

1 Einleitung und Zielsetzung

Im Zuge der Industrialisierung wurden viele Materialien auf Basis von fossilen Ressourcen wie Erdöl entwickelt. Jedoch steht die Endlichkeit solcher Ressourcen im Widerspruch zu einem stetigen Wirtschaftswachstum. Wobei nicht das Wachstum *per se* problematisch ist, sondern ein Wachstum, das nur auf dem Einsatz endlicher, fossiler Rohstoffen basiert.^[1] Beispielhaft hierfür steht die Faser- und Textilindustrie, die von günstigen, erdölbasierten Polyesterfasern dominiert wird.^[2] Fasern auf Basis nachwachsender Rohstoffe spielen bisher eher eine untergeordnete Rolle. Zwar wird ein Großteil des Textilmarktes von Baumwoll-basierten Textilien bedient, allerdings übersteigt die Nachfrage längst die Herstellungskapazität.^[3] Der hierdurch entstehende *cellulose gap* könnte durch eine Nutzung anderer cellulosehaltiger Rohstoffe, wie beispielsweise Holz, geschlossen werden. Aufgrund ihrer chemisch-physikalischen Eigenschaften ist Cellulose nicht schmelzbar und nur schwer zu lösen. Daher wird seit Beginn des 20. Jahrhunderts für die Herstellung von Cellulosefasern bis heute hauptsächlich auf den Viskoseprozess zurückgegriffen. Bei diesem Prozess wird Cellulose durch den Einsatz der umweltbedenklichen Chemikalie Schwefelkohlenstoff chemisch modifiziert und über einen Nassspinnprozess zu Fasern verarbeitet. Gegenüber anderen Cellulose-Spinnverfahren hat das Viskoseverfahren bisher jedoch deutliche Vorteile. Diese liegen in der Flexibilität des Prozesses wodurch sowohl Fasern für technische als auch textile Anwendungen hergestellt werden können.^[4] Spinnverfahren, die auf dem Einsatz von Direktlösemitteln wie z.B. ionische Flüssigkeiten (IL) beruhen, weisen diese Bandbreite an Fasereigenschaften bisher noch nicht auf. Da ILEN eine Reihe interessanter Eigenschaften haben, unter anderem ein hohes Lösungsvermögen gegenüber Cellulose, besitzen solche Systeme ein großes Potential für die Herstellung von Cellulosefasern für vielfältige Anwendungen. Eine dieser Anwendungen ist die Verwendung von Cellulosefasern als Carbonfaser (CF) Präkursor. Hochleistungsfasern wie CFn gewinnen aufgrund ihrer hohen Festigkeiten und Steifigkeiten zunehmend an Bedeutung, da sich durch ihr geringes Eigengewicht sowohl für den Energie- als auch den Rohstoffverbrauch ein großes Einsparungspotential ergibt. Aber auch hier nimmt neben den technisch-ökonomischen Aspekten zunehmend auch der ökologische Gedanke eine wichtigere Rolle ein. Hierdurch steigt das Interesse CFn und CF-verstärkte Materialien kostengünstiger und nachhaltiger herzustellen. Über 95 %

der CFn basieren auf Poly(acrylnitril) (PAN).^[5] PAN wird aus Erdöl gewonnen, was sich negativ auf die Kosten der CF-Materialien auswirkt, da über 50 % der CF-Herstellungskosten bei der Herstellung der PAN-Präkursoren anfallen. Bei der Herstellung von PAN-basierten CFn entstehen außerdem erhebliche Mengen an toxischen Pyrolysegasen, die kostenintensiv aufgearbeitet werden müssen.^[6] Als preiswerte und gleichzeitig umweltfreundlichere Alternative werden holzbasierte Fasern intensiv erforscht.^[7-11] Cellulosefasern aus dem IL-Spinnprozess sind aufgrund ihrer strukturellen Eigenschaften interessante Präkursormaterialien. Generell wird davon ausgegangen, dass sich eine hohe Kristallinität, eine hohe Orientierung und eine homogene Struktur der Fasern positiv auf die CF-Eigenschaften auswirken.^[6, 12, 13] Cellulosefasern aus IL-basierten Spinnprozessen zeichnen sich in der Regel durch ihre homogene und defektfreie Struktur aus und sind somit interessante Präkursoren für CFn. Bisherige Studien beziehen sich meist auf diskontinuierliche Prozesse und weisen eine geringe Carbonausbeute (< 30 %) auf.

