

LENZINGER BERICHTE

Inhaltsverzeichnis

(mit ausgewählten Vorträgen der 29. ICT-Dornbirn 1990)

	Seite
Elastan Kombinationsgarne - maßgeschneiderte Spezialitäten Dr. Erich Haug, Bayer AG, Dormagen (D)	5
Legislation on Textile Home Furnishing Mr. J. Menault, Bureau de Normalisation des Industries Textiles, Sainte Foy les Lyon (F)	10
PBI-Fibres for Heat Protective Clothing M.J. Slapak, Hoechst AG, Frankfurt/M. (D) T.G. Reed, R.F. Tetreault, Hoechst-Celanese Corp., Charlotte (USA)	18
Qualitätssicherungssysteme - Organisation, Aufbau, Komponenten Dipl.-Ing. H. Forstner, Lenzing AG, Lenzing (A)	23
Polyimidfasern für schwerentflammbare Konstruktionen Dipl.-Ing. Dr. K. Weinrotter, Lenzing AG, Lenzing (A)	30
Produkte aus aromatischen Polyimiden Dipl.-Ing. Dr. Sigrid Seidl, Dipl.-Ing. Dr. Weinrotter Lenzing AG, Lenzing (A)	33
Verstärkung von Hochleistungsstoffen mit P84-Polyimid Manfred Schobesberger, Lenzing AG, Lenzing (A)	36
Der Einfluß von feinen Modalfasern und entsprechenden Baumwollqualitäten auf die Garneigenschaften bei Ring- und Rotorverspinnung Ing. A. Greim, Ing. H. Leichtfried, Lenzing AG, Lenzing (A)	38
Der Einfluß des Fasertiters auf das Anfärbeverhalten Ing. Walter Schaumann, Ing. Gabriele Piribauer, Lenzing AG, Lenzing (A)	42
Alum Treatment of Bleach Plant Wastewaters (Poster) Dipl.-Ing. Dr. G. Meister, M. Wechsler, F. Holzapfel, Dr. Sixta, Lenzing AG, Lenzing (A)	48
Ursachen und Einflüsse der Organochlorbelastung von Sulfitzellstoffen Dr. H. Sixta, Dr. Th. Baldinger, Dr. G. Götzinger, J. Mayrhofer, R. Manetsgruber, B. Vorderderfler, L. Lindquist	53
Inserentenverzeichnis	59

Elastan Kombinationsgarne - maßgeschneider-te Spezialitäten

Dr. Erich Haug, BAYER AG, Dornnagen, Bundesrepublik Deutschland

Durch Elastane werden Textilien dehnbar und elastisch. Sie verleihen dadurch Artikeln bequeme Trageeigenschaften, gute Paßform und hohe Formbeständigkeit. Zur Realisierung dieser Verbraucherwünsche ist es bei der Herstellung bestimmter Stoffqualitäten von Vorteil, elastische Kombinationsgarne wie Umwindungs-, Umspinnungs- oder Verwirbelungsgarne einzusetzen.

Am Beispiel des Umwindungsgarnes werden die Vorteile und Möglichkeiten aufgezeigt. Es wird demonstriert, wie sich die Kraft-/Dehnungscharakteristika eines solchen Garnes „schneiden“ läßt und wie man dadurch den Stretcheffekt einer Webware beeinflussen kann. Aber auch Aspekte, wie Verarbeitbarkeit, Schönheit und Haltbarkeit sind Gründe, Kombinationsgarne zu verwenden.

Der Gesichtspunkt der Herstellkosten wird angesprochen. In einem Vergleich zwischen Umwindungs- und Verwirbelungsgarn wird gezeigt, daß unter der Voraussetzung gleicher Garnqualität die Kosten nach den unterschiedlichen Verfahren in vergleichbarer Größenordnung liegen.

The incorporation of elasthane makes textiles elastic and stretchy, The articles produced from this type of material have comfortable wear properties, high dimensional stability and a snug fit. These properties can be obtained for the end-user by using elastic combination yarns like for example core spun yarns or entangled yarns in certain fabric qualities.

Taking a core spun yarn as an example, the advantages and possibilities of the above are demonstrated. A demonstration is given of how the strength/elongation properties of this type of yarn can be tailored and how this can be used to influence the stretch effect of a woven fabric. However, Combination yarns can also be used for other reasons such as their durability, pleasing visual appearance and easy processing properties.

Manufacturing costs are also discussed. In a comparison between core spun yarns and entangled yarns we demonstrate that the costs incurred for both types of processes are comparable.

1. Einleitung

Stets war der Mensch bestrebt, nicht nur dehnbare, sondern vor allem ausreichend elastische Textilien herzustellen. Der Begriff „Elastizität“ im textilen Bereich ist nicht neu. Schon im 16. Jahrhundert sprach man von Elastizität als die gestrickten Seidenstrümpfe aufkamen, die als Neuheit zunächst die Beine von Adel und Klerus schmückten. Man kann nun nicht sagen, daß das die Anfänge der Stretch-Welle waren, denn sicherlich war darnals mit dem Begriff Elastizität mehr Dehnfähigkeit gemeint als wirklich elastisches Verhalten.

Wirklich elastisch wurde es im textilen Bereich erst, seit es die Gummifäden gibt. Sie boten bis in die 50er Jahre die einzige Möglichkeit, elastische Textilien herzustellen. Doch in der Fülle und Vielfalt, wie uns heute Stretch-Textilien zur Verfügung stehen, ist das erst seit rund 30 Jahren möglich, als die ersten hochelastischen Elastanfilamentgarne auf den Markt kamen, die ganz neue Impulse auslösten und Perspektiven eröffneten. Sie verdrängten nicht nur die Gummifäden aus den traditionellen Bereichen wie Mieder und Bänder, sondern ermöglichten auch eine Ausweitung in neue Einsatzgebiete und Technologien. Seitdem haben die funktionellen Elemente Dehnbarkeit und Elastizität in der Bekleidung immer mehr an Bedeutung zugenommen. Die Vorteile liegen auf der Hand: Bequeme Trageeigenschaften, gute Paßform und hohe Formbeständigkeit; Kriterien, die wir als Verbraucher schätzen, und auf die wir heute nicht mehr verzichten möchten.

Elastangarne sind dabei äußerst leistungsfähig. Das zeigt die Tatsache, daß in vielen Fällen ein vergleichsweise geringer Anteil an Elastangarn ausreicht, um einem Artikel das gewünschte Dehnungs-/Elastizitätsprofil zu verleihen, wobei es letztlich auf den Verwendungszweck ankommt. So werden an kosmetische Strümpfe andere Anforderungen gestellt als an eine klassische Tuchhose und an ein Mieder wieder andere als an feine Wäsche. Obwohl nun das Dehnbarkeits-/Elastizitätsverhalten von Elastangarnen festliegt, kann man für die verschiedensten Artikel den gewünschten Stretcheffekt - je nachdem, ob mehr Funktion oder nur Komfort gewünscht wird - konstruieren. Das gelingt in den meisten Fällen durch Verarbeitung blanker Elastangarne. Zur Herstellung ganz bestimmter Stoffqualitäten ist es jedoch vorteilhaft, elastische Kombinationsgarne zu verwenden. Das ist der Fall, wenn

- der gewünschte Stretcheffekt mit blankem Elastangarn nicht zu erreichen ist (Funktion)
- der Griff und die Optik an die Grundgarne eines Artikels angepaßt werden müssen (Ästhetik)
- der Schutz des Elastangarnes gegen extreme Beanspruchung im Vordergrund steht (Haltbarkeit)
- die Bindungs- und Verarbeitungstechnik es erfordern (Verarbeitbarkeit).

2. Garn Typen und Verfahren

Bevor gezeigt wird, wie man ganz gezielt die Kraft-/Dehnungscharakteristik eines Elastan-Kombinationsgarnes „schneiden“ kann und wie sich damit die Eigenschaften einer Flächenware beeinflussen lassen, sollen zunächst die verschiedenen Typen von Kombinationsgarne genannt werden.

Man unterscheidet je nach Herstelltechnik Umwindungsgarne, elastische Zwirne, Umspinnungsgarne und Verwirbelungsgarne.

Allen ist gemeinsam, daß das Elastangarn unter Verzug mit unelastischen Spinnfasern bzw. Garnen umhüllt wird, so daß der Elastananteil im Kern des Gesamtgarns liegt und durch die Hülle abgedeckt wird. Im folgenden sollen nur die Umwindungs- und die Verwirbelungsgarne besonders angesprochen werden.

2.1. Umwindungsverfahren

Die Umwindemethode nach der klassischen Hohlspindeltechnik ist das bedeutendste Verfahren zur Herstellung eines elastischen Kombinationsgarnes (Abb. 1). Dabei wird das Elastangarn im verdehnten Zustand durch eine Hohlspindel geführt und mit dem Hüllgarn, das auf einer Scheibenspule aufgemacht ist, umwunden. Es gibt ein- und zweistufige Umwindungsgarne.

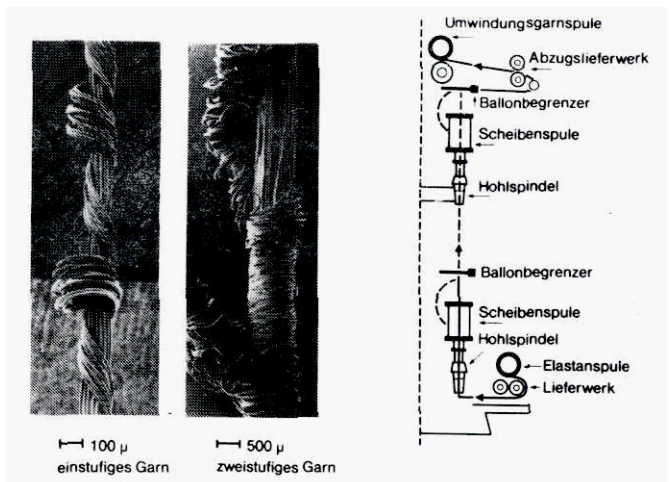


Abb. 1: Umwindungs-Verfahren

Bei den einstufigen Umwindungsgarnen wird das Elastangarn nur in einer Richtung, bei den zweistufigen in beiden Richtungen (kreuzweise) mit dem Hüllmaterial umgeben.

Einstufige Umwindungsgarne haben den Nachteil, daß sie eine mehr oder weniger ausgeprägte Drallneigung besitzen, die die Weiterverarbeitung auf Textilmaschinen erschwert. Deshalb ist es in manchen Fällen unmöglich, durch eine Wärmebehandlung die Drallneigung zu reduzieren. Allerdings muß dadurch eine Dehnungsverminderung in Kauf genommen werden, die man aber beim Ausrüsten durch Schrumpfen weitgehend rückgängig machen kann.

Bei zweistufigen Umwindungsgarnen tritt diese lästige Drallneigung nicht auf, weil sich mit der Windungszahl der äußeren Hülle die Drallneigung kompensieren läßt.

2.2 Verwirbelungsverfahren

Das Verwirbelungsverfahren ist die jüngste Methode zur Herstellung elastischer Kombinationsgarne. Dabei werden einer Verwirbelungsdüse das Elastangarn und das unelastische Hüllgarn zugeführt. Durch Verwirbelung des Hüllgarns entsteht die Garnverbindung (Abb. 2).

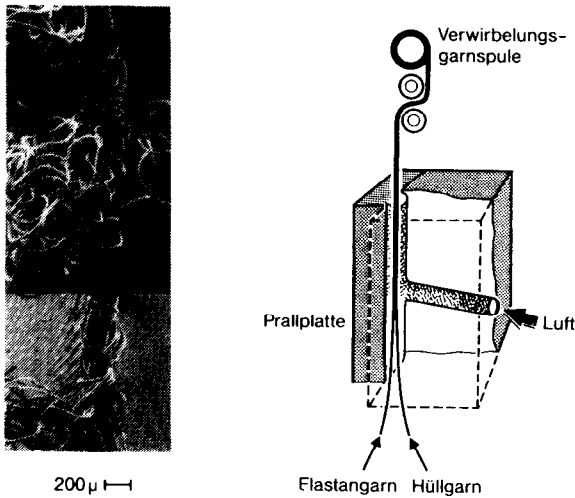


Abb. 2: Verwirbelungs-Verfahren

Dieses Verfahren zeichnet sich durch eine hohe Verarbeitungsgeschwindigkeit aus. So können z.B. solche Verwirbelungsgarne mit Geschwindigkeiten bis zu 800 m/min hergestellt werden, was einer vielfachen Leistung beim Umwindungsprozeß entspricht. Ein weiterer Vorteil ist, daß keine Drallberuhigung notwendig ist. Allerdings weisen Kombinationsgarne nach dieser Technik keine so gute Abdeckung auf, wie man das von Umwindungsgarnen gewohnt ist.

