148

7	Umsetzung des Entwicklungsprozesses	150
7.1	Modul 1: Beschreibung der Precursoreigenschaften	150
7.2	Modul 2: Entwicklung eines geeigneten Stabilisierungsverfahrens	156
7.3	Modul 3: Untersuchung der Wirkzusammenhänge in der diskontinuierlichen Carbonisierung	169
7.4	Modul 4: Aufteilung in Nieder- und Hochtemperaturcarbonisierung	186
7.5	Modul 5: Entwicklung eines Kraftprofils im kontinuierlichen Carbonisierungsprozess	194
7.6	Zusammenfassung und technische Bewertung	198
8	Technische und wirtschaftliche Umsetzung	201
8.1	Produktionsmodell	201
8.2	Wirtschaftliche Bewertung	208
9	Zusammenfassung und Ausblick	213
9.1	Zusammenfassung	213
9.2	Summary	217
9.3	Ausblick	220
10	Verzeichnisse	229
10.1	Literaturverzeichnis	229
10.2	Betreute Studentische Arbeiten	265
10.3	Abbildungsverzeichnis	271
10.4	Tabellenverzeichnis	279
10.5	Abkürzungsverzeichnis	285
11	Anhang	287
11.1	Ansätze zu Kostenreduzierung in der Carbonfaserherstellung	287
11.2	Teilnutzwerte der Ansätze zur Kostenreduktion in der Carbonfaserherstellung	289
11.3	Eigenschaften PE-basierter Carbonfasern	296
11.4	Flüchtige Zersetzungsprodukte bei unvollständiger Sulfonierung	298
11.5	Modul 1: Beschreibung der Precursoreigenschaften	299
11.6	Modul 2: Entwicklung eines geeigneten Stabilisierungsverfahrens	300

11.7 Modul 3: Untersuchung der Wirkzusammenhänge in der diskontinuierlichen Carbonisierung	302
11.8 Produktionsmodell	303