Die Nutzung von fossilen Brennstoffen zur Energiegewinnung stellt uns alle vor große Probleme, die zusammengefasst unter dem Begriff Klimawandel das Leben auf der Erde in den letzten Jahren stark verändert haben und uns auch in Zukunft alle betreffen werden. Um die Folgen möglichst zu minimieren kann die endgültige Lösung nur der Verzicht auf fossile Brennstoffe sein. Dazu müsste in absehbarer Zukunft das Energieversorgungssystem vollständig auf emissionsfreie Energieerzeugung umgestellt werden. Diese Umstellung könnte allerdings Jahrzehnte dauern. Es ist bereits heute bekannt, dass die Konzentration an Treibhausgasen in der Atmosphäre, allen voran CO₂, zu reduzieren ist, bis die Umstellung auf emissionsfreie Energieerzeugung vollzogen ist. Zur Abtrennung von Kohlendioxid aus der Luft stehen verschiedene Technologien zu Verfügung und auch die Nutzung bzw. Lagerung des gewonnen CO₂ ist ein weites Forschungsfeld. Cellulose selber besitzt einen negativen CO₂-Fußabdruck und ist daher für die Herstellung von CO₂-Absorbermaterialien ein interessantes Ausgangsmaterial.

Ziel dieser Arbeit war die Herstellung neuer Fasermaterialien auf Basis von Cellulose. Im ersten Teil der Doktorarbeit wurde unter Einsatz einer ionischen Flüssigkeit (IL) Cellulose gelöst und über einen Trocken-Nassspinnprozess zu Fasern versponnen. Es standen zwei Holzzellstoffe aus nachhaltiger Forstwirtschaft (*Forest Stewardship Council*, FSC 100 %) zur Auswahl, die bezüglich ihrer Eigenschaften und Qualität charakterisiert wurden. Über den Abbau der Molmasse *via* Elektronen-bestrahlung sollten diese für das Lösen in der IL und die anschließende Faserherstellung optimiert werden. Die Beurteilung der Spinnbarkeit erfolgte über rheologische Messungen der Cellulose/IL-Lösungen. Über den Trocken-Nassspinnprozess sollten sowohl Fasern für den textilen als auch den technischen Einsatz entwickelt werden. Für die verschiedenen Einsatzgebiete waren unterschiedliche Fasereigenschaften notwendig (Zugfestigkeit, E-Modul, Bruchdehnung, Wasserrückhaltevermögen, Fibrillierneigung). Die mechanischen Eigenschaften sollten mit den strukturellen Kenndaten (Orientierung, Kristallinität) korreliert werden. Zur Fasercharakterisierung wurden neben der Messung der textilmechanischen Eigenschaften die Struktur unter anderem mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Röntgenweitwinkelmessungen (WAXS) durchgeführt.

Im zweiten Teil der Arbeit sollten Untersuchungen zur Herstellung von Cellulose-basierten Carbonfasern durchgeführt werden. Neben Präkursoren aus dem IL-Spinnprozess wurden kommerzielle technische Cellulosefasern eingesetzt. Die Stabilisierung der Cellulosefasern sollte über einen neuen Niederdruck-Prozess erfolgen. Struktur und Eigenschaften der stabilisierten Fasern wurden über die Elementaranalyse, IR-Spektroskopie, WAXS-Messungen und REM analysiert. Der Einfluss der Stabilisierungsbedingungen auf die Carbonisierung von Cellulosefasern sollte in weiteren Versuchen untersucht werden.

Im dritten Teil der Arbeit wurden Cellulose-basierte CO₂-Absorbermaterialien entwickelt. Hierzu wurden sowohl Cellulosederivatfasern als auch kommerzielle Cellulosefasern mit einem verzweigtem Poly(ethylenimin) (bPEI) funktionalisiert.

2 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde Cellulose als Ausgangsmaterial für Fasermaterialien eingesetzt. Neben Cellulosefasern, die für textile oder technische Anwendungen einsetzbar sind, wurden Cellulose-basierte Carbonfasern entwickelt. Des Weiteren konnten Cellulose-basierte CO₂-Absorber entwickelt werden. Im Folgenden werden die Methoden und die wesentlichen Ergebnisse der Teilabschnitte dargestellt.