3. Kraft-/Dehnungs-Charakteristik

Kraft und Dehnung sind die entscheidenden physikalischen Größen, weswegen Elastangarne zur Herstellung elastischer Textilien eingesetzt werden. Das gilt sowohl für blanke Elastangarne, als auch für Kombinationsgarne. Wie sich mit Kombinationsgarnen ganz gezielte Kraft-/Dehnungs-Charakteristiken einstellen lassen, soll am Beispiel eines Umwindungsgarnes gezeigt werden. Bei vorgegebener Feinheit des Elastangarnes kann das durch zwei Parameter geschehen:

Durch den beim Umwindevorgang gewählten Verzug und durch die Anzahl der aufgebrauchten Windungen pro Meter. Letztlich wird das Zusammenspiel von Kraft und Dehnung durch das

Hüllgarn bestimmt. Es begrenzt die Dehnbarkeit und bestimmt dadurch auch die Rückstellkraft. Recht anschaulich läßt sich dieser Begrenzungseffekt darstellen, indem man ein Umwindungsgarn verschiedenen Belastungen aussetzt. Man sieht, wie das zunächst lockere Hüllgarn sich mehr und mehr spannt und somit nur eine begrenzte Dehnbarkeit zuläßt (Abb. 3).

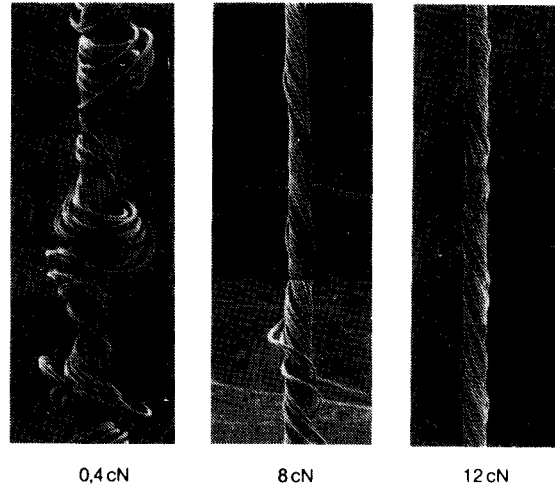


Abb. 3: Einstufiges Umwindungsgarn mit verschiedener Belastung (Elastan 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

Will man also ein Umwindungsgarn mit ganz bestimmten Dehnungs- und Rückstelleigenschaften herstellen, so kommt es auf die richtige Kombination von Verzug und Windungszahl an. Zusätzliche Bedingungen, wie gute Abdeckung, sichere Verarbeitbarkeit und günstiges Kostenniveau, müssen ebenso erfüllt sein. Es gilt also, ein Optimum hinsichtlich Funktion, Verarbeitbarkeit und Kosten zu finden.

Es wurden in einer Versuchsreihe solche einstufigen Umwindungsgarne bei verschiedenen Verzügen und unterschiedlichen Windungszahlen hergestellt und in einer Webware in Schußrichtung verarbeitet. Das elastische Verhalten der Garne und der Waren wurde untersucht.

3.1. Garnstufe

Die Messung der Umwindungsgarne erfolgt in einem „quasi“ entspannten Zustand, wodurch ausgedrückt sein soll, daß sich die Garne im Zustand eines Kräftegleichgewichts befinden, das einerseits durch das Rücksprungvermögen des Elastangarns und andererseits durch die aufgeschobenen Windungen des Hüllgarns gebildet wird. Unter Einwirkung einer äußeren Kraft kann dieses Umwindungsgarn verdehnt werden, maximal aber nur bis zu der Dehnung, die das Garn beim Umwindeprozess „erlebt“ hat. Man kann nur den Betrag an Dehnung herausholen, den man vorher hineingesteckt hat. Bei stärkerer Verdehnung erfolgt die Kraftaufnahme durch das Hüllgarn, was sich durch den steileren Anstieg der KD-Kurve vergleichsweise zum Elastangarn ohne Hüllgarn ausdrückt. Die Abbildung 4 zeigt die Dehn- und Rückstellkräfte eines einstufigen Umwindungsgarnes, das bei Verzug 1:2,0 und 1:4,2 hergestellt wurde. Im Falle des Verzugs 1:2,0 begrenzt das Hüllgarn bereits nach 100 % Dehnung den weiteren Dehnvorgang. Bedingt durch den niedrigen Verzug sind die Hystereseverluste des Elastangarns gering, was sich in guten Rückstellkräften im unteren Dehnbereich und einer kleinen bleibenden Dehnung ausdrückt. Anders sind die Verhältnisse bei Verzug 1:4,2. Man erreicht zwar eine deutli-

che Steigerung der Dehnbarkeit, aber die Rückstellkräfte im unteren, gebrauchrelevanten Dehnungsbereich liegen niedriger und die bleibende Dehnung ist höher.

Die Abbildung 5 zeigt die Abhängigkeit der Dehnbarkeit von Verzug und Windungszahl. Bei einstufigen Umwindungsgarnen spielt der Verzug die entscheidende Rolle für die Dehnbarkeit und somit auch für das Kraftverhalten. Die Windungszahl ist von untergeordneter Bedeutung. Ein leichter Einfluß der Windungszahl zeigt sich erst bei hohen Verzügen.

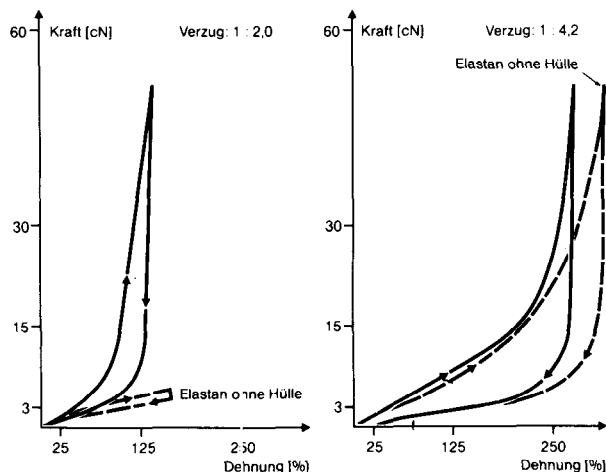


Abb. 4: Dehn- und Rückstellkraft eines einstufigen Umwindungsgarnes (Dorlastan® 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

Wie beim Garnmaterial, so ist auch der Zustand der Webware durch ein Kräftegleichgewicht gekennzeichnet. Bei Verdehnung der Ware wird von einer bestimmten Dehnung an die Kraft nicht mehr vom Elastangarn, sondern mehr und mehr vom Hüllgarn aufgenommen. Beim Nachlassen zieht sich die Ware solange zusammen, bis sich das Gleichgewicht zwischen Rückstellkraft des Elastangarns und den hüllgarn- bzw. konstruktionsbedingten Blockiereffekten eingestellt hat. Dieses Kraft-Dehnungsverhalten hängt von den eingesetzten Umwindungsgarnen ab.

Die Abbildung 6 zeigt das elastische Verhalten zweier Webwaren, die sich lediglich durch das Umwindungsgarn im Schuß unterscheiden. Wie bei den Garnen, ergibt sich bei Verzug 1:2,0 eine geringere Dehnbarkeit, aber höhere Rückstellkräfte und eine kleinere bleibende Dehnung. Bei Verzug 1:4,2 sind die Verhältnisse umgekehrt, man bekommt eine höhere Dehnbarkeit, geringere Rückstellkräfte und eine höhere bleibende Dehnung.

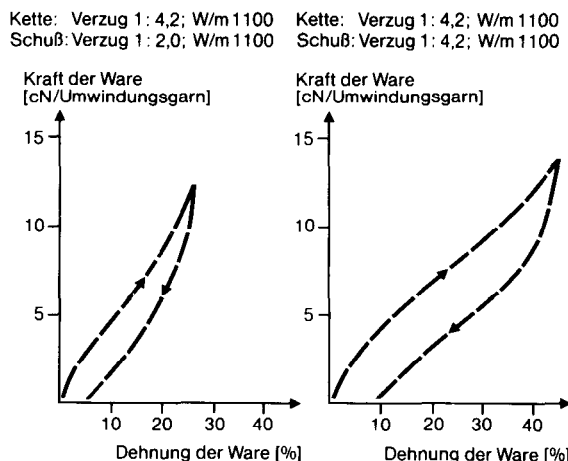


Abb. 6: Dehn- und Rückstellkraft einer Webware aus einstufigem Umwindungsgarn (Leinwandbindung) in Schußrichtung (Dorlastan® 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

Die Abhängigkeit der Dehnung vom Verzug und der Windungszahl entspricht der Charakteristik bei den Garnen (Abb. 7). Auch hier spielt der bei der Umwindung gewählte Verzug die entscheidende Rolle. Die Windungszahl ist bedeutungslos.

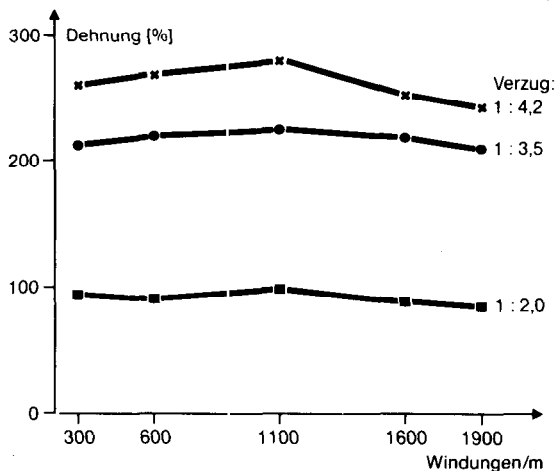


Abb. 5: Dehnung eines einstufigen Umwindungsgarnes bei 50 cN Belastung (Dorlastan® 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

3.2 Flächenwarenstufe

Wie wirken sich nun die unterschiedlichen KD-Charakteristiken der einzelnen Umwindungsgarne in einer Webware aus?

Gearbeitet wurde eine Leinwandbindung. Als Kette wurde einheitlich das Versuchsgarn, das bei Verzug 1:4,2 und 1100 W/m hergestellt wurde, gewählt. Die anderen Garne wurden in Schußrichtung bei sonst unveränderten Webbedingungen eingearbeitet.

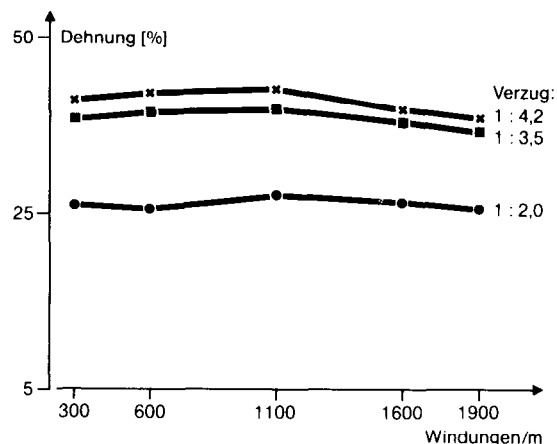


Abb. 7: Dehnung einer Webware aus einstufigem Umwindungsgarn (Leinwandbindung) in Schußrichtung (Dorlastan® 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

Erheblichen Einfluß hat die Windungszahl auf die Dehnbarkeit und das Kraftverhalten bei zweistufigen Umwindungsgarnen (Abb. 8).

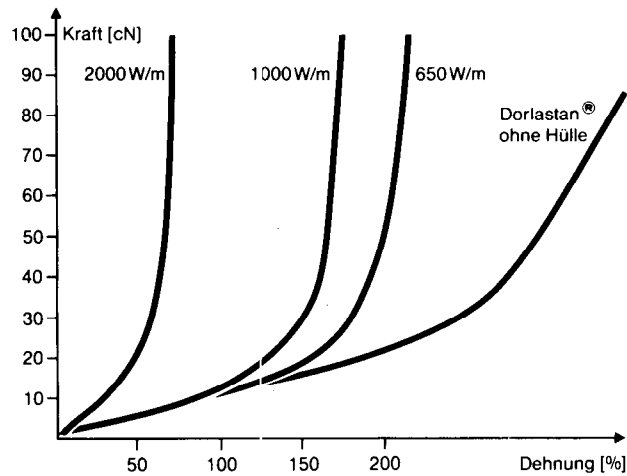


Abb. 8: Kraft/Dehnungscharakteristik eines zweistufigen Umwindungsgarnes (Dorlastan® 160 dtex, Polyester 110 dtex)

Durch die zweistufige Umwindung wird das Elastangarn so stark blockiert, daß die Rückstellkräfte für ein völliges Einspringen des Elastangarns nicht mehr ausreichen. Es wird ein Dehnbetrag des Elastangarns von der Hülle „abgebunden“, der umso größer ist, je höher die Windungszahl ist. Dadurch ergibt sich eine KD-Charakteristik, die durch geringe Dehnbarkeit und hohe Kraftaufnahme gekennzeichnet ist, für Einsatzgebiete, bei denen Kurzzügigkeit und gute Formkraft verlangt werden.

Die Beeinflussung des Stretcheffektes ist zwar der Hauptgrund für den Einsatz von Kombinationsgarnen, aber wichtig sind auch Verarbeitbarkeit, Schönheit und Haltbarkeit eines Artikels. Auch dazu leisten Kombinationsgarne ihren Beitrag. Tabelle 1 gibt eine Übersicht, welche Aspekte für den Einsatz der verschiedenen Garnarten besonders ausschlaggebend sind. Betrachtet werden Web- und Maschenware.

