

**„Entwicklung polyethylenbasierter Precursoren für die  
thermochemische Stabilisierung zur Carbonfaserherstellung“**

**„Development of Polyethylene-based Precursors for  
Thermochemical Stabilisation for Carbon Fibre Production“**

Von der Fakultät für Maschinenwesen  
der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen  
zur Erlangung des akademischen Grades einer

**Doktorin der Ingenieurwissenschaften**

genehmigte Dissertation  
vorgelegt von

**Gisa Wortberg**

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

Tag der mündlichen Prüfung: 25. April 2017



**Textiltechnik/Textile Technology**

herausgegeben von

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

**Gisa Wortberg**

**Entwicklung polyethylenbasierter Precursoren  
für die thermochemische Stabilisierung  
zur Carbonfaserherstellung**

Shaker Verlag  
Aachen 2017

**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, 2017)

Copyright Shaker Verlag 2017

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

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-5330-2

ISSN 1618-8152

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen  
Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9  
Internet: [www.shaker.de](http://www.shaker.de) • E-Mail: [info@shaker.de](mailto:info@shaker.de)

*„Durch die Leidenschaften lebt der Mensch,  
durch die Vernunft existiert er bloß.“*

*Nicolas Chamfort*



## Vorwort

Die vorliegende Arbeit wurde während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen University in der Zeit zwischen Oktober 2012 und Januar 2017 angefertigt. Teile dieser Arbeit basieren auf den Ergebnissen der von mir betreuten studentischen Arbeiten. Eine bibliographische Auflistung dieser Arbeiten befindet sich in Kapitel 11.2.

Die Arbeit entstand aus einer bilateralen Forschung zwischen mir und Herrn De Palmaer am Institut für Textiltechnik der RWTH Aachen University. Die Forschungsanstrengungen hinsichtlich des gemeinsamen Ziels der kontinuierlichen Herstellung polyethylenbasierter Carbonfasern lassen sich klar voneinander abgrenzen (vgl. Abbildung 0.1). Während ich mich mit dem Entwicklungsprozess der polyethylenbasierten Precursorherstellung beschäftigte, lag der Schwerpunkt von Herrn De Palmaer auf dem Entwicklungsprozess der Konvertierung von polyethylenbasierten Precursoren.

