

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	III
1 Einleitung	1
2 Aufgabenstellung.....	3
3 Theoretischer Teil	5
3.1 Cellulose	5
3.1.1 Vorkommen und Verwendung.....	5
3.1.2 Chemische Eigenschaften	6
3.1.3 Kristallstruktur und Morphologie.....	7
3.2 Celluloseregeneratfasern: Struktur und Eigenschaften.....	9
3.3 Cellulosefasern als Präkursormaterialien für Carbonfasern	12
3.3.1 Pyrolysemechanismen der Cellulose	13
3.3.2 Prozessschritte zur Herstellung Cellulose-basierter Carbonfasern	19
3.3.3 Struktur von Cellulose-basierten Carbonfasern.....	26
4 Ergebnisse und Diskussion	33
4.1 Charakterisierung des Ausgangsmaterials	33
4.2 Ausrüstung von Celluloseregeneratfasern.....	36
4.3 Derivatisierung von Cellulose	39
4.3.1 Synthese und Charakterisierung von Cellulosephosphonat	40
4.3.2 Synthese und Charakterisierung von Celluloseosylat/-phosphat	52
4.3.3 Synthese und Charakterisierung von Cellulose/Cellulosebenzoat-Blends...	60
4.4 Herstellung und Charakterisierung der Präkursorfasern	64
4.4.1 Lösungsherstellung.....	64
4.4.2 Rheologie und Spinnversuche	68
4.4.3 Textilmechanische Eigenschaften der Präkursorfasern.....	78
4.4.4 Morphologie der hergestellten Präkursorfasern.....	84
4.4.5 Strukturuntersuchungen an den hergestellten Präkursorfasern.....	89
4.5 Herstellung und Charakterisierung von Cellulose-basierten Carbonfasern	95
4.5.1 Thermogravimetrie.....	95
4.5.2 Diskontinuierliche und kontinuierliche Carbonisierungsversuche	106
4.5.3 Textilmechanische Eigenschaften der Carbonfasern	112
4.5.4 Morphologie der Carbonfasern.....	117
4.5.5 Strukturuntersuchungen an Cellulose-basierten Carbonfasern	122
4.6 Vergleich der Präkursorfasern und der resultierenden CF	140
5 Zusammenfassung	143
6 Summary	149

7	Experimentalteil	153
7.1	Materialien	153
7.2	Analytische Methoden	153
7.2.1	Veraschung	153
7.2.2	Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma	153
7.2.3	Viskosimetrie	154
7.2.4	Gelpermeationschromatographie	156
7.2.5	Elementaranalyse	156
7.2.6	Bestimmung des Substitutionsgrads	156
7.2.7	Kernresonanz-Spektroskopie	157
7.2.8	Infrarot-Spektroskopie	158
7.2.9	Thermogravimetrische Analyse	158
7.2.10	Röntgenweitwinkelmessungen	158
7.2.11	Doppelbrechung	160
7.2.12	Raman-Spektroskopie	160
7.2.13	Rasterelektronenmikroskopie	161
7.2.14	Rheologie	161
7.2.15	Textilmechanische Prüfung	161
7.2.16	Dichtebestimmung	162
7.3	Synthese von Cellulosederivaten	162
7.3.1	Celluloseosylat	162
7.3.2	Benzylcellulose	163
7.3.3	Cellulosebenzoat	164
7.4	Lösungsherstellung, Regeneration von Cellulose, Präkursorfaserherstellung	164
7.4.1	Lösen von Cellulose in ionischen Flüssigkeiten	164
7.4.2	Regeneration der Cellulose(derivate) aus den IL-Lösungen als Filme	166
7.4.3	Spinnversuche	166
7.4.4	Synthese von Ammoniumtosylat	166
7.4.5	Ausrüsten von Fasern	167
7.5	Stabilisierungs- und Carbonisierungsversuche	167
8	Literaturverzeichnis	169
9	Anhang	177