Tabelle 1: Wesentliche Aspekte für den Einsatz von Elastan-Kombinationsgarnen

	MASCHENWARE				WEBWARE					
	Strumpf	Strickware	Wäsche	Spitze	Oberbekleidung	Sportbekleidung	Bänder	Mieder	Bezugstoffe	
Problemlosere Verarbeitbarkeit	□	△	□	△	□	□	□	□	□	□
Begrenzung der Dehnbarkeit zugunsten erhöhter Rücksprungkraft	□			□	□	□	□	□	□	
Schutz vor extremer Beanspruchung	□				□	□			□	
Erhöhte Kombinationsmöglichkeit durch Wahl des Hüllgarns (Griff, Optik)	□	△	□	X	□	□	□	□	□	□
Festere Einbindung in den Maschenverband		□	△	X	□					

□ Umwindungsgarn X Umspinnungsgarn ○ Elasto-Zwirne △ Verwirbelungsgarn

Die problemlose Verarbeitbarkeit ist der wesentliche Aspekt, bei Webwaren elastische Kombinationsgarne einzusetzen, denn bis heute ist es überhaupt nicht möglich, elastische Webwaren mit blankem Elastangarn herzustellen.

Der Gesichtspunkt der Dehnungsbegrenzung zugunsten höherer Rückstellkraft ist vor allem im Komfortbereich bedeutsam. Durch Kombinationsgarne werden beispielsweise in der Ober-

bekleidung bei 3-5 % Elastan-Anteil und Dehnbarkeiten von nur 20-35 % gute Elastizität und damit die gewünschte Formstabilität erreicht.

Im Sportbereich unterliegen viele Artikel einer starken mechanischen Beanspruchung. In Automobilbezugsstoffen erleiden Elastane durch Sonneneinstrahlung einen erheblichen Festigkeitsabbau. In beiden Fällen sorgt das Hüllgarn für den notwendigen Schutz und gewährleistet eine längere Gebrauchstüchtigkeit.

Bei Maschenwaren ist die Verarbeitbarkeit ebenfalls ein wesentlicher Gesichtspunkt, Kombinationsgarne einzusetzen. So können beispielsweise an Rundstrickmaschinen, die nur mit den üblichen Fournisseuren ausgestattet sind, nur Kombinationsgarne verarbeitet werden.

Erhöhte Rücksprungkraft wird bei Stütz- bzw. medizinischen Strümpfen verlangt. Um aus optischen Gründen möglichst feine Elastangarne bei Erhalt des notwendigen Kompressionseffektes einsetzen zu können, werden zweistufige Umwindungsgarne verarbeitet.

Die festere Einbindung in den Maschenverband bewirkt eine höhere Nahtsicherheit, wichtig bei Artikeln, die beim Gebrauch einer höheren Dehnbeanspruchung ausgesetzt sind (Gymnastikbekleidung).

4. Wirtschaftliche Betrachtung

Die Vorteile und Möglichkeiten bei Verwendung von Kombinationsgarnen sind vielfältig. Sie sind nicht zum Nulltarif zu haben, sie haben ihren Preis.

Wie Verzug und Windungszahl das KD-Verhalten eines Umwindungsgarnes beeinflussen, so wirken sich diese Parameter auch auf die Herstellkosten aus. Die Abbildung 9 zeigt die Herstellkosten pro kg in Abhängigkeit von Verzug und Windungszahl. Dabei wurde das kostspielige Garn (Verzug 1:2,0; 1900 W/m) 100 % gesetzt. Die Kosten sind nach Material und Fertigung aufgeteilt. Ganz entscheidend in die Kosten geht die Windungszahl ein. Je mehr Windungen, umso kostenintensiver. Dieser Anteil erhöht sich mit zunehmendem Verzug. Mit zunehmendem Verzug verringern sich aber die Kosten für das eingesetzte Elastangarn, da der Anteil bei höheren Verzügen geringer wird. Am günstigsten von den Kosten her ist ein hoher Verzug und eine möglichst geringe Windungszahl, allerdings fällt der Unterschied zwischen den beiden Verzügen kaum ins Gewicht. Obwohl der Verzug keine große Rolle hinsichtlich der Kosten pro Kilogramm spielt, ist es jedoch keineswegs gleichgültig, welches Garn man einsetzt, denn bei gleichem Gewicht einer Spule unterscheiden sich beide in der Lauflänge.

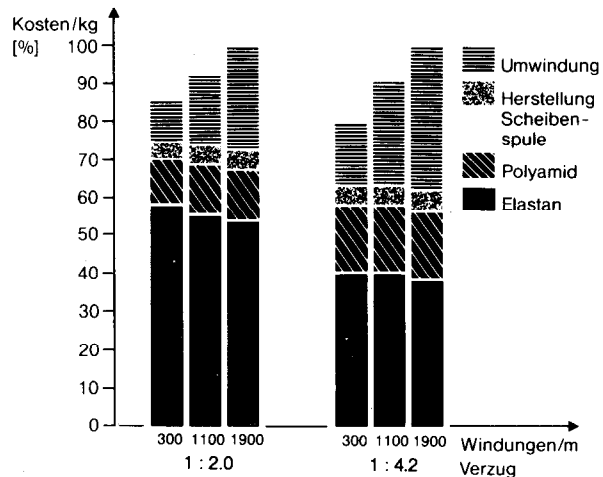


Abb. 9: Herstellkosten eines einstufigen Umwindungsgarnes (Elastan 160 dtex, Polyamid 44 dtex)

So besitzt das Garn mit dem Verzug 1:4,2 um 30 % mehr Lauf-
länge als das mit 1:2,0. Demnach kann mit einem Kilogramm
dieses Garnes mehr m² Flächenware hergestellt werden. Es ist
somit - auf m² Ware bezogen - kostengünstiger.

Die Windungszahl ist ein entscheidender Kostenfaktor bei der
Herstellung eines Umwindungsgarns. Demnach müßten Kombi-
nationsgarne nach dem Verwirbelungsverfahren, das zudem
eine wesentlich höhere Produktivität besitzt, erheblich kosten-
günstiger herzustellen sein. Wie der Kostenvergleich eines fei-
nen Kombinationsgarnes zeigt (Abb. 10), gilt diese Aussage nur
bedingt. Verglichen wird ein Umwindungsgarn mit 1300 und
700 Windungen/m mit einem Verwirbelungsgarn. Bei Reduzie-
rung der Windungszahl auf ein Maß, bei dem die Qualität der
Garne und der daraus gefertigten Artikel vergleichbar sind,
kommen die Herstellkosten nach den unterschiedlichen Verfah-
ren in vergleichbare Größenordnung, insbesondere dann, wenn
man für spezielle Artikel auf Drallberuhigung und Umspulprozeß
verzichten kann.

5. Schlußwort

Eine ganz wesentliche Voraussetzung für die Untersuchungen
war die Herstellung der entsprechenden Kombinationsgarne.
Dafür sowie für die wertvollen und klärenden Diskussionen sei
an dieser Stelle den Technikern der Garnveredlungswerke Goch
GmbH besonders gedankt.

Elastanhaltige Kombinationsgarne sind Spezialitäten. Sie haben
sich im Laufe der Jahre einen festen Platz bei der Herstellung
elastischer Textilien geschaffen. Durch die Feinheit der Elastan-

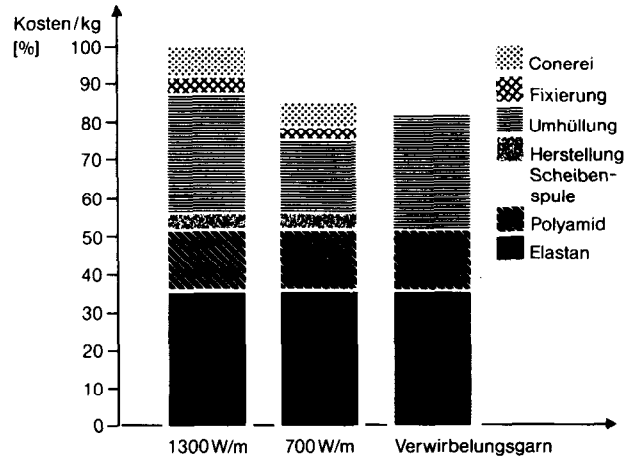


Abb. 10: Herstellkostenvergleich Umwindungsgarn/Verwirbelungsgarn (Elastan 33 dtex, Polyamid 19 dtex)

garne, die Wahl des Hüllmaterials und die Art des Verfahrens
bieten sich Variationsmöglichkeiten, mit denen sich das Eigen-
schaftsprofil eines modernen Stretch-Artikels gemäß den Wün-
schen des Verbrauchers verwirklichen läßt. So dienen Kombina-
tionsgarne mit der Bayer-Elasticfaser Dorlastan® der Funktion,
der Haltbarkeit und der Ästhetik.

Wir liefern für alle Industriezweige

THERMOMETER
ARÄOMETER
LABORGERÄTE

Spezialität:
KONTAKTHERMOMETER
RELAIS

GLAS-TRIEBEL
MANNHEIM-KÄFERTAL

Legislation on Textile Home Furnishing (Sicherheitsvorschriften für Heimtextilien)

Dr. J. Menault, Bureau de Normalisation des Industries Textiles, Sainte Foy les Lyon, France

Textilprodukte als Heimtextilien, z.B. als Vorhänge oder Bettzeug verwendet, werden mehr oder weniger alle gewissen Gesetzen, Vorschriften oder anderen Spezifikationen je nach dem jeweiligen Land und Endzweck unterworfen. Einschränkende Maßnahmen können wie folgt aufgeteilt werden:

- innerstaatliche Gesetze über die Verwendung von Produkten, die nach allgemeinen Testmethoden klassifiziert werden (für öffentliche Ausschreibungen und den Objektbereich);
- innerstaatliche Gesetze für den privaten oder Binnenmarkt, die ein minimales Leistungsniveau für Konsumgüter verlangen;
- innerstaatliche Bestimmungen oder Berufsbestimmungen im Hinblick auf Zwangsetikettierung.

Was die Brennverhalten anbetrifft, so gibt es einige Brennmodelle für deren Bestimmung. Jedes Modell beinhaltet spezifische Methoden, Klassifikationssysteme und erforderliche Eigenschaften. Ein Textilprodukt muß möglicherweise mehreren Bestimmungen entsprechen.

Es werden die Angleichung von Bestimmungen innerhalb der EG sowie der Ist- und Sollzustand erörtert.

Weiters werden die Aussichten für den Polstermöbelbereich angesprochen.

The textile products used as home furnishings such as curtains, drapes, bedding and upholstery are all more or less subject to legislation, regulations or restrictive specifications, depending on countries and end use. Restrictive measures can be differentiated as follows:

- national legislation concerning the use of products classified on the basis of general test methods (public procurement and contract markets);
- national legislation for the private or domestic market, requiring minimum performance levels for consumer products;
- national or professional regulations concerning compulsory informative labelling.

In terms of burning behaviour, several burning models each one including specific methods, classification systems and requirements exist, as basis for regulations. Therefore, one and the same textile item may have to comply with several regulations, depending on its end-use. The harmonisation of regulations within the EC is considered and the present state of the matter as well as future prospects are discussed.

A special outlook on upholstery is included.

The textile home furnishings must be considered as part of the content of buildings and precisely of residential buildings or private dwellings.

The textile materials may be usually one of the constituents of a finished furnishings item. Therefore the textile materials has to cope with general regulation related to the finished furnishings.

Although the textile home furnishings are submitted to the general EC directive on "general product safety" and the related national laws, it is rather unusual to regulate the consumer's products complying with safety requirements.

Nevertheless the relatively new concept of risk associated with a product induces to consider the extent to which people are directly exposed to risk of injury through statistics and scenarios.

Under the pressure of mass consumption, the development of new products with new fire behaviour and the increase of urban population, the fire risk of some textile home furnishings become in some areas and some countries a concern.

Generally speaking, the textile home furnishing consist in:

- bedding
- upholstery
- curtains, drapes, blinds
- textile interior finish (wall and ceiling covering).

At the turn of the sixties, some countries issue yearly fire statistics in which a textile item was the first material to be ignited. It appears that the bedding and upholstery account for around 80 % of all fires in private dwelling where a piece of textile home furnishings is involved and about 90 % of the fatal injuries and more the trend was upwards.

Therefore, since 1976 at first in USA, later in Australia, New-Zealand, UK, Ireland and now in EEC some regulations addressing to flammability of upholstered furniture and bedding were enforced or are going to be. So the point is strongly discussed and controversial there as it was in USA.

In opposition, broadly, there is no regulation addressing to the flammability of curtain, drapes, blinds and textile interior finish in residential buildings or private dwellings, although these items were submitted to regulation in other areas such as public buildings, institutional buildings, etc.

This lecture has the intention to focus on the recent and current developments of regulations addressing to the flammability of upholstery and bedding in private dwelling.

1. Definition and Materials Involved

Upholstered furniture is everywhere, in private dwellings, public buildings as well. Chair, armchair, sofa, couch, settee, bedding etc. must be considered as a piece of upholstered furniture as soon as they fit together a frame made from wood, plastic, or metal and others structural materials such as springs, cardboard, webbing, filling and structural fabrics. They may also include cushions, interliners or barriers placed between the filling and the cover.

The filling may be made from conventional polyurethane foam, latex foam, neoprene foam, hydrophilic foam, combustion modified high resilient foam, shredded or non resinated pads, hair pads, kapok, feather and down. Generally, the upholstered furniture is made of several filling materials as illustrated in table 1.

Table 1

Type of filling material Sample 269 items upholstered furniture.	Items containing the filling type in %
Polyurethane foam pads	99.2
Shredded PU foam	12.4
cotton battings	30.1
Cellulosic battings	7.9
Man made fibers battings	73.7
blended fibers battings	54.1

The design features of furniture may also incorporate welt cords made from various materials such as cellulosic or synthetic fibers, plastic tubing, foil-wrapped material, edge of multiple layers of fabrics, and may have loose cushion, detachable seat cushions with underlying decking fabric and filling materials; foot and heat rests, reclining back, crevices, formed by joining of horizontal and vertical surface, quilted areas, tufted areas and buttons.