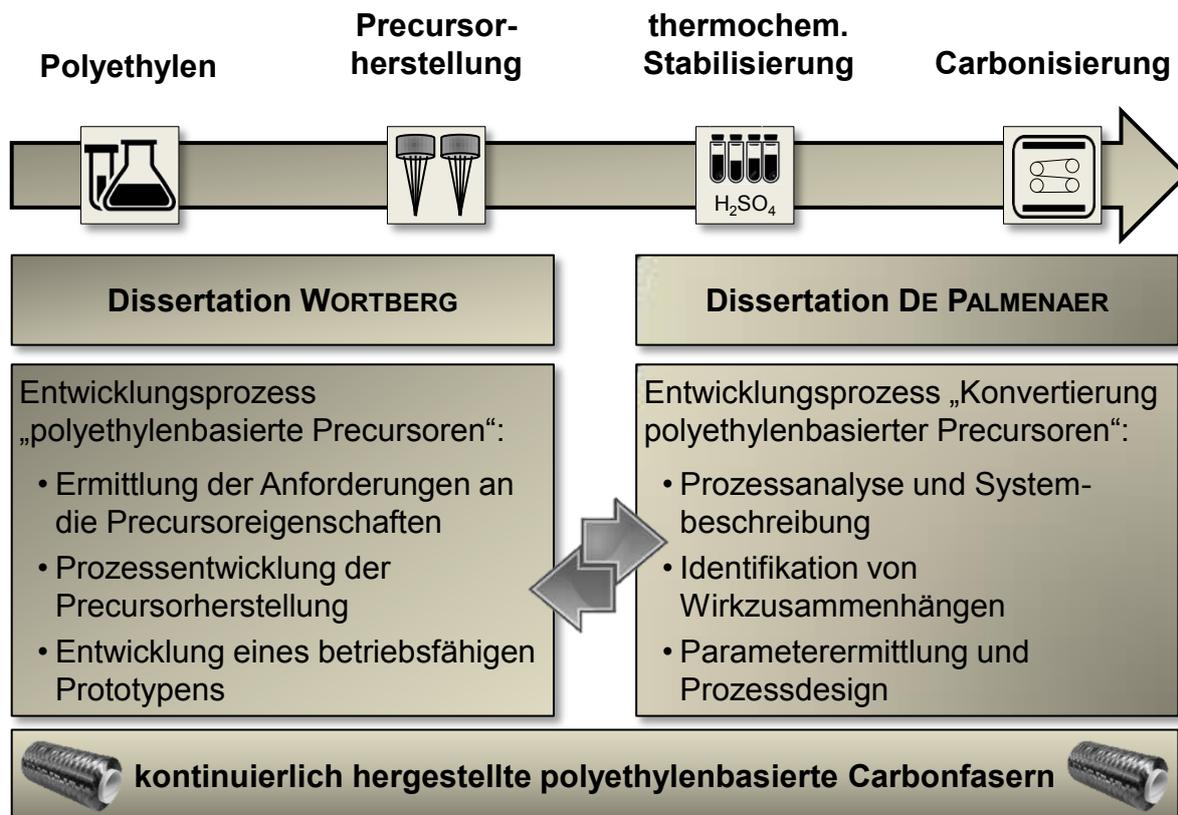


Abbildung 0.1: Übersicht „bilaterale Forschungsarbeit WORTBERG und DE PALMENAER“

## **Danksagung**

Mein Dank gilt meinen Doktorvätern Univ.-Prof. Thomas Gries und Associate Prof. Gunnar Seide, die das Vertrauen in mich hatten, die mit einem Risiko behaftete Forschungsarbeit erfolgreich abzuschließen. Bei Univ.-Prof. Fritz Klocke und bei Univ.-Prof. Ghaleb Natour bedanke ich mich für die Übernahme des Vorsitzes und des Beisitzes im Promotionsverfahren.

Auf dem Weg der Promotion habe ich gemerkt, dass es drei wichtige Dinge im Leben gib: Familie, Freunde und ein starkes Team. Ohne diese geht es nicht. Aus diesem Grund möchte ich mich bei ein paar Menschen bedanken.

Mein Dank gilt allen Studenten, die mich in meiner Promotionszeit bei der Versuchsdurchführung an den Anlagen, der Versuchsauswertung und Aufbereitung der Ergebnisse unterstützt haben. Ihr habt hiermit zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Ein weiterer Dank gilt den Mitarbeitern des Instituts. Hier sind vor allem die Mitarbeiter des Schmelzspinn technikums Peter Rüdiger „69“, Günter Irmisch, David Djudjaj und Manuel Schulz hervorzuheben, die immer die notwendige Ruhe und Gelassenheit mit sich gebracht haben. Jungs, ich danke Euch für die tolle Zusammenarbeit. An unsere Zeit werde ich immer mit einem Lächeln zurückdenken! Bei der E-Technik-Abteilung möchte ich mich ebenfalls bedanken. Herr Von Thenen, Herr Clermont und Dennis Gerards waren immer vor Ort, wenn es brannte. Lieben Dank dafür! Den Mitarbeiter aus dem Textilprüflabor, Monika Steffens und Michael Kerler, danke ich für ihre Geduld mit den nicht immer ganz so einfach handhabbaren Filamentgarnen. Eine Promotion bringt viele geschriebene Wörter mit sich. An dieser Stelle geht mein Dank an die Bibliothekarin Frau Cremer, die zuverlässig und gewissenhaft die Korrekturen meiner Dissertationen vorgenommen hat.

Drei ehemalige Arbeitskollegen und jetzige Freunde haben mich insbesondere in den Anfängen meiner Promotionszeit begleitet. Ich bedanke mich bei Roy Dolmans, Moritz Warnecke und Christoph Hacker. Vielen Dank für die Aufnahme in Euren Kreis, die fachlichen Diskussionen und die ermutigenden

Worte. Durch Euch habe ich das Ziel der Promotion niemals aus den Augen verloren. Gerne erinnere ich mich an unsere gemeinsame Zeit am Institut und das ein oder andere Feierabendbierchen zurück. Andreas De Palmenaer, mein Lieblings-Belgier, auch Dir gehört ein riesen großer Dank. Unsere Zusammenarbeit war immer von gegenseitiger Unterstützung geprägt. Wir haben den anderen mitgezogen, wenn es gerade irgendwo klemmte - bis zur letzten Sekunde der Einreichung der Dissertation.

Bei meiner Familie möchte ich mich in aller herzlichster Form bedanken. Papa und Mama, ihr habt mir von Geburt an all das mitgegeben, was ich gebraucht habe, um diesen Weg gehen zu können: Liebe, Sicherheit, Vertrauen, Neugierde und Begeisterungsfähigkeit, Leidenschaft und die Fähigkeit zu Leiden. Ich danke Euch für all das! Meinem Bruder danke ich für die vielen aufmunternden Worte, wenn ich mal nicht weiterwusste.

Die Unterstützung, die ich in meiner Promotionszeit erfahren habe, ist keine Selbstverständlichkeit. Ich bin dankbar, dass ich diese von allen Seiten erfahren durfte.

Aachen, 25. Mai 2017

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'G. Wortberg'. The signature is stylized and cursive, with a large initial 'G' and a long horizontal stroke extending to the right.