Methodik

Die textilmechanischen Eigenschaftsprofile von Cellulosefasern stehen in engem Zusammenhang mit ihren strukturellen Eigenschaften. Aber auch weitere Fasereigenschaften wie das Wasserrückhaltevermögen werden direkt von der Faserstruktur beeinflusst. Der Spinnprozess hat einen signifikanten Einfluss auf die Fasereigenschaften. In der vorliegenden Arbeit erfolgte zunächst eine Vorbehandlung von zwei Zellstoffen, die als Ausgangsmaterial für die Faserherstellung verwendet wurden. Bei beiden Zellstoffen handelte es sich um Holzzellstoffe. Die Reinheit (metallische Verunreinigungen, Cellulosegehalt) und die Beschaffenheit (Molmassenverteilung, Polymerisationsgrad, Faserlänge) der Zellstoffe wurden überprüft. Vor der Herstellung der Spinnlösungen wurde der durchschnittliche Polymerisationsgrad der Cellulosematerialien über die abfallfreie Methode der Elektronenbestrahlung reduziert. Als Lösungsmittel für die Cellulose bei der Faserherstellung wurde die ionische Flüssigkeit (IL) 1-Ethyl-3-methylimidazoliumoctanoat ([C₂C₁im][O₂C₈]) verwendet. Die Spinnversuche erfolgten an einer Pilotspinnanlage über einen Trocken-Nassspinnprozess. Die Herstellung der Cellulose-basierten Carbonfasern erfolgte über einen zweistufigen Prozess. Als Präkursoren wurden sowohl kommerzielle als auch selbst gesponnene Cellulosefasern verwendet. Die Carbonausbeute wurde durch den Einsatz eines Schwefel-basierten Carbonisierungsadditivs (Ammoniumtosylat) erhöht. Die Stabilisierungs- und die Carbonisierungsversuche erfolgten unter kontinuierlichen Bedingungen im Pilotmaßstab. Zur Stabilisierung wurde ein Niederdruckofen verwendet. Für die Charakterisierung der textilmechanischen Eigenschaften wurden Einzelfasermessungen durchgeführt. Begleitende Untersuchungen, die zur Aufklärung der Struktur und der Morphologie beitrugen, erfolgten u.a. durch mikroskopische und

spektroskopische Analysemethoden. Sowohl für die Cellulosefasern als auch die stabilisierten Fasern und die Carbonfasern konnten zwischen den strukturellen und mechanischen Eigenschaften Abhängigkeiten festgestellt werden. Die Herstellung der CO₂-Absorbermaterialien erfolgte unter Verwendung von Cellulosefaser-Trägermaterialien und eines verzweigten Poly(ethylenimins) (*bPEI*). Die CO₂-Absorption der Materialien wurde anhand von thermogravimetrischen Analysemessungen (TGA) durchgeführt, wobei die CO₂ Absorption unter feuchten und trockenen Bedingungen bei 25 °C untersucht wurde.

Ergebnisse Cellulosefasern

1. Als Ausgangsmaterialien wurden ein *softwood* (SW-Zellstoff) und ein *hardwood* (HW- Zellstoff) Chemiezellstoff verwendet. Beide Ausgangszellstoffe zeigten eine hohe Reinheit. Der alpha-Cellulosegehalt (Bestimmt über den R-18 Wert) betrug bei beiden Zellstoffen >90 %. Metallische Verunreinigungen lagen im ppm Bereich. Vor der Bestrahlung war der durchschnittliche Polymerisationsgrad (DP) der Zellstoffe bzw. der Cellulose > 900. Für die Herstellung der Cellulose/[C₂C₁₁m][O₂C₈] Spinnlösungen waren solche hohen DP's nicht geeignet. Durch Elektronenbestrahlung konnten die DP's reduziert werden, wobei mit zunehmender Strahlendosis der DP-Wert abnahm. Messungen der Molmassenverteilungen zeigten, dass die Elektronenbestrahlung zur Reduktion der höhermolekularen Anteile führte. Als optimaler Bereich des DP's wurde 500-600 angesehen. Es zeigte sich, dass zu lange und zu dicke Zellstofffasern die Lösungsherstellung erschwerten, da sie zu einer geringeren Quellbarkeit dieser in der IL führten. Eine feineres Mahlen der Zellstoffe verbesserte die Quellbarkeit und die Lösungsherstellung. Nach der Vorbehandlung konnten aus beiden Cellulosematerialien 12 Gew.-% Spinnlösungen hergestellt werden.