2. Assessment of Fire Risks

All the upholstered furniture are an interface with the human body providing means for sitting or lying with comfort, safety and aesthetic.

As it concerns safety and especially fire safety, they represent a fuel source to ignite by contact of domestic, vandal, arsonist fire source. Therefore, the design features, the materials used in construction and layering sequences or ordering of fillings are all critical.

As said before, USA gave attention about the fire risk bound to upholstery and smoker materials. Later, UK, New-Zealand, Australia tackled also this problem. They issued some relevant statistical data. Unhappily, they proved to be difficult to handle for lack of consistency.

At the time being, EEC Commission is going to draw a directive on the subject. Furthermore she entrusted the Confederation to Fire Protection Associations (CFPA) to carry out a study about risk assessment related to fire behaviour of upholstered furniture and bedding. A provisional report has been released and underlines the following points as shown in the table 2.

Table 2

:Statistical Data (1987)	Public Buildings	Private Dwellings
:Sampled population(175.93 .10⁶)	%	%
:Fire frequency (175,93)	49.0	51
:Fires due to matches, lighters	4.55	3.65
:Fires due to smokers materials	4.06	4.54
:Fatal casualties (175,93)	33.5	76.5
:Non-fatal casualties (175,93)	38.6	71.4
:Bedding fires	-	3.5
:Furniture fires	-	2.9
:Bedding fires fatal casualties	-	14.6
:Bedding fires non fatal casualties	-	8.4
:Furniture fires fatal casualties	-	18.8
:Furniture fires non-fatal casualties	-	10.35

The part of the fires which occur in private dwellings has the same magnitude than the part of the fires occurring in public buildings but the main part of the casualties occurs in private dwellings.

The fires in bedding and furniture make up only 6,5 % of all fire (public and private buildings). They demand however 33,4 % of all fatal casualties and 18,7 % of non-fatal casualties of all fires (public and private buildings).

The main ignition sources in beddings and furniture fires are small sources like smoking materials (37 %), electric blankets (23 %), matches and lighters (11 %). The ranking importance of the ignition sources may be summed up:

	<i>Bedding</i>	<i>Upholstery</i>
<i>Principal ignition source</i>	smoker materials	smoker materials
<i>Second ignition source</i>	electric blankets	open flame
<i>Third ignition source</i>	open flame	

We must expect the fire risk issued from electrical blankets shall be avoided through its correct design. So the principal ignition source remains the smoker materials and the second becomes the open flame of matches or lighters.

3. Test Methods Principles

The fire risk assessment process shall select the most important and appropriate fire response properties. Broadly, the test methods consider, at first, the fire behaviour properties involved in the prevention of fire such as the ignitability resistance and in second place the properties involved in the fire damage prevention such as those able to impair the escape from fire. As it concerns the bedding and upholstery, the test methods select usually the following arrangement:

- First property — ignitability resistance to smouldering,
- Second property — ignitability to flame,
- Third property — smoke generation,
- Fourth property — heat release.

3.1. Ignitability

By "ignitability" is meant the ease with which the upholstery is likely to ignite or to remain ignited when exposed to typical source: smouldering cigarette, open flame, radiant heat. Therefore the ignitability is not a specific property, but a relative one to a specified source of fire. It depends on the combustion process and/or intensity of the flame or fire source.

According to figure 1 representing the typical development of fire in term of temperature versus time we have to consider the smouldering combustion and the flaming combustion.

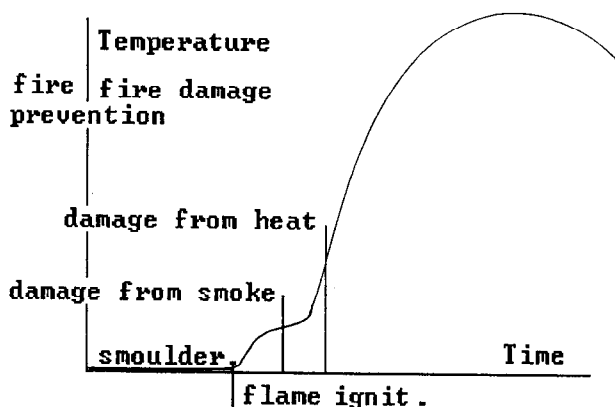


Figure 1

Smouldering is a non flaming combustion occurring at a temperature lower (generally 15°C) than the autoignition temperature. It is a potent source of smoke and of carbon monoxide and may eventually lead to flaming combustion of adjacent material. Smouldering occurs frequently with combination of materials generally used in bedding and upholstery and it is reported as responsible of 75 % of all fires and 50 % of all fire fatalities. The assessment of the smouldering ignitability is difficult. It may occur with material having a non-ignitability to flame source and it is strongly dependent of the structure and combination of materials. So, the smouldering resistance is a property of each combination of materials and can not be inferred from the resistance of each material taken separately. For this reason, the laboratory experts recommend to assess the smouldering ignitability with a test method using the same combination and arrangement than the real one and a selected in-the-market cigarette as ignition source.

On the other hand as it concerns flame ignitability depends upon the intensity of flame source and application time. By nature, ignitability test is a fail/pass test and the choice of a flame intensity and/or application time induces the specifications related to a type of ignition source and probably to a specified risk.

The question of assessment of the ignitability of upholstered furniture is a very controversial one for many reasons.

As a matter of fact, the ignitability assessment rises a treble question about the nature of specimen, the definition of ignition source and duration of flame application.

3.1.1. Nature of Specimen

Taking account into that the upholstered furniture is a complex item of which the ignitability resistance may be different according local arrangement of materials or peculiar design feature. Therefore the test of a complete manufactured item of furniture with application of ignition source on each part of different composition, is considered as the most accurate and the only comprehensive method of assessing ignitability.

But this way of testing which is a destructive one, is expensive and present a lack of flexibility. It may be useful in case of type acceptance for high risk or litigious case.

a) Mini Mock-up Configuration

So it appears more realistic to assess the ignitability using a mini mock-up configuration of materials arranged as a representative sample of the combinations and the arrangements of materials such as they are used in the manufactured item of upholstered furniture to be tested.

The mini mock-up configuration, as described in various documents and especially in ISO 8191-1,2,3 and in figure 2 represents in stylized form, a junction between a seat and a back or seat and arm such as it might occur in a typical chair. The ignition source is placed at the junction in contact with the seat and the back as shown in figure 3.

We can observe the mini mock-up does not represent the exact design feature of the considered item of furniture. It represents a configuration supposed to be the worst possible in term of ignitability situation. Thus this configuration combines a minimum thickness and a L-shaped rig with a crevice between the horizontal surface and vertical surface.

When more than one material combination or arrangement is used in a piece of furniture, every of them need to be evaluated on the mini mock-up. The assessment has to be given relatively to the worst performing combination or arrangement.

We shall observe that the mini mock-up method does not provide a true assessment of ignitability of a piece of furniture but it gives a presumed or conventional assessment.

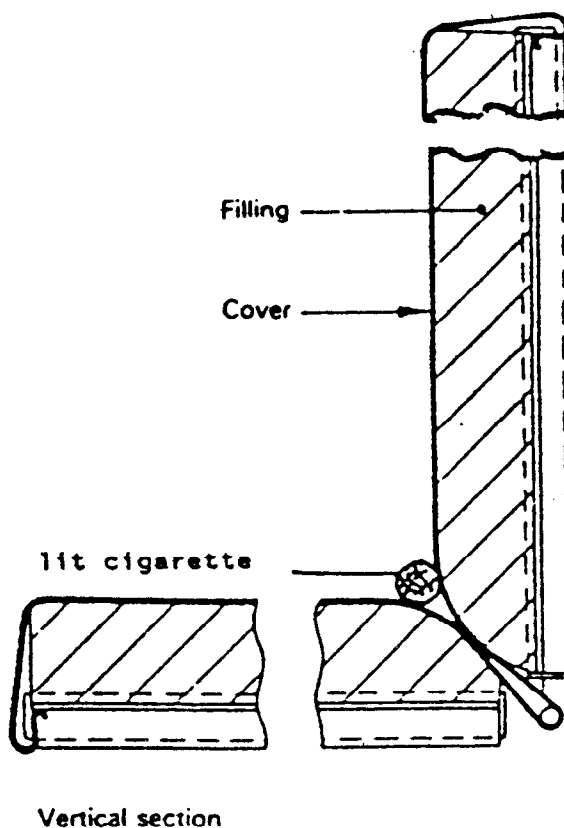


Figure 3

b) Ignitability Assessment of Materials

The former test method gives an assessment of ignitability of a combination in a given arrangement of at least two sorts of material e.g. cover fabric and filling. So, it can provide only an assessment of materials ignitability relatively to other terms of the combination and a given ignition source or a range of ignition sources of increasing severity. Therefore, we are able to put together some materials characterized according to their ignitability performance relatively to other components.

This purpose may be achieved by the way to choose a set of reference combinations in a given arrangement and consequently a set of reference materials. Then the following statement for combination equivalence can be given:

all the combinations in a given arrangement (A,B) of which each component tested separately and respectively to a reference component (A_{ref}, B_{ref}) give a combination of same ignitability performance than the reference combination (A_{ref}, B_{ref}) present the same ignitability performance, identical to the reference combination ignitability performance.

That gives the way to define sets of materials according to their ability to produce in a given arrangement the same ignitability performance than a reference combination.

Let C_A^i the i^{th} component of function A in the upholstered arrangement (A,B).

Let C_B^j the j^{th} component of function B in the upholstered arrangement (A,B).

Let C_A^R the reference component of function A in the upholstered arrangement (A,B).

Let C_B^R the reference component of function B in an upholstered arrangement (A,B).

If $C_A^i . C_B^j$ has the same ignitability performance than $C_A^R . C_B^R$ and $C_A^i . C_B^k$ has the same ignitability performance than $C_A^R . C_B^l$ then $C_A^i . C_B^j$ is equivalent to $C_A^R . C_B^l$ in term of ignitability performance.

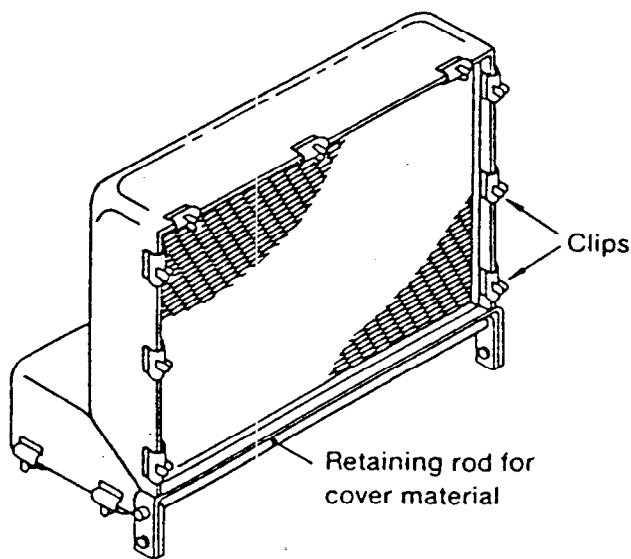


Figure 2

Consequently, all materials satisfying the above relation can be combined to give a same ignitability performance relatively to a given ignition source than the reference combination.

It is worth to notice this convenient way of selection is supported by the furniture industry and partially by the textile industry. The experts do not agree with for reason of lack of scientific ground and certitude.

3.1.2. Ignition Sources

The fire safety experts observed the ignition resistance of upholstered furniture shall be in relation with a fire risk level represented by a specified ignition source. A range of ignition sources which create a continuous scale of severity has been set by some national or international standard bodies. The tables 3a + 3b give a list of main sources proposed or used. Broadly the severity doubles passing from one flame source to the next for UK and ISO scale.

Table 3a

Source	France	Germany	United Kingdom	ISO
1° Source	source 1. cigarette NF D 60.011	source 1. cigarette DIN 54 342-1	source 0. cigarette BS 5852-1	source 1. cigarette ISO 8191-1
2° Source	source 2 gas burner flame 35 mm NF.D 60.012	source 2 gas burner DIN 54342-2	source 1 gas burner flame 35mm BS 5852-1	source 2 gas burner flame 35mm ISO 8191-2

Table 3b

Source	France	Germany	United Kingdom	ISO
3° Source	/	source 3 paper cushion DIN 54 341	source 2 gas burner flame 145mm BS 5852-2	source A2 gas burner flame 145mm ISO 8191-3
4° Source	/	/	Source 4 gas burner flame 240mm BS 5852-2	source A3 gas burner flame 240mm ISO 8191-3
5° Source	/	/	Crib 4 small crib 10 sticks BS 5852-2	source A4 small crib 10 sticks ISO 8191-3
6° Source	/	/	Crib 5 small crib 20 sticks BS 5852-2	source A5 Small crib 20 sticks ISO 8191-3
7° Source	/	/	Crib 6 large crib 8 sticks BS 5852-2	source A6 large crib 8 sticks ISO 8191-3
8° Source	/	/	Crib 7 large crib 18 sticks BS 5852-2	source A7 large crib 18 sticks ISO 8191-3
9° Source	/	/	/	paper cushion

The most of experts agree only with the two first sources, the others, specially the cribs are criticized for lack of repeatability and introducing some bias through the weight of the crib, comparatively to the others sources of same heat flux. Some interlaboratories trials are running to compare crib, paper cushion and gas burner.

