

A microscopic view of cellulose microfibrils, showing a complex, interconnected network of fibers in shades of green and blue. The fibers are arranged in a somewhat regular, grid-like pattern, with some areas showing more dense packing than others.

# Cellulosische Mikrofaser-Vliese

Ingo Windschiegl, Martin Dauner, Frank Hermanutz, Götz T. Gresser

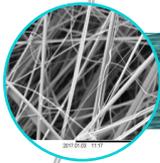
# Übersicht



**Motivation & Grundlagen**



**Verarbeitungsmethoden**



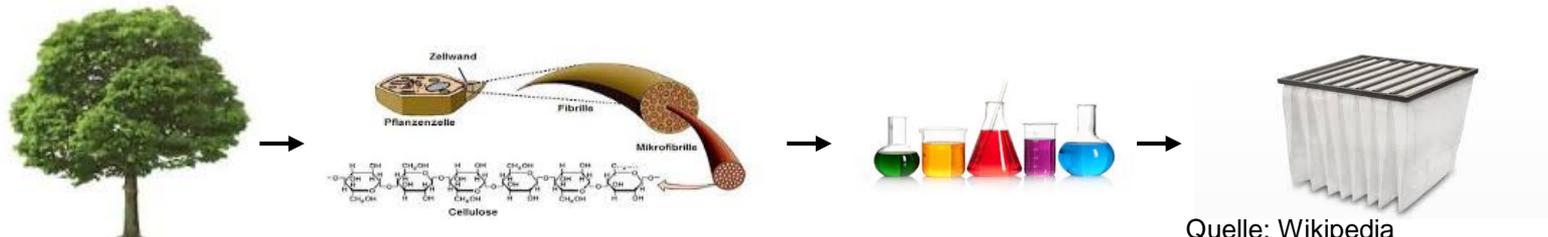
**Ergebnisse**



**Zusammenfassung**

# Motivation

- Cellulose
  - Höchste Bildungsrate von nachwachsenden Rohstoffen (ca. 1,5 Bio t/a): Holz, Baumwolle, Bastfasern
  - Vielfach als Filtermedium eingesetzt (Papier)
    - Verdrängung durch erdölbasierte, synthetische Polymere (Preis, Feinheit ( $\ll 10 \mu\text{m}$ ))
- In der Filtration werden zunehmend feinste Fasern ( $< 3 \mu\text{m}$ ) eingesetzt.
- Viskose hatte mit ihrer Fibrillierneigung eine Vorreiterrolle, kann jedoch mit den derzeitigen Feinheiten nicht mithalten.



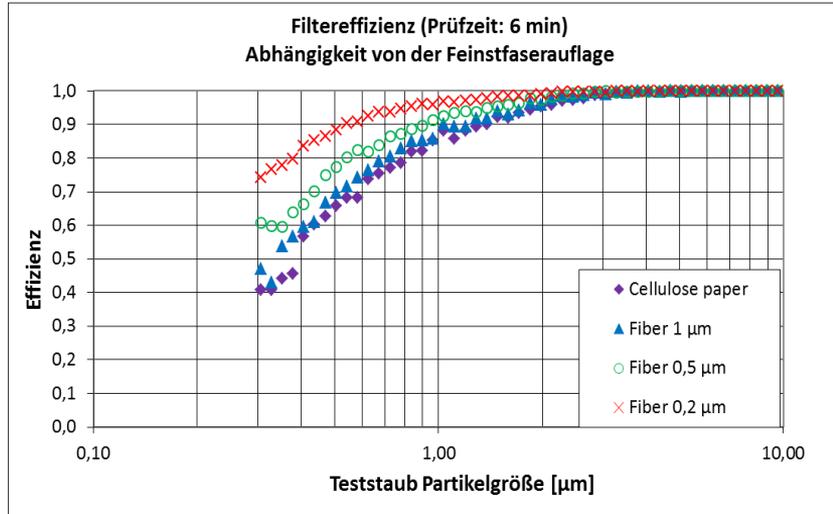
Quelle: Wikipedia

# Motivation

Palas Filterprüfstand

Prüfstaub: Sikron SF 600

Volumenstrom 5,8 m<sup>3</sup>/h



- Cellulosepapier beschichtet mit cellulosischen Feinstfasern
- Filtrationseffizienz = f (Faserdurchmesser)