2. Die Spinnlösungen wurden anhand von rheologischen Messungen charakterisiert. Über Frequenzmessungen bei verschiedenen Temperaturen (20-110 °C) konnten mittels einer Frequenz-Temperatur-Verschiebung rheologische Masterkurven erstellt werden. Unabhängig von der eingesetzten Cellulose wiesen alle Spinnlösungen ein strukturviskoses Fließverhalten auf. Bei Temperaturen unterhalb von 55 °C war ein Gel-Charakter zu beobachten, weshalb Spinnversuche in diesem Temperaturbereich nicht durchgeführt wurden. Oberhalb von 55 °C konnten Spinnversuche erfolgreich durchgeführt werden.

3. Vergleichende Spinnversuche mit Spinnlösungen aus beiden Zellstoffmaterialien (SW- und HW-Zellstoff) zeigten, dass beide Ausgangsmaterialien zur Herstellung von Cellulosefasern eingesetzt werden konnten. In den hergestellten Fasern wurden trotz relativ hoher Spinnengeschwindigkeiten (>20 m/min) keine Rückstände an IL gefunden. Zusätzlich wurde der Einfluss der IL im Koagulationsbad bis zu einer IL-Konzentration von 18 Gew.-% auf die Fasereigenschaften überprüft, wobei kein Zusammenhang zwischen IL-Gehalt und Fasereigenschaften festzustellen war. Das Aufkonzentrieren der IL im Koagulationsbad hatte den Vorteil, dass die Rückgewinnung des Lösungsmittels verbessert wurde, da weniger Wasser abgetrennt werden musste.

4. Bei Spinnversuchen, die auf hohe Faserfestigkeiten abzielten, wurden Fasern mit einer maximalen Zugfestigkeit von 45 cN/tex und einem maximalen E-Modul von 2250 cN/tex erreicht. Die hohe Festigkeit war vergleichbar mit den Festigkeitswerten von kommerziellen Cellulose-Reifencordfasern. Die vergleichbar hohe Steifigkeit der Fasern, die sich in einem hohen E-Modul und einer geringen Bruchdehnung von 6-8 % zeigte, ließ sich auf die hohe Gesamtorientierung (\bar{f}_t) entlang der Faserachse und die hohen Kristallinitäten >70 % zurückführen. Weitere Fasereigenschaften, wie eine hohe Fibrillierneigung und ein geringes Wasserrückhaltevermögen, wurden auf die supermolekulare Struktur der Fasern zurückgeführt.

5. Durch die weitere Reduktion des DP_n auf ca. 450 konnten Spinnlösungen mit einer Cellulosekonzentration von 16 Gew.-% hergestellt werden. Aufgrund des zunehmenden Gel-Charakters der Lösung wurde die Spinn temperatur auf 100 °C angepasst. Durch die hohe Cellulosekonzentration war es möglich, die maximale Verstreckung während der Spinnversuche zu erhöhen. Hierdurch konnten Cellulosefasern mit einem Faserdurchmesser von 6 μm (0.47 dtex) hergestellt werden. Solche Fasern werden zu den Mikrofasern gezählt und eignen sich sowohl für technische als auch für textile Anwendungen. Bedingt durch die hohe Verstreckung zeigten die Fasern eine relativ hohe Festigkeit (35 cN/tex) und eine hohe Steifigkeit (E-Modul 1600 cN/tex bzw. Bruchdehnung von ca. 6 %). Die hohe Verstreckung spiegelte sich auch in der übermolekularen Struktur und in der ausgeprägten Fibrillierneigung wider. Der geringe Faserdurchmesser wirkte sich jedoch positiv auf das Wasserrückhaltevermögen (WRV) aus. So stieg das WRV durch die Reduktion des Faserdurchmessers um ca. 20 % im Vergleich zu Fasern, die ähnliche strukturelle Kenndaten und höherer Durchmesser aufwiesen.

6. Für textile Anwendungen war es wichtig, dass die Fasern eine hohe Dehnbarkeit, eine geringe Fibrillierneigung und ein hohes WRV aufzeigten. Durch Anpassung der Spinnbedingungen wurden Cellulosefasern mit einer erhöhten Bruchdehnung von 11 % erhalten. Hierdurch bedingt zeigte dieser Fasertyp eine geringere Kristallinität und eine geringere Orientierungen, aber auch ein erhöhtes WRV (110 %) und eine geringe Fibrillierneigung.