Generally the fire safety experts point out that four fire risks can be identified and held back. They correspond to:

- a casual misuse of smoker materials,
- a casual misuse of matches, lighters,
- light vandalism attitude,
- arson attitude.

The cigarette and the butane flame simulating a match are agreed as representative of the two first risks. As it concerns the two others risks, there is no agreement at all for the time being. The table 4 gives the selection issued in the British Standards BS 7176.

Table 4

Risk	Low	Medium	High	Very High
Rating	Risk	Risk	Risk	Risk
Test Method BS 5852	BS 5852	BS 5852	BS 5852	
Ignition resistance	Ignit.source 0 and 1	Ignit.source 0,1 and 5	Ignit.source 0,1 and 7 discretion	Ignit.source at specifier's

3.1.3. Duration of Flame Application

The duration of flame application is the combustion time for the following sources: cigarette, source equivalent to match (combustion time of the worst match), cribs. For the other ignition sources designed by a gas burner, the application time is a parameter bound to the heat output in order to achieve a regular scale of sources.

4. Typical Test Methods for Assessment of Ignitability

4.1. Assessment of Smouldering Ignitability

All the test methods for assessment of smouldering ignitability are carried out on composite. The reason already explained in 3.1. corresponds to the often observed synergism between materials. The ISO test method 8191 part 1 is obviously representative of the most national test methods with the same purpose.

4.1.1. ISO 8191-1

The main features of this standard may be summed up:

- the test method measures the ignitability of the overall composite of materials as constructed on test rig.
Specimen: an assembly of upholstery materials arranged on L-shaped mini mock-up to represent in stylized form a junction between a seat and a back.
- The source is a cigarette of given smouldering and size characteristics,
- the ignitability source is placed along the junction between the seat and the back and at least 50 mm from the lateral edge and any marks left by a previous test.
- Criteria: it is a fail/pass test. The ignition (smouldering, glowing, or flaming) occurring within an hour from the application of the cigarette or the no-ignition within the same period is recorded.

Considering the other methods, the following one is worth to notice:

4.1.2. California technical bulletin 116, UFAC (upholstered Furniture Action Council USA) test methods, and CPSC (Consumer Product Safety Commission USA) use this following test procedure: the lit cigarette placed in the crevice is covered with a piece of fabric as shown in figure 4. The fabric is a piece of flame retardant treated polyester cotton bed sheet.

Size Cigarette characteristics are somewhat different (Tab. 5).

Table 5

Reference	Length mm	Diameter mm	Weight g	Combustion rate mm/50mm length
ISO 8191-1	70±4	8±.5	1±.1	12±.3
NF D 60.011	ditto	ditto	ditto	ditto
DIN 54 342-1	ditto	ditto	ditto	ditto
BS 5852-1	ab.68	ab.8	1	ditto
Cal.Tech.bul 116 and 117	85±2	7.6±.5	1±.1	ditto

Table 6

Reference	Burner Length mm	Burner Internal diameter mm	Flame height mm	Period flame appl.s
ISO 8191-1	40	6.5±.1	35	20±1
NF D 60.011	ditto	ditto	ditto	5,10,12, 15 or 20
DIN 54 342-1	ditto	ditto	15	
BS 5852-1	ditto	ditto	ditto	20

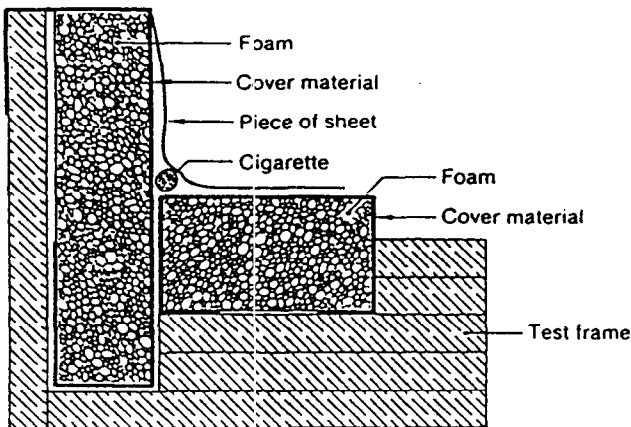


Figure 4

4.2. Assessment of Flame Ignitability

There is at least evidence of synergism between the components of upholstered composites. So, two main kinds of test methods compete, the first one achieving the assessment on the composite and the second one on the composite components.

4.2.1 Assessment on Composite

In relation to the cigarette risk and the test method for assessing the smouldering risk, some test methods are specially related to the assessment of match-flame and larger source ignitability on composite ignitability and to the description of a match-flame equivalent and larger ignition source.

a) Match-flame Equivalent

As above we consider the ISO method 8191-2. This method keeps the main general principle and apparatus than the test method used for cigarette ignitability assessment. It differs on following items:

- ignitability source: The match-equivalent source consists in a gas burner designed to give a calorific output approximately to that of a burning match fed with a flow rate of propane or butane gas 45 ± 2 ml/min. The flame height is approximately 35 mm.
- Ignition source application: The burner tube is kept in position along the junction between the seat and the back and the flame is applied for a period of 20 ± 1 s.
- Criteria: Ditto the test method ISO 8191-1 related to the cigarette source. There is few variations between the national issues of this standard except the period of flame application (Table 6).

b) Larger Ignition Sources

The previous test method may be adapted to larger ignition sources as described above in table 3. So, the ISO draft of standard DIS 8191-3 is the relevant document. The point is litigious and under discussion in order to improve the repeatability of the ignition source characteristic and avoid excess of severity due to side properties of source.

4.2.2 Assessment on the Furniture Components

The state of California (USA) passed a legislation dealing with the flammability of upholstered furniture. The technical bulletin 117 describes the test methods and specifications for the various components used in upholstered furniture:

- a) Resilient cellular materials are submitted to a small open flame test while suspended in vertical orientation. The test criteria are based on char length, afterflame and afterglow.
- b) Shredded foam material is required to pass a different open flame test using a pillow of which the cover is the one used in the piece of furniture. The pillow is filled with the shredded foam to be tested and a Bunsen burner flame of 38 mm is applied for a period of 12 s at 19 mm from the center of the horizontally positioned pillow.
- c) The fabric surrounding shredded foam or feather and down must be tested through a vertical application of flame for a period of 12 s and 3 s.
- d) Natural and artificial fiber filling. A vertical flame test identical to that for foam pads except that specimens are mounted in a specimen holder.
- e) The man-made fiber fillings have to be tested while supported 45° angle. A flame is applied at the lower edge for five seconds. Specimens are tested in both linear or transversal direction.
- f) The outer cover fabrics, decking fabrics and scrims associated with synthetic pads and battings are subjected to a one-second flame test while positioned at 44° angle.

5. Regulations for Upholstered Furniture

5.1. Enforced Regulations

5.1.1. USA

In this country, there is no federal regulation for home upholstered furniture but a draft for which the upholstered furniture producers associations obtained the implementation were deferred provided that these organisations set up an efficient voluntary regulation. Therefore some states have enforced regulations for upholstered furniture and that of California seems the one to be considered.

a) The Upholstered Furniture Action Council (UFAC)

Voluntary regulation includes fabrics classification, criteria for the construction, a labeling plan and a third-party compliance procedure. The main requirements of the UFAC voluntary regulation are related to smouldering ignitability and can be listed as:

- the cover fabrics are divided in two categories. Class 1 is resistant to cigarette ignition and may be used in direct contact with conventional polyurethane foam. Class 2 is not resistant to cigarette ignition and these fabrics require an interliner between the filling in order to separate the fabric from the foam, etc.,
- the welt cords, decking substrates, filling materials, back cushion, bolsters have to meet the UFAC requirements as summed up in tables 7 and 8.

Table 7

Test method for...	Configuration	Filling	Cover
cover fabric	L-shaped mock-up	UFAC foam	to be tested
Filling	L-shaped mock-up	to be tested	UFAC.cl.1
Interliner	L-shaped mock-up	UFAC foam	UFAC.cl. 2
Decking	Flat mock-up	to be tested	UFAC.cl. 2
Welt cord	L-shaped mock-up	UFAC foam	UFAC.cl. 2
Interior fabric	L-shaped mock-up	UFAC foam in vertical	UFAC.cl.1

* the ignition source is always a cigarette.
N.B. The UFAC foam and cover are reference materials.

Table 8

Furniture item	Criteria for requirement
Cover fabric	vertical char < 44.5mm class 1 vertical char > 44.5mm class 2
Filling	vertical char <38mm
Interliner	vertical char <50mm
Decking	vertical char <38mm
Welt Cord	vertical char <38mm
Interior fabric	vertical char <38mm

b) California

requires a labelling of the upholstered furniture for sale in the State of California. The first one commonly referred to as "117 flammability label" should be attached to all upholstered furniture which is not claiming the Technical bulletin 116 compliance.

The technical bulletin 117 is concerned with the ignitability of the main components of upholstered furniture. The principle of the relevant test method has been described in 4.2.2. and the table 9 sums up the corresponding specifications.

Table 9

Reference to material	Flame requirement	Smouldering requirement
1.Cellular foams	vertic.test 12 s aver.char l.<152mm indiv.char l.<203mm	L-shap.mock-up Pass cigarette
2.Shredded foams	pillkw test 12s weigh loss <5%	
3.Natural fiber filling	vertic.test 12 s aver.char l.<152mm indiv.char l.<203mm	L-shap.mock-up Pass cigarette
3.Man-made textile filling	45 ° angle test,5s aver.char l.<152mm aver.flame spread >10s	L-shap.mock-up Pass cigarette
4.Loose natural filling	shall be encased in FR fabric/ticking(to see 5.)	Flat surface Pass cigarette
5.Ticking for shredded foam and plumage	vertic.test 3 and 12s aver.char l.<152mm indiv.char l.<203mm	
6.Cover fabric associated with synth. filling	45 ° angle test,1s aver.flame spread >3.5s	
7.Decking fabric	45 ° angle test,1s aver.flame spread >3.5s	

The second label is attached to furniture resistant to ignition by a burning cigarette. This label states that the piece of furniture meets all 116 and 117 technical bulletin requirements. The technical bulletin 116 describes a test method using a mini-mock-up.

The third label is vocated to the furniture that has been exempted from the flammability requirements by law.

5.1.3. Europe

The European countries took care of fire risk coming from upholstered furniture especially in term of home furnishings.

a) United Kingdom

is strongly involved with regulation on upholstered furniture for private dwelling. The main features of the 1988 Nr. 1324 regulation may be summed up as:

- the piece or upholstered furniture shall comply with the cigarette test.
- the piece of upholstered furniture shall not contain any component which do not comply with specifications given in table 10.

Table 10

Reference to material	Flame requirement
1.PU foam in slab form	L-shaped mini mock-up test.source 5 crib reference cover FR PES no flame,no smouldering weight loss < 60g
2.PU foam in crumb form	L-shaped mini mock-up test.source 2 gas burner reference cover FR PES no flame,no smouldering
3.Latex rubber foam	L-shaped mini mock-up test.source 2 gas burner reference cover FR PES no flame,no smouldering
4.Non-foam filling materials material singly	L-shaped mini mock-up test.source 2 gas burner reference cover FR PES no flame,no smouldering
5.Pillow and cushion with primary cover	L-shaped mini mock-up test.source 2 gas burner reference cover FR PES no flame,no smouldering
6.Interliner	L-shaped mini mock-up test.source 5 crib reference cover FR PES reference filling PU foam (which fail the test 1.) no flame,no smouldering
7.Permanent cover	L-shaped mini mock-up test.source 1 gas burner reference filling PU foam (which fail the test 1.) no flame,no smouldering
8.Permanent cover made of at least 75% natural fiber	no requirement (mandatory use of interliner)

Using various reference materials and ignition sources, this regulation represents a selection of means. The choice of the ignition source related to the chemical nature of the material has no apparent ground except conviction. So, the choice of filling reference which does not comply with the regulation does not seem consistent with a neutral approach of the considered fire risk. The above points have some important consequences for products such as foam and man-made fibers and they are likely to be considered as a trade barrier.

5.2. European Community Approach

The UK regulation was a concern for some EC countries which protested to the EEC Commission underlying the aspect trade barrier; on other hand UK urged the commission to adopt its regulation as the basis of a harmonized European regulation. The Commission decided to draft a directive titled as "Council directive on the harmonization of the laws, regulations, and administrative provisions of Member States relating to fire behaviour of upholstered furniture, related articles and constituent products". This directive is based on the principle of the new approach that means it defines the essential requirements in general terms of risk to be controlled and gives a mandate to the Committee of European Normalisation to issue the European standards needed to enforce the directive.

It is an unparalleled opportunity to rationalize the burden of burning behaviour of upholstered furniture. Let scrutinize the main features of this draft:

- the scope of the directive is broad and cover all destinations of upholstered furniture, private dwellings, public buildings, hotels, accommodation facilities, etc.
- the leading line of the directive is the nature, and the level of the risk to control.
- the control of the risk is managed through to a compliance of the manufactured piece of furniture and of the materials that make it up to essential requirements given in general terms.

Three essential requirements seem to be selected:

5.2.1. Ignitability such as:

- ignitability resistance to the sources representative of the smokers' materials and match or lighter risk of every piece of furniture held in the scope of the directive.
- ignitability resistance to an ignition source representative of the common vandalism risk of every piece of furniture held in the scope.
- ignitability resistance to an ignition source representative of the arson risk of every piece of furniture held in the scope.