## Marktpotenziale:

- Luftfiltration  
 (Cabin Air, Motoreinsaugluft;  
 Klimaanlage; Luftbefeuchter)
- Nassfiltration  
 (Kraftstoff-Filter, Ölnebelabscheidung)
- Membranartige Inlays in leichter  
 Kleidung
- Hygienebereich  
 (Sauglagen)
- Träger für Wirkstoffe  
 (Medizin, Hygiene, Wellness)

# Zielsetzung

## **Darstellung produktiver Verfahren zur Herstellung cellulosischer (Feinstfaser-)Vliese aus Cellulose-Lösungen, Cellulosederivat-Lösungen und -Schmelzen.**

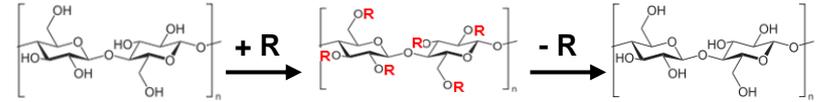
- Eigenständige Filtermedien oder in Kombination mit Cellulose-Papieren als biobasierte Lösungen für Filtration und Batterieseparatoren
- Faserdurchmesser  $< 5 \mu\text{m}$
- Spektrum steif und plissierfähig bis weich und tiefziehfähig

# Stand der Technik

- Herausforderungen bei der Celluloseverarbeitung:
  - Cellulose schmilzt nicht und ist in üblichen Lösungsmitteln nicht löslich
  - Großtechnische Verarbeitungswege sind kostenintensiv und oft Umwelt belastend
- Celluloseregeneratfasern sind die dominierenden biobasierten Chemiefasern
- Heutige technische Anwendungen von Fasern, Folien, Schwämme  
v.a. in der Filtration und Separation:
  - Filter, Reinigungstextilien, Biomembranen, Batterieseparatoren etc.

# Stand der Technik

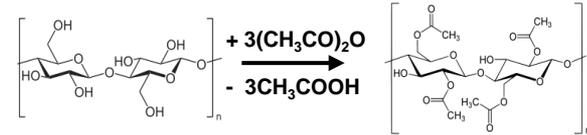
- Viskose Technologie (Carbamat Techn.)
- Lyocell (NMMO) Technologie
- Fasereigenschaften sind vergleichbar zu reiner Cellulose



- Celluloseether
- Celluloseester

- Bsp. Celluloseacetat

→ Amorphe, ungiftige Produkte (Pulver, Granulat)