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
Δ	chemische Verschiebung
E	Bruchdehnung
η_0	Nullscherviskosität
$ \eta^* $	Betrag der komplexen Viskosität
Λ	Wellenlänge
$\nu_{s,as}$	symmetrische, asymmetrische Valenzschwingung
P	Dichte
Σ	Zugfestigkeit
Δm	Massenverlust
$d(hkl)$	Schichtebenenabstand
f_c	Hermans Orientierungsfaktor
f_{tot}	Gesamtorientierung
nd	initalfeucht, <i>never dried</i>
p -TosOH	p -Toluolsulfonsäure
T	Zeit
$t(hkl)$	Kristallitdimension
[EMIM][Ac]	1-Ethyl-3-methylimidazoliumacetat
[EMIM][DEP]	1-Ethyl-3-methylimidazoliumdiethylphosphat
[EMIM][Oct]	1-Ethyl-3-methylimidazoliumoctanoat
[MMIM][MMP]	1,3-Dimethylimidazoliummonomethylhydrogenphosphonat
ADHP	Ammoniumdihydrogenphosphat
AGU	Anhydroglucoseeinheit, <i>anhydroglucose unit</i>
ATS	Ammoniumtosylat-Lösung
CB	Cellulosebenzoat
CF	Carbonfaser
CP	Cellulosephosphonat
CT	Cellulosetosylat
CTP	Cellulosetosylat/-phosphat
DMAc	Dimethylacetamid
DMSO	Dimethylsulfoxid
DMSO- d_6	DMSO, deuteriert
DP	Polymerisationsgrad, <i>degree of polymerization</i>
DR	Verstreckverhältnis, <i>draw ratio</i>
DS	Substitutionsgrad, <i>degree of substitution</i>
DTG	Differenzierte TGA-Kurve
EA	Elementaranalyse
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie, <i>energy dispersive X-ray spectroscopy</i>
EWN	Eisen(III)-Weinsäure-Natrium-Komplex (in alkalischer Lösung)
FSM	Flammschutzmittel

FT	Fouriertransformation
G'	Speichermodul
G''	Verlustmodul
GC	Gaschromatographie
GPC	Gelpermeationschromatographie
ICP-OES	optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma
I_D/I_G	Intensitätsverhältnis von <i>D</i> - und <i>G</i> -Bande
IL	ionische Flüssigkeit, <i>ionic liquid</i>
IR	Infrarot-Spektroskopie
L_{all}	Kristallitlänge parallel zur Faserachse
$L_{\text{a}\perp}$	Kristallitlänge senkrecht zur Faserachse
Linters	Baumwoll-Linters (Buckeye Technology Inc.)
LVE	lineare Viskoelastizität
MAS	Rotation um den magischen Winkel, <i>magic angle spinning</i>
MCC	mikrokristalline Cellulose
\bar{M}_n	zahlenmittleres Molekulargewicht
\bar{M}_w	gewichtsmittleres Molekulargewicht
N_c	Anzahl der Schichten pro Kristallit
NMMO	<i>N</i> -Methylmorpholin- <i>N</i> -oxid
NMR	Kernresonanzspektroskopie, <i>nuclear magnetic resonance</i>
<i>P.O.</i>	Vorzugsorientierung, <i>preferred orientation</i>
PAN	Polyacrylnitril
PDI	Polydispersitätsindex
RC	Reifencord
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RT	Raumtemperatur
Sappi	Eukalyptus-Sulfitzellstoff (Sappi Inc.)
SAXS	Röntgenkleinwinkelstreuung, <i>small angle X-ray scattering</i>
<i>T</i>	Temperatur
T300	kommerzielle, PAN-basierte CF (Toray Inc.)
TBAF	Tetrabutylammoniumfluorid
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TGA	thermogravimetrische Analyse
WAXS	Röntgenweitwinkelmessungen, <i>wide angle X-ray scattering</i>
WFE	Dünnschichtverdampfer, <i>wiped film evaporator</i>
X_c	Kristallinitätsgrad
XPS	Röntgenphotoelektronenspektroskopie, <i>X-ray photoelectron spectroscopy</i>
XRD	Röntgenbeugung, <i>X-ray diffraction</i>