5.2.2 Escape from Fire

The ignited upholstered furniture should not impair the escape from the fire within a reasonable period of time variable according the occupational parameters of the building. The period is likely to be 3 minutes for the private dwelling.

5.2.3. Inducement of Chain Ignition

- The on-fire upholstered furniture should not induce a chain ignition of the adjacent piece of furniture.
- The essential requirements apply to the piece of furniture and to the materials that make it up.

5.2.4. Certification of Conformity

The procedure which has to be followed by the manufacturer to prove the conformity of the upholstered furniture with the essential requirements is likely to be the EEC declaration of conformity. It is the procedure whereby the manufacturer declares that the upholstered furniture concerned satisfies the requirements of the directive. The manufacturer shall affix the CE-mark to each piece of furniture and draw up a written declaration of conformity. He shall establish a design document giving all relevant technical information in order to characterize the product and assess its conformity with the directive. He shall keep it at the disposal of the relevant notified body for inspection for at least 10 years.

5.2.5. Harmonization Procedure

The EC commission has to mandate the technical Committee CEN 207 to set up the harmonized standards needed to implement the directive. The items of this mandate are likely to be:

- to define ignitability sources and the relevant test methods for furniture,

- to prepare the scenarios and test methods relevant to the second essential requirement,
- to define a test method for the third essential requirement,
- to define a performance classification system for upholstered furniture.

On the other hand, it is important for the material manufacturers to agree on a voluntary harmonized reference system for the assessment of the material burning behaviour in term of technical information.

6. Regulations Outcomes

The above regulations put a pressure on furniture manufacturers and on material producers for upholstered furniture. Let us consider the outcome of each main enforced regulation for the private dwelling. It is too early to do the same with regulations related to public buildings and high risk buildings.

6.1. USA

There, the upholstered furniture shall be resistant to the cigarette ignition.

This requirement induced some changes in the design features, avoiding crevices or welt cords and a selection of arrangement of materials and materials as shown in table 9. So, the cover fabrics shall pass a cigarette test with a standard polyurethane foam, if they fail the test, they shall be used only combined with a cigarette resistant interliner or barrier system between the polyurethane foam and the cover fabric.

The latex foam, which is prone to ignition from a burning cigarette and which can release large amounts of smoke. Kapok, auto-smouldering polyurethane (polyether) foam combined with cellulosic fabrics, feathers and down fillings associated with cellulosic fabrics, heavy weight cotton or cellulosic fabrics, shall be discarded as shown in table 11.

6.2. UK

The furniture and furnishing (fire)(safety) regulations 1988 is so stringent that it discarded a large amount of filling materials and of cover materials as well.

The standard latex foam, polyether foam, polyurethane HR, untreated or treated cellulosic waddings, PES wadding generally fail the test and are discarded.

Unless used with a permitted interliner, unmodified cellulosic and acrylic, polyamide, polyester do not pass the test and are not usable.

This regulation boosts a set of materials such as combustion modified high resilient PU foam, boric acid treated cellulosic filling, flame retardant cellulosic, FR-wool treated, blend with flame retardant chlorofibers or modacrylic fibers and some additional treatments such as the flame retardant backcoating, ect.

Table 11

filling cover fabric	latex foam	PUR polyether Y-smould.	PUR polyether N-smould.	feather down kapok	PUR HR
cellulosic fabric (light)	F	F	P	F	P
cellulosic fabric(heavy)	F	F	F	F	P
cellulosic fabric FR	F	P	P	P	P
PES	F	P	P	P	P
Acrylic fabric	F	P	P	P	P

e sc(to see t

6.3. EC

As it concerns the future EEC regulation for private dwelling we can only draw two assumptions such as this alternative:

6.3.1. Only the upholstered furniture

have to comply with the essential ignitability requirements, the constituents materials by their own do not.

In this configuration, the following combination of cover fabric and filling are successful:

- FR cellulosic fibers (FR-treated or blended), wool-modacrylic blends, wool-chlorofiber blends with the main fillings materials such as PU HR foam, PU CMHR foam, PU polyether foam, PU polyether foam crumbs, loose PES, PES wadding, feather and down.
- FR PES, modacrylic, chlorofiber with a limited set of fillings such as PU HR foam, PU CMFR foam, PU CMHR crumb, PES wadding, feather and down.
- Standard PES, with a more limited set of fillings such as PU HR foam, PU CMFR foam, PU CMHR crumb, feather and down.

Some materials are likely to be unsuccessful on the full or a wide range of combinations. So are the cellulosic, acrylic fibers in general, latex foam and polyether PU foam. Polyamid fibers are intermediate.

6.3.2 The upholstered furniture and their constituents

have to comply with the ignitability requirements. The PU HR foam is likely to become the reference filling.

Therefore the following materials will meet the first essential requirement:

- as cover materials: FR cellulosic fibers, FR wool, standard PES, FR PES, Modacrylic, Chlorofiber, wool modacrylic or chlorofiber blends,

- as fillings: PU HR foam block and crumb, PU CMHR foam block and crumb, FR cellulosic wadding, wool wadding, feather and down.

References

- 1) Mourareau, R., Thomas, M.: Fires in Building; EEC Commission, Elsevier (1985)
- 2) Williams, S.S.: Flammability Regulations and Standards in the USA for Upholstered Furniture; Technomic (1985)
- 3) ISO Standard 8191: Furniture-Assessment of Upholstered Furniture; Part 1: Ignition Source Cigarette; Part 2: Ignition Source: Match Equivalent; Part 3 (ISO/DIS 8191): Larger Ignition Source
- 4) EEC Commission, DG3: Draft Directive on the Approximation of the Laws, Regulations and Administrative Provisions of the Member States Relating to Fire Behaviour of Upholstered Furniture Related Articles and Constituent Products (1990)
- 5) UK-1988, No 1324, Consumer Protection: The Furniture and Furnishings (Fire)(Safety) Regulations 1988
- 6) BS 5852 (Part 1 and 2): Methods of Test for the Ignitability of Upholstered Furniture by Smouldering and Flaming Ignition Sources
- 7) BS 7176: Resistance to Ignition of Upholstered Furniture
- 8) BS 6807; Draft Revision: Method of Assessing the Ignitability of Mattress, Divans, Bed Bases with Primary and Secondary Sources of Ignition

Sicherheit





Die überlegene Schmierfähigkeit von Mobil 1 beweist sich vor allem im Winter. Bei Tiefsttemperaturen.

Volle Schmierung vom ersten Augenblick an. Der Motor wird geschont – und Ihre Brieftasche.

Das kann das vollsynthetische Mobil 1. Denn Mobil 1 besteht durch und durch aus idealen Molekülen.



Der Leichtlaufschmierstoff.

PBI-Fibres for Heat Protective Clothing (PBI-Fasern für Hitzeschutzkleidung)

M.J. Slapak, Hoechst AG, Frankfurt/Main, Bundesrepublik Deutschland, T.G. Reec, R.F. Tetreault, Hoechst-Celanese Corp., Charlotte, USA

The physical and thermal properties of PBI high performance fiber, by Hoechst AG, and PBI's application in heat protective garments will be described.

PBI, initially developed for use in the U.S. space program, has broadened its applications to include a variety of commercial uses for industrial and military markets.

Engineered fiber blends and fabric designs of PBI fiber blended with other fibers (aramids and viscose FR) are presented.

Data from various standard tests compare heat protective and thermal resistance properties of PBI and other fabrics. The use of PBI fibers in a variety of heat protective clothing is discussed.

Die physikalischen und thermischen Eigenschaften der PBI-Hochleistungsfaser, der Hoechst AG, und die Verwendung von PBI für Hitzeschutzkleidung werden beschrieben.

Ursprünglich wurde PBI für den Gebrauch im U.S.-Raumfahrtprogramm entwickelt. Das Anwendungsgebiet von PBI ist jedoch ausgedehnt worden, um eine Vielzahl gewerblicher Nutzungen auf dem industriellen und militärischen Markt mit einzubeziehen.

Angewandte Fasermischungen und Stoff-Designs aus PBI-Fasern, gemischt mit anderen Fasern (Aramide und Viskose FR), werden vorgestellt.

Ergebnisse von verschiedenen Standard-Prüfungen vergleichen die Eigenschaften von PBI und anderen Stoffen bezogen auf Hitzeschutz und thermische Resistenz. Die Nutzung der PBI-Faser für eine Vielfalt von Hitzeschutzkleidung wird noch diskutiert.

1. Introduction

Polybenzimidazole, known commercially as PBI, is a high-performance organic fiber, produced by Hoechst Celanese, the U.S. daughter firm of Hoechst AG. Hoechst Celanese is the only commercial producer of PBI in the world. From a production plant located at Rock Hill, S.C., PBI fiber is shipped to customers around the world.

PBI, initially developed for use by NASA for brake parachutes, tether lines and nonflammable protective space suits, has broadened its application base to include a wide variety of commercial uses for industry and military markets in the U.S., Europe and the Far East. Through the development of engineered fiber blends and fabrics, present-day applications for PBI include protective apparel; aircraft interior fabrics, such as seat fire blocking layers and vertical wall fabrics; asbestos-alternative uses; and industrial high-temperature resistant fabrics. Other forms of PBI, such as polymer resins and Celazole® molded parts are also available from Hoechst Celanese. The scope of this paper, however, is limited to the discussion of PBI fiber uses in heat-protective clothing.

2. Fibre Properties

PBI fiber possesses a unique combination of thermal and chemical resistance and true textile properties. These outstanding properties offer new and exciting engineering options for high-temperature protective textiles.

- Will not burn in air.
- Will not melt, drip, shrink or embrittle when exposed to heat and flame.
- Emits little or no smoke or toxic gasses when exposed to high temperature.
- Maintains strength and integrity at temperatures of 300 °C or higher depending on ambient conditions.
- Has excellent resistance to acids, bases, solvents, fuels and steam.

- Provides excellent garment comfort due to its high moisture regain.
- Processes easily on conventional textile equipment.

The textile properties of PBI fiber are comparable to other typical textile fibers. As shown in table 1, the tensile properties of PBI fiber are similar to those of viscose and cotton. PBI crimped-staple fiber is available in 38 mm, 50 mm and 76 mm lengths.

Table 1: Physical properties PBI fiber

DPF	1.7 dtex
Tenacity	2.4 cN/tex
Breaking Elongation	28.5 %
Initial Modulus	28.0 cN/tex
Crimp	28.0 %
Finish	0.25 %
Specific Gravity	1.43
Moisture Regain @ 20°C, 65 % RH	15.0 %
Boiling Water Shrinkage	<1.0
Hot-Air Shrinkage @ 205°C	<1.0 %
Specific Heat	0.3 cal/gm•K
Limiting Oxygen Index	>41.0 %
Surface Area resistivity @ 21°C, 65 % RH	1 x 10 ¹⁰ ohm/cm
Color	gold
Standard Cut Lengths	38, 50, 76 mm
Thermal Conductivity	0.038 watt/m•K

Various test methods are available to quantify the degree of thermal stability. Limiting oxygen index (LOI) and thermogravimetric analysis (TGA) have been used extensively to characterize PBI fiber and fabric. Controlled experiments utilizing high temperature and flame exposures, which simulate actual use conditions, are also often used to compare the relative performance of PBI fabrics to competitive fabrics.

The limiting oxygen index, or LOI, refers to the lowest concentration of oxygen that will sustain burning of a material. The LOI for meta-aramid is 28 % and for FR cotton is 26 - 32 % where as PBI has an LOI of 41 %.

During a programmed temperature rise of 20 degrees/minute, thermogravimetric analysis indicates that PBI retains more than 80 % of its original weight in temperatures up 450 °C. More than 90 % of PBI's weight is retained after 6 hours exposure at 350 °C. PBI can withstand exposures at 600 °C up to about 5 sec.

Strength retention is another indicator of thermal stability. After 60 minutes of exposure at 300 °C, PBI-Fiber retains 100 % of its original strength. PBI also holds up well after short-term exposures as high as 815 °C. As for long-term exposure, PBI retained 66 % of its strength after an 8-week exposure to 230 °C.

When exposed to flame, PBI generates very little smoke. As measured by the ASTM E-662 Flame Tunnel test, on a smoke generation scale of 0 for asbestos to 100 for red oak, PBI is rated 0. Smoke density of PBI, as measured by ASTM E-662, was 2.0 at decomposition, as compared to 36.0 for FR viscose.

The excellent wear comfort of PBI-containing garments is largely attributed to PBI's high moisture regain of nearly 15 %. This unusually high regain provides wear comfort that has been judged comparable to cotton by the Gillette Research Institute¹. Both cotton and PBI achieved comparable comfort ratings with regard to moisture and surface texture related sensations during a controlled perception study. Comfort of PBI-containing garments is further enhanced by the capability of achieving excellent protective performance with lighter weight fabrics.

3. Engineered Blends

To meet the demanding and varied cost - performance requirements of the many high-performance, heat-protective clothing applications, it is unlikely that any single fiber or fabric concept can be universally suitable. Therefore, it is appropriate to consider engineered fiber blends and fabric designs chosen based on the requirements of the intended end use. Engineered fiber blends offer levels of protection, comfort, durability and cost performance that no single fiber alone can offer.