- Eigenschaften bei Derivaten vollständig abhängig von Substituenten

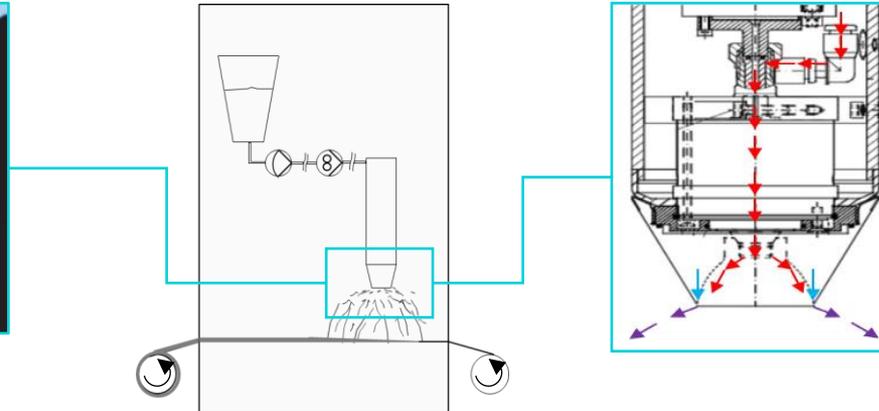
# Übersicht



# Verarbeitungsmethoden

## Zentrifugenspinnen

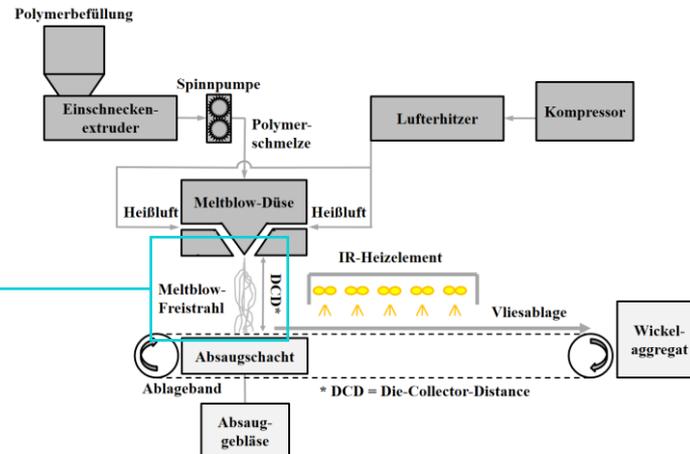
- Celluloseacetat + niedrigsiedendes Lösungsmittel
- Rotationszerstäubung bei gleichzeitigem Verdampfen des Lösemittels
- Ablage mit Hilfe von Luft und Hochspannung auf Trägermaterial



# Verarbeitungsmethoden

## Meltblow

- Schmelzspinnen von Celluloseacetat
- Faserbildung durch Luftverstreckung
- Direktablage auf untersaugtem Ablageband



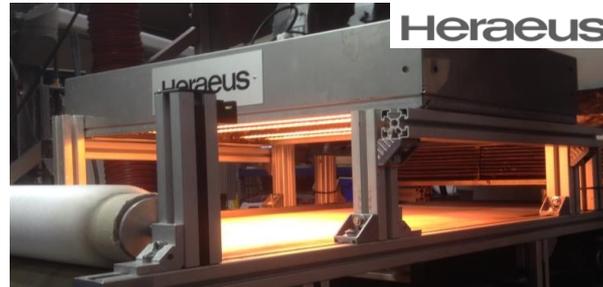
# Verarbeitungsmethoden

## Meltblow Nachbehandlung

- Verfestigung durch thermische Nacherhitzung notwendig
- Optionale Weiterverarbeitung mittel Wasserstrahlverfestigung



Meltblow



Verfestigung über Infrarot

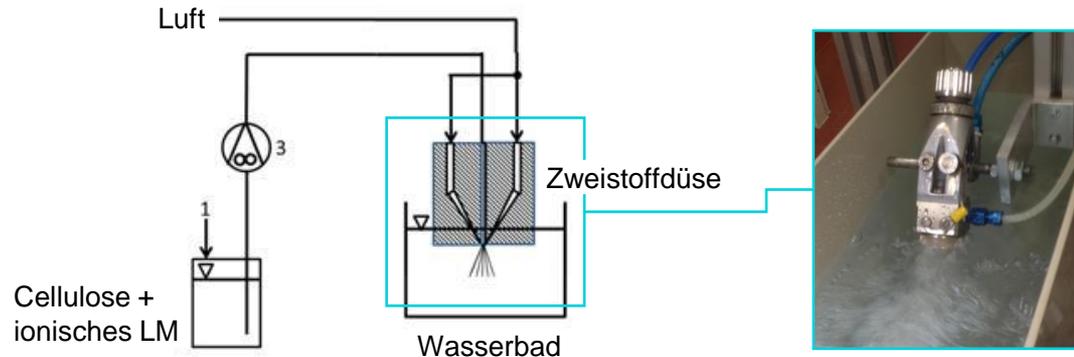


Wasserstrahl-  
verfestigung

# Verarbeitungsmethoden

## Solution Blow

- Cellulose + ionisches Lösungsmittel
- Faserbildung durch Luftverstreckung
- Ausfällung in Wasserbad
- Abfiltrieren + Auswaschen

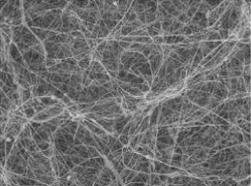
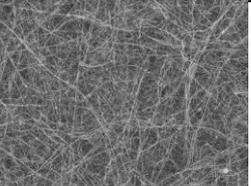
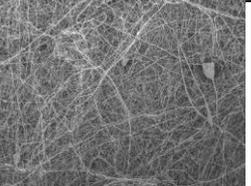
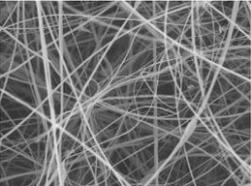
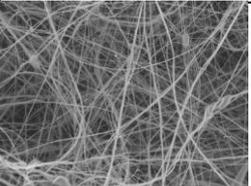
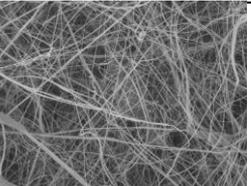
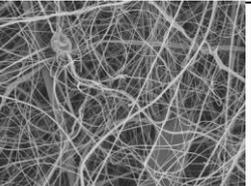