Gisa Wortberg



**Inhaltsverzeichnis**

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1	Ausgangslage und Motivation	2
1.2	Aufbau und Umfang der Arbeit	5
<b>2</b>	<b>Stand der Technik der Carbonfaserherstellung</b>	<b>7</b>
2.1	Begriffsdefinition Precursoren und Carbonfasern	7
2.2	Prozesskette zur Herstellung PAN-basierter Carbonfasern	10
<b>3</b>	<b>Entwicklungsziel</b>	<b>24</b>
3.1	Identifikation bestehendes Defizit	24
3.2	Wissenschaftliche Fragestellung und Definition von Teilzielen	28
<b>4</b>	<b>Identifikation alternativer Precursoren und Prozessketten</b>	<b>30</b>
4.1	Alternative Precursoren	30
4.2	Alternative Prozessketten	37
4.3	Zusammenfassung	51
<b>5</b>	<b>Auswahl einer alternativen Prozesskette zur Carbonfaserherstellung</b>	<b>53</b>
5.1	Grundlagen der Bewertungs- und Entscheidungstheorie	53
5.2	Festlegung der Bewertungsstrategie	58
5.3	Grundlagen der Nutzwertanalyse zur Bewertung der alternativen Prozessketten	64
5.4	Bewertung der alternativen Precursoren und Prozessketten zur Auswahl der umzusetzenden Prozesskette	66
5.5	Zusammenfassung und weitere Schritte	75
<b>6</b>	<b>Definition des Entwicklungsprozesses polyethylenbasierter Precursoren</b>	<b>76</b>
6.1	Theoretische Grundlagen des Schmelzspinnprozesses	76
6.2	Theoretische Grundlagen der thermochemischen Stabilisierung	86
6.3	Theoretische Grundlagen des Diffusionsprozesses	87
6.4	Anforderungen an Eigenschaften polyethylenbasierter Precursoren	91

---

6.5	Vorgehen in dem Entwicklungsprozess	94
6.6	Zusammenfassung	96
<b>7</b>	<b>Beschreibung von Anlagentechnik und Analysemethoden</b>	<b>97</b>
7.1	Verwendete Anlagentechnik	97
7.2	Verwendete Analysemethoden	108
<b>8</b>	<b>Entwicklung polyethylenbasierter Precursoren für die Sulfonierung</b>	<b>119</b>
8.1	Zyklus 1: Zusammenhang zwischen Precursoreigenschaften und Sulfonierungsprozess	119
8.2	Zyklus 2: Bestimmung der Haupteinflussgröße auf die Sulfonierung	128
8.3	Zyklus 3: Ermittlung des Sulfonierungsverhaltens unverstreckter Precursoren (POY-Prozess)	132
8.4	Zyklus 4: Ermittlung des Zusammenhangs zwischen einstufiger Inline-Verstreckung auf die Precursoreigenschaften (FDY-Prozess)	138
8.5	Zyklus 5: Reduzierung des Schrumpfes über Inline-Relaxierung (FDY-Prozess mit Relaxierung)	149
8.6	Zyklus 6: Ermittlung des Zusammenhangs zwischen zweistufiger Inline-Verstreckung mit Relaxierung auf die Precursoreigenschaften (IDY-Prozess mit Relaxierung)	158
8.7	Zwischenfazit aus den Entwicklungszyklen 1 bis 6	169
8.8	Zyklus 7: Precursoren mit Einzelfilamentdurchmessern von 10 µm	170
8.9	Zyklus 8: Entwicklung eines betriebsfähigen Prototyps	175
<b>9</b>	<b>Abschließende Bewertung der Forschungsarbeit</b>	<b>181</b>
9.1	Technische Bewertung	181
9.2	Anlagenkonzept für die polyethylenbasierte Precursorherstellung	183
9.3	Wirtschaftliche Bewertung	188
<b>10</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>194</b>
10.1	Zusammenfassung	194
10.2	Summary	199
10.3	Ausblick	203

---

<b>11</b>	<b>Verzeichnisse</b>	<b>209</b>
11.1	Literaturverzeichnis	209
11.2	Betreute studentische Arbeiten	231
11.3	Abbildungsverzeichnis	233
11.4	Tabellenverzeichnis	239
11.5	Abkürzungsverzeichnis	245
<b>12</b>	<b>Anhang</b>	<b>249</b>
12.1	Lösungsmittel bei der PAN-basierten Spinnlösungsherstellung	249
12.2	Standardprozess und Herstellungskosten der PAN-basierten Precursorproduktion	249
12.3	Klassierung von Bewertungsmethoden	251
12.4	Definition von Anforderungen und Anforderungszielen an Bewertungsmethoden	253
12.5	Beschreibung ausgewählter Bewertungsmethoden	254
12.6	Reaktionsmechanismus der thermochemischen Stabilisierung von Polyethylen	256
12.7	Vorversuche zur Materialauswahl	258