The properties of PBI fiber offer many advantages and options to the textile design engineer. Selected combinations of PBI fiber with other high-performance fibers, such as para-aramids, meta-aramids, FR viscose, and others in properly designed fabrics and garments, offer improved comfort, flame resistance, chemical resistance, thermal stability and cost performance over traditional materials.

Continued developments have shown that 20 to 40 % PBI in combination with other high-performance fibers offers significant cost-performance advantages. The selection of appropriate blend fiber and blend ratio is, of course, dependent upon the performance requirements of the particular application under consideration.

Three basic PBI fiber blends have been particularly well-accepted in the protective clothing market. These are 40/60 PBI/para-aramid, 20/80 PBI/meta-aramid and 20/80 PBI/FR viscose. Of course, other PBI blends may also be acceptable to specific end uses. And in fact such blends have been developed. These include various ratios of PBI with one or more other fibers, such as FR-treated wool or cotton, preox, glass and others in intimate blends or core-spun yarn concepts. However, for the purpose of demonstration, this paper will concentrate on the three principal PBI blends mentioned previously.

The 40/60 PBI/para-aramid fiber blend offers the optimum combination of durability and flame resistance versus other commercial fiber blends available for heat-protective clothing. PBI fiber contributes thermal stability and comfort, while the para-aramid fiber offers extra strength and added durability. This blend offers the possibility of designing lighter-weight, more flexible and, thus more comfortable and less heat-stress-producing, heat-protective garments.

The 20/80 PBI/meta-aramid blend provides improved comfort and greater thermal resistance than 100 % aramid fabrics. PBI fiber brings improved wear comfort due to its high moisture regain. PBI also minimizes heat shrinkage and embrittlement. The meta-aramid fiber provides extra strength and broadened color capability.

The 20/80 PBI/FR viscose blend optimally combines the properties of these two fibers. PBI fibers add a significant measure of flame resistance. Both PBI and FR viscose fibers contribute significantly to wear comfort due to the high moisture regain of each. The FR viscose fiber offers easy dyeability and, thus, broad color possibilities.

To demonstrate the utility offered by PBI fiber, the fiber blends and fabrics shown in table 2 were evaluated for physical, flame and thermal properties. The key PBI blends introduced above are compared to fabrics of commercial European interest, including meta-aramid, FR cotton, FR wool and polyamide-imide.

Physical properties, summarized in table 3, show the high strength of PBI blends, particularly PBI/para-aramid. Here is an example of the value of fiber blending, combining the best of both fibers - the strength and lower cost of the para-aramid with the thermal protection, comfort and textile processability of PBI. The PBI/para-aramid's strong physical properties are also reflected in good abrasion performance. High fabric strength permits durable, light weight, and comfortable fabrics, while providing thermal and flame protection.

Table 2: Fabric comparisons

Fiber Blend	%	Fabric Weight (gm/m ²)
PBI/para-aramid	40/60	254
PBI/meta-aramid	20/80	149
PBI/FR viscose (knit)	20/80	203
Meta-aramid	100	251
Polyamide-imide	100	227
Polyamide-imide/para-aramid	68/32	210
FR wool	100	424
FR cotton	100	356

Table 3: Physical property comparisons

Fiber Blend	Grab Strength (kg) ASTM - D1682	Trapezoid Tear (kg) FSTM-5136
PBI/para-aramid	160 x 140	41 x 32
PBI/meta-aramid	104 x 66	18 x 9.3
PBI/FR viscose (1x1 rib knit)	36	N/A
Meta-aramid	121 x 97	22 x 44
Polyamide-imide	96 x 59	56 x 54
Polyamide-imide/para-aramid	97 x 67	31 x 29
FR wool	106 x 57	14 x 5.9
FR cotton	84 x 71	5.4 x 4.5

Flammability test results using a *vertical burn*, U.S. Federal Standard Test Method 191-5903, and a Hoechst Celanese developed dynamic flammability test illustrate PBI's excellent flame resistance and fabric integrity (table 4). FSTM 5903's vertical flammability test exposes fabric to a 12-second burn in a gas flame of specified intensity. This test is similar to test methods existing or being developed in Europe, such as CEN TC 162 WG2 Project 6, where similar test results would be expected. Char length measurements reflect the tear length of the sample when specified weights are suspended on the burned specimen. In this manner, the vertical flammability also reflects the degree of char integrity. As table 4 indicates the PBI blend fabrics have low char length due to minimizing the flame

Table 4: Flammability comparisons

Fiber Blend	Vertical Flammability ¹⁾ Char Length (mm) Warp x Fill	Dynamic Flame ²⁾ Time to Failure (sec)
PBI/para-aramid	12 x 9	86
PBI/meta-aramid	39 x 44	44
PBI/FR viscose (knit)	28	--
Meta-aramid	75 x 76	12
Polyamide-imide	41 x 41	5
Polyamide-imide/para-aramid	13 x 13	46
FR wool	44 x 43	10
FR cotton	47 x 50	6

1) U.S. FSTM 191-5903 12 sec. exposure to vertical gas flame of 20.1MJ/m³

2) Hoechst Celanese Dynamic Flammability Test. Fabric face exposure to natural gas flame at 920°C. Sample is 70 x 305 mm with 1000 gm suspended weight.

spread and maintaining the integrity of the charred area. PBI/para-aramid blends have the lowest char length. Moreover, the value of blending 20 % PBI with 80 % meta-aramid can be seen in the 50 % char length reduction compared to 100 % meta-aramid. Blends without PBI, severely weakened by the contact with flame, have longer char length. None of the fabrics tested exhibited after flame.

Hoechst Celanese has developed a flammability test to simulate the dynamic response of a fabric under stress during escape from a flame exposure; for example, at the elbow or knee. The *dynamic flammability* test evaluates the integrity of the fabric during a flame exposure. This is indicative of the time allowed for escape before encountering flame breakthrough and subsequent exposure of underlying fabric or ultimately the wearer of the garment. Failure time is the time to fabric break during flame exposure under the constant load. As seen in table 4 the meta-aramid, polyamide-imide and natural fibers have failure times of less than 12 seconds. These times can be extended dramatically, up to 86 seconds, with appropriate PBI blends. The PBI fiber properties of supple char formation and dimensional stability to flame exposure offer significant improvements when blended with other high-performance fibers.

The *Thermal Protective Performance* test (TPP) is a thermal exposure test used to rate fabrics and composites for protection from second-degree burns. It measures the amount of heat flux through a fabric sample. Through utilization of the Stoll tissue tolerance model², the protection time offered by a fabric or combination of fabrics before incurring a second-degree burn can be predicted.

The PBI blend TPP results, summarized in table 5, shows that the 40 % heavier FR cotton fabric has 35 % lower TPP than PBI/para-aramid. The 67 % heavier FR wool has only a 38 % greater TPP. The 100 % meta-aramid exhibited a TPP rating equal to the PBI/meta-aramid blend, but at 64 % heavier weight. Thus, PBI fiber blends offer effective protection from second-degree burns with lighter fabrics.

Table 5: Thermal protection comparisons

Thermal Protection Performance (TPP)¹⁾

Fiber	cal/cm ²	Appearance
PBI/para-aramid	15.4	Supple
PBI/meta-aramid	11.2	Stiffened Char
PBI/FR viscose (knit)	11.0	Supple
Meta-aramid	11.2	Brittle Char
Polyamide-imide	9.8	Brittle Char
Polyamide-imide/ para-aramid	13.5	Brittle Char
FR wool	21.2	Consumed w/i 15 sec.
FR cotton	10.0	Brittle Char

1) 2 cal/cm² 50/50 convective/radiant exposure

More importantly than the TPP value, which can be affected by fabric weight, thickness and construction, the appearance and integrity of the TPP exposed sample provides insight into the real life protective character of the fabric. After exposure to the TPP thermal heat flux for 10 seconds, PBI/para-aramid fabric maintains a soft, supple, and intact char minimizing the possibility of the garment breaking open and, thus, sacrificing flame protection. Other materials, such as the aramids and natural fibers, embrittle, crumble and break open under these conditions.

4. Applications

From its origin in the NASA space program, PBI has extended its usefulness to encompass a broad spectrum of applications in aerospace, military and industrial textile products. In these fields, PBI's unique combination of thermal performance, chemical resistance, comfort, and textile processability offer exciting new options in product design.

A. PBI/para-aramid

Fire-Service

The use of PBI in firefighter's turn-out gear has raised the performance of protective apparel to a new level. PBI is the basis for a series of innovative fabrics engineered to meet the tough demands of a firefighter's job.

Fabrics of 40/60 PBI/para-aramid blend have gained rapid acceptance as the shell fabric for NFPA-accepted bunker gear in the U.S. Similar fabric in conjunction with Goretex vapor barrier membrane was the first ensemble to meet the British A-26 specification for U.K. fire tunics and is gaining rapid acceptance in this as well as other European markets. Due to the high risk probability of direct heat and flame exposure, these woven PBI fabrics typically weigh 200 - 250 g/m².

Since PBI/para-aramid blend fabrics offer outstanding heat-protective advantages over other outer-shell fabrics of equal or heavier weight, fire-fighter ensembles can be designed that are lighter-weight and more flexible. This is accomplished by use of state-of-the-art, lighter, thinner materials for the inner components of the garments. These garments are more comfortable to wear and create less heat-stress without sacrificing protection from flame and heat. These are not experimental suppositions but have been proven time and again in actual field use.

In addition to the primary protective parts of the firemen's garment i.e. coats and pants, PBI/para-aramid fabrics are used in other types of engineered protective equipment. These include firemen's boots, gloves, helmet ear flaps and liners.

Aluminized Garments

Aluminized PBI/para-aramid blend fabrics are used for fire entry and proximity garments and airport crash rescue garments by industrial, civilian and military groups. Traditional aluminized garments are fabricated from woven fabrics of finished weights in the range of 300 to 600 g/m² or more. These fabrics are made of either aramid, glass, viscose or other fibers. Aluminized woven fabrics of PBI/para-aramid have also been commercially used. However, woven fabrics, in addition to generally being heavy and stiff, tend to crease in the same area each time the fabric is flexed. This repeated flexing causes cracking of the aluminization thus reducing radiant heat protection and shortening the useful life of the garment.

A specialized knit fabric of PBI/para-aramid fiber blend has recently been developed. This rip-knit fabric weighs only about 237 g/m² after aluminization.

Table 6 clearly shows the performance advantages of this aluminized knit fabric versus traditionally used 100 % meta- and para-aramid woven fabrics.

Significantly lighter weight PBI/para-aramid knit fabric is 3 to 5 times more flexible than aluminized 100 % aramid fabrics. Being of a special knit construction, the PBI/para-aramid fabric does not crease in the same area with repeated flexing. Yet this fabric is as protective as the heavier weight fabrics with lower char length and comparable TPP test results. Thus, garments of PBI/para-aramid are longer lasting lighter-weight, more flexible and more comfortable to wear, without loss of heat protective value versus garments of more traditional material.

Table 6: Comparative properties of aluminized PBI/para-aramid versus conventional aluminized fabrics

Properties	PBI/Para-aramid	Meta-aramid	Para-aramid
Blend (%)	33/67	100	100
<i>Physical Properties</i>			
Fabric Type	Knit	Woven	Woven
Weight (gm/m²)	237	305	373
Force to Bend (gm)			
Outer Elbow	65	240	295
Inner Elbow	130	240	300
<i>Thermal Properties</i>			
FSTM 5903 Vertical Flammability			
Char Length (mm)	10	79	15
Thermal Protective Performance (TPP)			
Structural, single layer (cal/cm ²)	12.0	13.0	14.0

Industrial Apparel

Garments of PBI/para-aramid blend fabrics provide outstanding protection and comfort for workers in chemical plants, refineries and electrical utilities. These garments are usually fabricated from woven cloth weighing 150 - 180 g/m². Although lighter weight because the risk of flame or excessive heat exposure is significantly less than that of firefighters, these garments afford the opportunity for escape and survival.

Table 7 compares physical and thermal properties of equal weight fabrics of 40/60 PBI/para-aramid and 95/5 meta-/para-aramid blends.

The resultant moisture regain of the PBI blend fabric is more than double, i.e. 7.7 % vs. 3.5 %, that of the comparative fabric resulting in a garment that is more comfortable to wear as well as more protective. The tear strength, tensile strength and

Table 7: Comparative properties of coverall fabrics of PBI/para-aramid versus 100 % aramid

Properties	40 % PBI/ 60 % Para-aramid	95 % Meta-aramid 5 % Para-aramid
<i>Physical Properties</i>		
• Weave	2 x 1 Twill	Plain
• Weight (gm/m ²)	153	153
• Theoretical Moisture Regain (%)	7.7	3.5
• Elmendorf Tear Strength (WXF) (N)	138 x 124	44 x 49
• Tensile Strength (WXF) (N)	636 x 645	396 x 409
• Random Tumble Pilling ¹ : 60 Minutes	3-4	1
• Flat Abrasion ¹ : Cycles, 280A Emery	3-4	1-2
• Electrical Resistivity (WXF) (ohm/cm ²)	2 x 10 ¹¹	2340 x 10 ¹¹
<i>Thermal Properties</i>		
• Vertical Burn (WXF) ² : Char Length (mm)	0.7 x 0.7	2.8 x 2.9
• Thermal Protective Performance (TPP) (cal/cm ²)	11.0	11.0

1) Pilling and flat abrasion are rated on a 1-5 scale: 5 = superior, 3 = acceptable, 1 = poor

2) FSTM-191-5903

abrasion resistance are significantly improved. In industrial applications a key advantage is the lower electrical resistivity with PBI/para-aramid blend. After vertical flame burn tests, fabric integrity of the PBI-containing fabric is 3 - 4 times greater than the aramid fabric. The PBI fabric does not shrink, embrittle or break open after severe flame exposure whereas the other fabric does.