# Übersicht



# Ergebnisse Zentrifugenspinnen

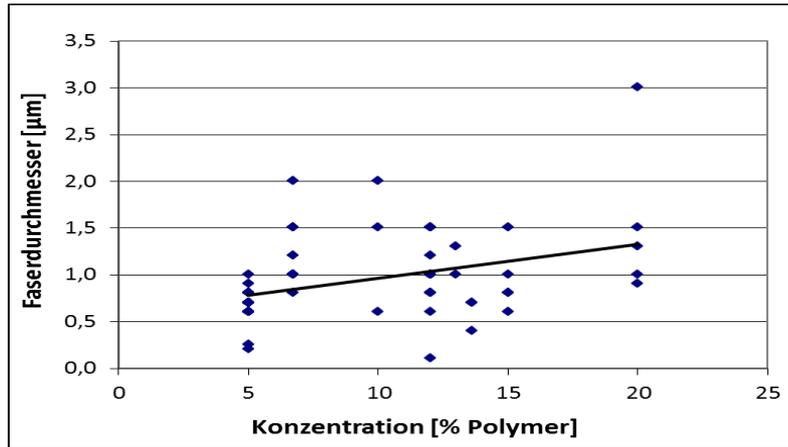
## Celluloseacetat aus der Lösung

Vliesnummer	CS 0107-01	CS 0091-03	CS 0086-03	CS 0084-01
Median des Faserdurchmessers [µm]	1,4	0,83	0,5	0,34
SEM (x100)				
SEM (X1.000)				

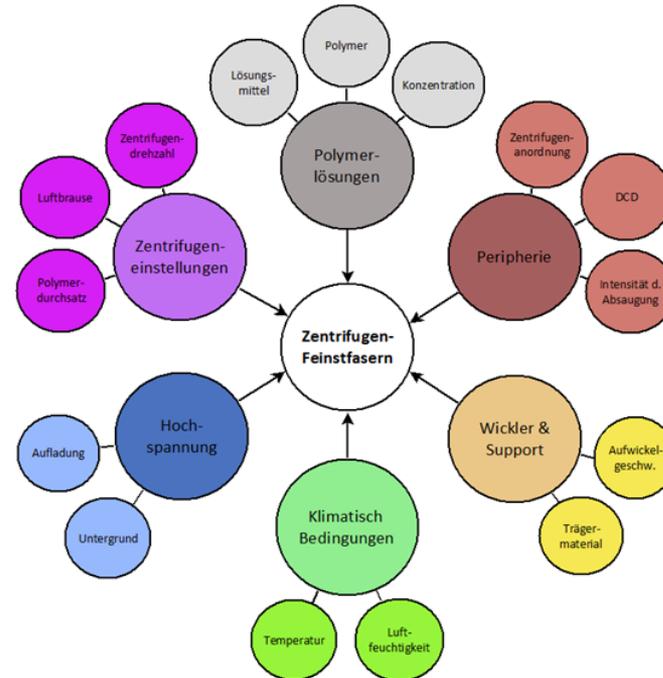
10% Celluloseacetat in Essigsäure:Aceton (2:1) + 1% PEO