Ergebnisse Cellulose-basierte Carbonfasern

1. Als Ausgangsmaterialien wurden kommerzielle Reifencordfasern (RC-P) und trocken-nass gesponnene Cellulosefasern (HC-P) eingesetzt. Strukturell zeigten die selbst gesponnen HC-P Fasern eine höhere Orientierung und eine höhere Kristallinität, die sich in dem höheren E-Modul und in der Fibrillierneigung dieser Fasern widerspiegelte. Bei der Ausrüstung mit ATS konnte keine Beschädigung der Fasern durch die Fibrillierung beobachtet werden. Für beide Fasertypen konnte eine homogene Ausrüstung mit ATS erreicht werden. Über TGA erfolgte die Bestimmung der Carbonausbeute und über Elementaranalyse (EA) wurde die ATS-Ausrüstung quantifiziert. Verglichen mit reinen Cellulosefasern zeigten beide ATS ausgerüsteten Fasern eine erhöhte C-Ausbeute von 35-37 %.

2. Stabilisierungsversuche unter kontinuierlichen Bedingungen wurden in Abhängigkeit der Temperatur durchgeführt. Für die Versuche wurden vier maximale Prozesstemperaturen (150, 190, 210 und 240 °C) gewählt. Bei 150 °C wurde hauptsächlich eine Desorption von physisorbiertem Wasser beobachtet. Ab einer Prozessendtemperatur von 190 °C konnten über IR-Spektroskopie, WAXS-Messungen und Elementaranalyse sowohl die chemischen als auch die strukturellen Vorgänge analysiert werden. Dabei handelte es sich hauptsächlich um die Dehydratisierung der Cellulose. Bedingt durch den Verlust der Wasserstoffbrücken wurde auch eine Umwandlung der teilkristallinen Struktur hin zu einer amorphen Faserstruktur beobachtet. Aufgrund der höheren Kristallinität der HC-P Fasern im Vergleich zu den RC-P Fasern schien die Umwandlung erst bei einer höheren Temperatur (240 °C) einzusetzen. Einhergehend mit der Strukturumwandlung änderten sich auch die mechanischen Eigenschaften der Fasern. Nach der Stabilisierung zeigten die Fasern geringere Festigkeiten und E-Moduln, aber eine erhöhte Bruchdehnung. Bei gleichen Stabilisierungsbedingungen unterschieden

sich die stabilisierten RC-P und HC-P Fasern in der Bruchdehnung, die für RC-P mit 34 % dreimal größer war als die der stabilisierten HC-P Fasern mit 11 %. Auch änderte sich das Brennverhalten der stabilisierten Fasern gegenüber ihrer Ausgangsfasern. So wurde nach der Stabilisierung mit der Endtemperatur von 240 °C ein erhöhter *Limiting Oxygen Index* (LOI) von 30 gemessen. Die erhöhte Flammbeständigkeit wurde als positiv im Hinblick auf die Beständigkeit gegenüber der Carbonisierungstemperatur gesehen. Der Einfluss der Stabilisierungsprozesszeit (15, 30, 60 min) auf die Eigenschaften der der CFn wurde anhand der Reifencordfasern durchgeführt.

3. In Abhängigkeit der Stabilisierungszeit der RC-P Fasern wurden unterschiedliche Carbonfasereigenschaften erzielt. Bei einer Carbonisierungsendtemperatur von 1400 °C wurde die höchste Zugfestigkeit (2.8 GPa) und der höchste E-Modul (100 GPa) der RC-P basierten CFn erreicht. Die Stabilisierung erfolgte bei einer maximalen Temperatur von 240 °C innerhalb von 60 min. Gleichzeitig wiesen die CFn eine hohe Bruchdehnung von 2.6 % auf. Bei Carbonisierungsversuchen von HC-P bei 1400 °C wurden CFn mit geringerer Festigkeit (1.8 GPa) und Bruchdehnung (1.6 %) erzielt. Jedoch wurden hierbei Carbonfasern mit einem höheren E-Modul (112 GPa) hergestellt. Die Erhöhung der Carbonisierungsendtemperatur auf 1800 °C führte zum Anstieg der Graphitisierung und zur Abnahme von Defekten in den Carbonfasern. Bei Untersuchungen zur übermolekularen Struktur u.a. *via* WAXS und Raman-Spektroskopie war für alle Cellulose-basierten Carbonfasern eine homogene, turbostratische Kohlenstoffstruktur festzustellen.

Ergebnisse Cellulose-basierten CO₂-Absorbermaterialien

1. Die Cellulosederivate Celluloseosylat und Cellulosecarbamat wurden synthetisiert und über Nassspinnen zu Blendfasern verarbeitet. Die Blendfasern sowie ein Viskose-Vlies wurden mit bPEI modifiziert. Die Imprägnierung der Trägermaterialien wurde durch Elementaranalyse und IR-spektroskopie bestätigt.