# Ergebnisse Zentrifugenspinnen

## Celluloseacetat aus der Lösung

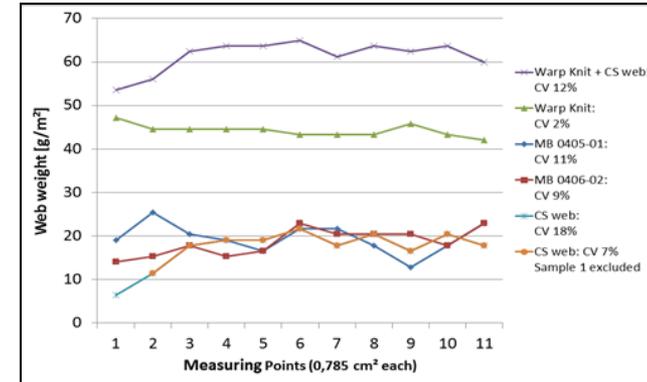
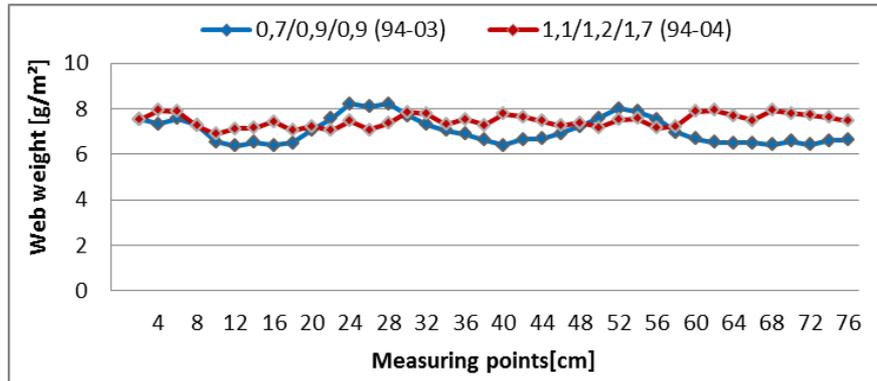


- **Abhängigkeit der Faserdurchmesser durch viele Parameter die in Wechselwirkung zueinander stehen**



# Ergebnisse Zentrifugenspinnen

## Celluloseacetat aus der Lösung

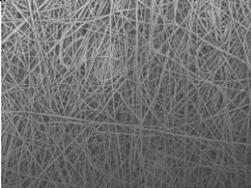
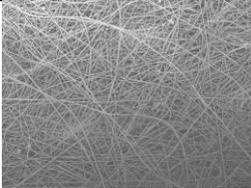
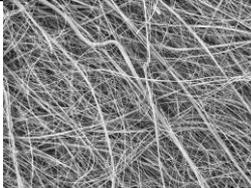
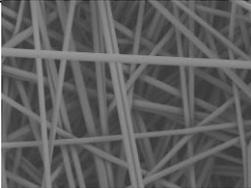
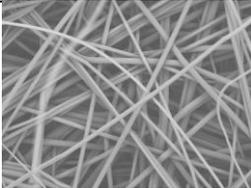
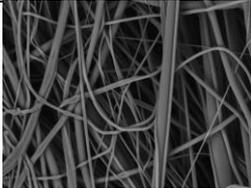
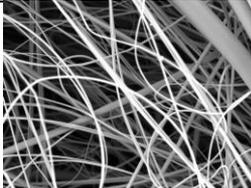


- **Homogenität der Vliesstoffe über Breite von 80 cm (Probendurchmesser: 1cm)**
- **Qualität entspricht einem Filterpapier (CV < 15 %)**

- **Darstellbarkeit für Flächengewichte bis 25 g/m²**

# Ergebnisse Meltblow

## Celluloseacetat aus der Schmelze

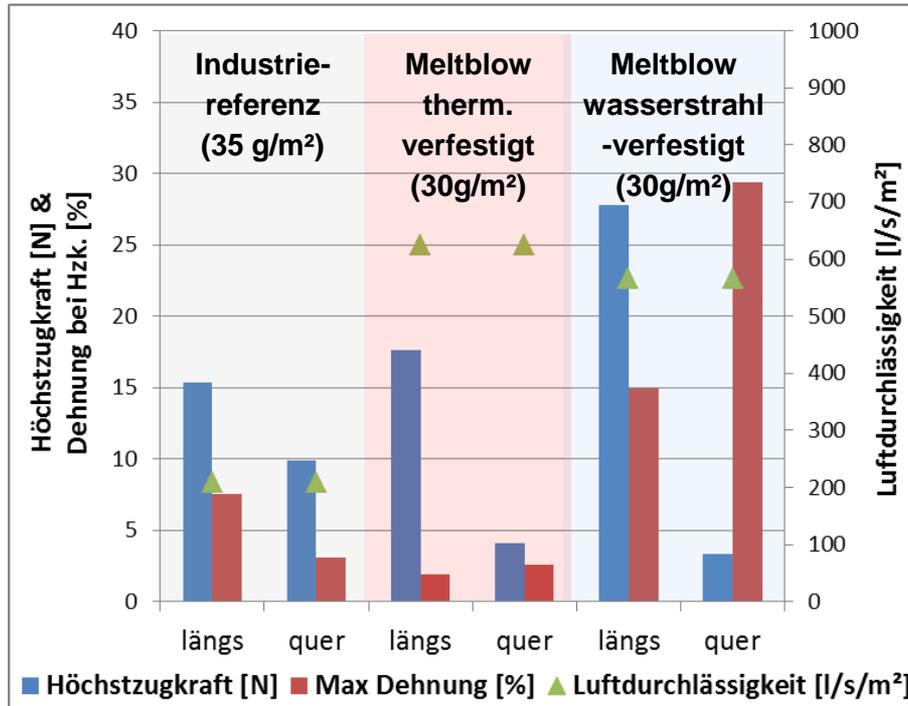
Vliesnummer	MB 0434-02	MB 0434-03	MB 0440-02	MB 0440-05a
Median d. Faserdurchmesser [µm]	4,3	2,75	2,25	1,49
SEM (x100)				
SEM (X1.000)				

Polymerdurchsatz reduziert

Luftdurchsatz erhöht

# Ergebnisse Meltblow

## Celluloseacetat aus der Schmelze



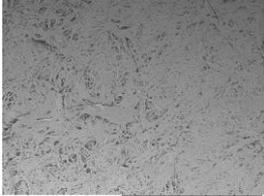
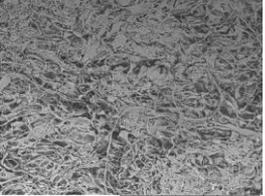
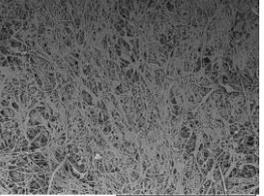
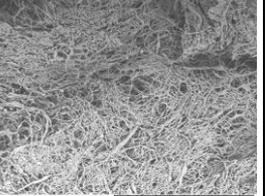
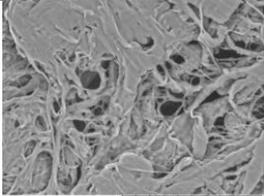
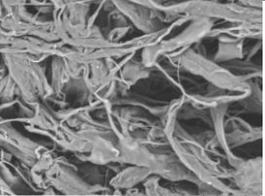
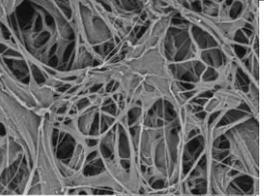
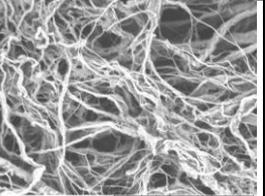
Höchstzugkraft & Dehnung:  
 nach DIN EN ISO 29073-3

Luftdurchlässigkeit:  
 nach DIN EN ISO 9237

- Festigkeit durch thermische Nachbehandlung
- Steigerung Hzk. & Dehnung durch Wasserstrahlverfestigung

# Ergebnisse Solutionblow

## Cellulose aus ionischem Lösungsmittel

Vliesnummer	CMV SB 02 P1	CMV SB 02 P2	CMV SB 02 P5	CMV SB 02 P4
Nachbehandlung	Ofentrocknung	Gefriertrocknung	Ethanol/Wasser + Lufttrocknung	Ethanol/Wasser + Ofentrocknung
SEM (x100)	 ITV-16-3583 2016.04.27 10:25 x100 1mm CMV 02 P1	 ITV-16-3570 2016.04.27 10:03 x100 1mm CMV 02 P2	 ITV-16-3771 2016.04.29 13:08 x100 1mm CMV 02 P5	 ITV-16-3767 2016.04.29 13:04 x100 1mm CMV 02 P4
SEM (X1.000)	 ITV-16-3586 2016.04.27 10:28 x1,0k 100um CMV 02 P1	 ITV-16-3572 2016.04.27 10:05 x1,0k 100um CMV 02 P2	 ITV-16-3773 2016.04.29 13:10 x1,0k 100um CMV 02 P5	 ITV-16-3769 2016.04.29 13:06 x1,0k 100um CMV 02 P4