2. Die Bindung von CO₂ wurde unter trockenen und feuchten Bedingungen untersucht. Die Sorptionskapazitäten waren unter nassen Absorptionsbedingungen wesentlich höher. Die Stabilität des PEI-Vliesstoffs wurde unter feuchten Bedingungen für 14 aufeinanderfolgende Absorptions-Desorptions-Zyklen getestet. Das Material zeigte über alle Zyklen hinweg eine stabile CO₂-Absorptionsfähigkeit. Mit fortschreitender Versuchsdauer verringerte sich die Absorptionsrate.

3 Summary

In the present work, cellulose was used as a precursor for fiber materials. In addition to cellulose fibers, which can be used for textile or technical applications, cellulose-based carbon fibers (CFs) and CO₂-absorber materials were developed. The methods and main results of the subsections are outlined below.

Methods

The textile-mechanical property profiles of cellulosic fibers are influenced by their structure. However, other fiber properties such as water retention are also directly influenced by the fiber structure. The overall fiber properties can primarily be influenced by adjusting the spinning process. In the present work, two dissolving wood pulps were used as starting materials for fiber development. Both pulps were analyzed to determine their properties such as purity, molecular weight distribution and fiber length. Prior to the preparation of the spinning solutions, the average degree of polymerization (DP) of the cellulosic materials was reduced *via* electron-beam irradiation (EBI). The ionic liquid (IL) 1-ethyl-3-methylimidazolium octanoate ([C₂C₁im][O₂C₈]) was used as spinning solvent. Filament spinning was carried out on a pilot spinning system *via* a dry-wet spinning process. The cellulose-based CFs were produced in a two-stage process. A commercial as well as a dry-wet spun cellulosic fiber were used as precursor materials. Carbon yields were increased by using a sulfur-based carbonization additive, i.e. ammonium tosylate (ATS). Both stabilization and carbonization experiments were carried out under continuous pilot-scaled conditions. A low-pressure furnace was used for stabilization. Fiber materials were characterized by mechanical testing and by studying the supramolecular structure using microscopic and spectroscopic techniques. CO₂ absorbent materials were based on cellulose fiber supporting materials and a CO₂ absorbing branched poly(ethyleneimine) (*b*PEI). CO₂ absorption capacity was measured by thermogravimetric analysis (TGA) and absorption capacities were investigated under wet and dry conditions at 25 °C.

Results cellulosic fibers

1. A softwood (SW) and a hardwood (HW) dissolving pulp were used as starting materials. Both pulps showed high purity, the alpha cellulose content (determined by the R-18 value) was > 90 %. Metallic impurities were in the ppm level. The average degree of polymerization (DP) of the cellulose materials was > 900. Such high DPs were not suitable for the preparation of the cellulose/[C₂C₁im][O₂C₈] spinning solutions. The reduction of DPs was carried out *via* electron beam irradiation (EBI). DP-values decreased with increasing radiation dose. The molecular weight distributions indicated that the EBI primarily reduced the higher molecular chains. For spinning an optimal DP range was considered to be between 500 and 600. It was also discovered that long and thick pulp fibers had a negative effect on the solution preparation. Fine milling improved the swellability of the pulps and solution preparation. After pretreatment, 12 wt.-% spinning solutions could be prepared with both pulps.

2. The spinning solutions were characterized by rheological frequency measurements in the temperature range of 20-110 °C. Rheological master curves were generated using frequency-temperature shift. All spinning solutions showed a structurally viscous flow behavior. Above 55 °C, spinning experiments proved to be successful.

3. Comparative spinning experiments showed that both pulp materials could be used for the production of high tenacity cellulosic fibers. No residual IL was found within the fibers produced despite relatively high spinning speeds (>20 m/min). In addition, no correlation between the IL concentration (up to 18 wt.-%) within the coagulation bath and the fiber properties were found. Increasing the IL concentration in the coagulation bath had advantages for the solvent recovery.

4. Technical Fibers: Resulting fibers with a maximum tensile strength of 45 cN/tex and a maximum Young's modulus of 2250 cN/tex were achieved. High strength was comparable to tenacity values of commercial cellulosic tire cord fibers. The high stiffness of these fibers was reflected by a high Young's modulus and low elongation at break (6-8 %), and by the high orientation and the high crystallinity of > 70 %. A high fibrillation tendency and a low water retention capacity of these fibers could also be attributed to the supramolecular structure.