Lösung: 2% SAPPI in EMIMAc

# Zusammenfassung

- Cellulose als nachwachsender Rohstoff zukunftsweisend
  
- Celluloseacetat im Zentrifugenspinnen (Lösung) verarbeitbar (Faserfeinheit  $> 0,3 \mu\text{m}$ )
- Celluloseacetat im Meltblow-Verfahren (Schmelze) zu Fasern  $< 1,5 \mu\text{m}$  verarbeitbar
- Produkteigenschaften vielversprechend
  
- Cellulose aus ionischer Lösung im Fällbad verarbeitbar zu Fasern  $< 3 \mu\text{m}$
- Aufbau eines Versuchsstandes zur kontinuierlichen Prozessfähigkeit
- Produkteigenschaften zu bewerten

DITF

DEUTSCHE INSTITUTE FÜR  
TEXTIL+ FASERFORSCHUNG

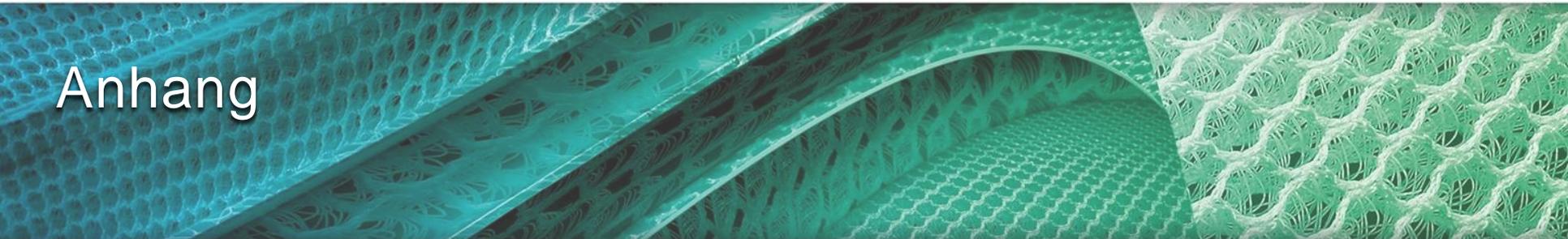
Cellulosische Mikrofaser-Vliese

**Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!**

Ingo Windschiegl ([ingo.windschiegl@ditf.de](mailto:ingo.windschiegl@ditf.de))

32. Hofer Vliesstofftage am 08./09. November 2017

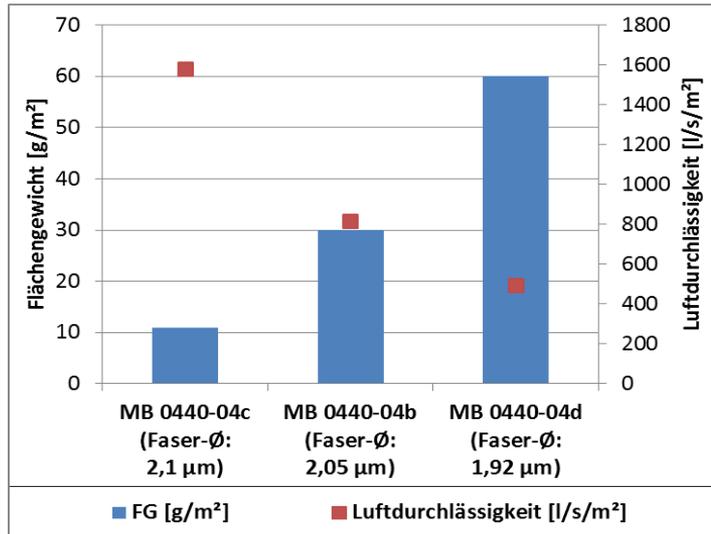




# Anhang

# Ergebnisse Meltblow

## Celluloseacetat aus der Schmelze



- Reziproke Proportionalität der Luftdurchlässigkeit vom Flächengewicht

- Abhängigkeit Luftdurchlässigkeit und Porengröße von Faserdurchmesser
- Faserfeinheit ↓ →  $S_D$ (Porengröße) ↓