B. PBI/meta-aramid

Military Apparel

For use in military flight suits and chemical defense garments, PBI combines its unique comfort and protection properties with the durability and color range of meta-aramid. The 20/80 PBI/meta-aramid blend in a woven fabric weight of about 150 g/m² provides performance that meets current U.S. military flightsuit specifications. These performance requirements include: strength, flame resistance, static dissipation, moisture absorbency, and launderability. These fabrics are also receiving growing interest and acceptance from NATO and various European military establishments.

The addition of PBI improves the wear comfort and thermal stability by providing a softness that endures even after exposure to flames. Use of 20 % PBI significantly reduces the shrinkage, embrittlement and break-open characteristics associated with meta-aramid fibers after exposure to flame. The meta-aramid fibers widen the range of fabric color possibilities due to the natural white color. The meta-aramid also adds an extra measure of tensile strength to the blend fabric.

This same fiber blend and fabric concept is a leading contender as the thermally resistant outer shell fabric for a new generation of chemical defense garments for the military.

C. PBI/FR Viscose

Protective Undergarments

In addition to the protective outer garments worn by firemen, race drivers, military and industrial personnel, some level of protection must also be offered by the garments worn underneath. This provides an additional opportunity for escape and survival in the event that extreme and unexpected hazardous conditions occur which severely stress or cause failure of the primary protective outer garment.

These applications include protective hoods, underwear, T-shirts and socks. The garments are usually fabricated from knit fabrics weighing about 200 g/m².

To offer the high degree of comfort required by garments which are in direct contact with skin, plus the thermal resistance necessary for back-up protection, knit fabrics of 20/80 PBI/FR viscose have been developed. The higher moisture regain of PBI/FR viscose fabrics improve the comfort. As shown in table 8 these fabrics reduce flammability and thermal shrinkage and improve thermal protective performance compared to similar weight 100 % meta-aramid knit fabrics.

Table 8: Typical properties of PBI vs. aramid in fabrics for protective hoods

Property	PBI/FR viscose	Meta-aramid
Style	1 x 1 rib	1 x 1 rib
Weight (gm/m²)	203	203
Vertical Flammability (FSTM-191-5903)		
After-glow (sec)	0.5	4.3
Char length (mm)	27.9	57.1
Thermal Protective Performance		
Single layer (cal/cm ²)	11.0	8.7

5. Conclusion and Summary

The development and commercialization of PBI staple fiber ushers in a new area of performance for protective apparel. By combining the unique properties of PBI fiber with other high-performance fibers in conventional, as well as unique ways, fabrics can be made that provide superlative comfort and thermal protection from flames, radiant heat, and contact heat.

PBI blends are being proven effective in civilian, industrial and military markets, through rigorous laboratory tests, field evaluations and actual use. PBI is backed by more than 7 years

of commercial development and currently has a team of marketing and development professionals prepared to assist you in the heat protective clothing market.

References

- 1.) DeMartino, R.N.: "Comfort Properties of Polybenzimidazole Fiber", Text. Res. J., 516-521 (1984),
- 2.) Stoll, A.M., Chianta, M.A.: "Method and Rating Systems for Evaluation of Thermal Protection", Aerospace Medicine, Vol. 40, No. 11, 1232-1238, Nov. 1969



IREVIRA

AUSTRIA FASERWERKE Gesellschaft m.b.H.
A-4860 Lenzing

Herstellung und Vertrieb von Polyester-Stapelfasern sowie -Konverterkabeln und -Konverterzügen

Qualitätssicherungssysteme - Organisation, Aufbau, Komponenten
(Quality Assurance Systems - Organization, Structure, Components)

Dipl.-Ing. H. Forstner, Lenzing AG, A-4860 Lenzing, Austria

Die wirtschaftliche Sicherstellung der Qualität ist nur durch eine Betrachtungsweise, die sich, von der Führungsebene ausgehend, auf die operativen Bereiche erstreckt und alle Produktphasen umfaßt, erreichbar. Qualitätssicherung (QS) ist somit eine interdisziplinäre Führungsaufgabe im Unternehmen. Diese systemorientierte Denkweise ist auf Fehlerverhütung ausgerichtet, deren Abstützung durch ein bereichsumfassendes QS-System erfolgt. QS-Systeme, deren Zweck die marktgerechte Erfüllung der Qualitätsforderungen zu möglichst geringen Kosten ist, normativ zu regeln, reicht bis in die 60er Jahre zurück. Der Abschluß dieser Bemühungen stellt sich heute in Form der Normenreihen ISO 9000 und EN 29000 dar.

Ein Vergleich der in den QS-Regelwerken beschriebenen QS-Systeme zeigt, daß deren Struktur sehr ähnlich ist. Die einzelnen Elemente lassen sich zu übergeordneten Komponenten, wie Qualitätsaudit, QS-Dokumentation, QS-Strukturorganisation und QS-Ablauforganisation zusammenfassen. Da QS ein Problem der Ablauforganisation ist und sich strukturell nur unzureichend regeln läßt, ist letztere die bedeutendste.

Das aus der ISO 9000 resultierende QS-System-Modell besteht aus 4 Bausteinen: Führungselemente, phasenspezifische Elemente, phasenübergreifende Elemente sowie unterstützende Elemente. Auf die Unternehmenserfordernisse abgestimmte, eigenwirtschaftliche QS-Systeme sind heute ein Beitrag zur Unternehmenssicherung und tragen wesentlich zum Unternehmenserfolg bei.

The economical assurance of quality can only be achieved if quality reaches from managerial level through to all operations and product stages e.g. marketing, production etc. Quality assurance is thus an interdisciplinary managerial function within a company. This system-oriented approach is aimed at prevent defects and is supported by a quality assurance system which covers all areas of the company.

Quality assurance systems, which aim at ensuring quality meets market requirements whilst not losing sight of the cost, originated in the 1960's. Quality assurance research has resulted in the present standards ISO 9000 and EN 29000.

A comparison of the quality assurance systems described in QA standards shows that the structure of all of these systems is very similar. The individual elements can be grouped together under headings such as quality audit, quality assurance documentation, QA structural organisation and QA process organisation. Since Quality Assurance is principally a question of how operations are organised and cannot be effectively achieved by mere structuring, the final element listed, i.e. process organisation, is the most important one. The Quality Assurance model presented in ISO 9000 is made up of four groups: management responsibilities, phase specific elements, operations covering all areas of the company and support services. Tailor-made quality assurance systems help secure the company's future and prosperity.

1. Einleitung

Jeder Kaufschluß beruht auf dem Ergebnis der Beurteilung der Parameter *Preis*, *Termin* (*Lieferzeit*), *Qualität* (*Nutzen*). Das gilt in jedem Wirtschaftssystem sowie für ein materielles Produkt wie auch für ein immaterielles Produkt.

Preis und Termin sind Angaben, die für jedermann leicht verständlich und beurteilbar sind: nicht so die Qualität. Unter Qualität versteht man die Zusammenfassung aller Merkmale und Eigenschaften eines Produktes, die dieses für einen vorgegebenen Verwendungszweck, für vorgegebene Erfordernisse geeignet macht (Abb. 1a).

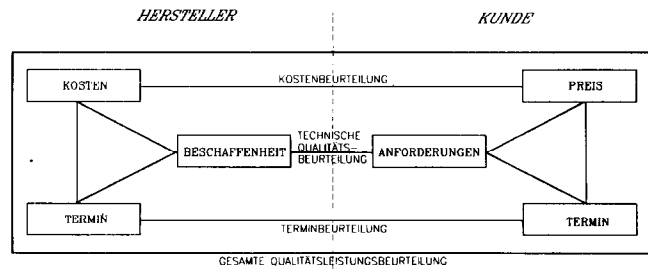


Abb. 1a: Qualitätsdefinition und Beurteilung

Die Beurteilung der Produktqualität ist nur durch Gegenüberstellung - *Anforderungen* (Erfordernisse) zu *Beschaffenheit* (Merkmale, Eigenschaften) - möglich.

Entscheidend ist dabei die Möglichkeit der Merkmalbeurteilung durch den Kunden. Drei Merkmalkategorien kennzeichnen jede Ware, nämlich

- die zerstörungsfrei prüfbaren Merkmale,
- die zerstörend prüfbaren Merkmale,
- die zeitabhängigen Merkmale.

Vollständig beurteilbar sind, entsprechenden Mitteleinsatz vorausgesetzt, die zerstörungsfrei prüfbaren Merkmale. Zur Beurteilung der nur durch Zerstörung prüfbaren Merkmale sind Stichproben erforderlich. Damit verbunden sind die kalkulierbaren, aber unvermeidlichen Risiken statistischer Aussagen. Die Beurteilung der zeitabhängigen Merkmale, die zugleich die wichtigsten sind, ist im Kaufstadium durch den Kunden überhaupt nicht möglich.

Selbst Garantien, die sich auf Produkteigenschaften beziehen, nützen dem Kunden wenig. Die Folgen, wie Produktionseinbußen und -ausfall und der Ärger bleiben unbezahlt.

Der Kunde ist daher gezwungen, den Herstellern und ihren Produkten einen Vertrauensvorschuß zu gewähren. Diesen wird der Kunde nur jenen Herstellern entgegenbringen, die ihm überzeugend nachweisen, daß die Qualität systematisch gesichert wird und Fehler daher nicht zu erwarten sind.

Dafür reichen die traditionellen und guten Maßnahmen der herkömmlichen Qualitätskontrolle, wie Analysen, Messungen, Prüfungen, nicht mehr aus. Für die Sicherstellung der Qualität ist heute die Verankerung der interdisziplinären Aufgabe *Qualitätsmanagement*, in deren Rahmen geführt, überwacht und korrigiert wird, in den Unternehmen erforderlich.

Das Qualitätsmanagement verlangt eine systemorientierte Denkweise, die auf Fehlerverhütung ausgerichtet ist, und von der Führungsebene ausgehend, sämtliche Ebenen und Produktphasen erfaßt. Abgestützt wird das Qualitätsmanagement durch ein das gesamte Unternehmen umfassendes Qualitätssicherungssystem, das den gesamten Qualitätskreis (Abb. 1b) abdeckt.

Der *Qualitätskreis* - von Professor *M a s i n g* entwickelt und heute Bestandteil verschiedenster QS-Normen - ist ein Modell für das Ineinandergreifen der Beiträge zur Produktqualität aufgrund der Ergebnisse von Tätigkeiten in den Produktphasen und für das Sichtbarmachen, daß die Produktqualität in allen Phasen beeinflußt wird und daher entsprechend sichergestellt werden muß, und zwar von jenen, die in den Phasen qualitätsrelevante Tätigkeiten durchführen.

2. Bedeutung des Parameters Qualität

Jeder Kunde wird die Produkte jenes Herstellers kaufen, bei welchem er für sein gutes Geld, das er bereit ist auszugeben, die meisten seiner Anforderungen befriedigt sieht, d.h., die für ihn den größten Nutzen bringen.

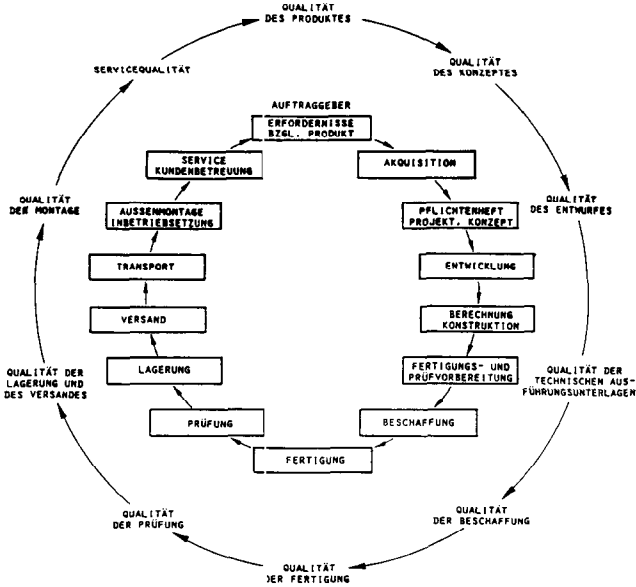


Abb. 1b: Qualitätskreis (nach ÖNORM A6671)

Ist die Produkthanwendung für den Kunden enttäuschend, weil seine Anforderungen oder Zusagen nicht erfüllt wurden, so wird er den Hersteller, insbesondere wenn andere Anbieter seine Anforderungen im jeweiligen Preissegment besser erfüllen, wechseln.

Die mit dem Produkt gemachten schlechten Erfahrungen behält der Kunde nicht für sich. Er gibt diese gerne weiter und beeinflusst dadurch die Kaufentscheidung weiterer, möglicher Kunden. Untersuchungen zeigten, daß ein Ansprech-Multiplikator in der Größenordnung von 7 - 11 bei Produktunzufriedenheit anzusetzen ist.

In Summe bedeutet das einen beachtlichen Umsatzrückgang und Marktanteilsverlust für den betroffenen Hersteller. Für die Konkurrenz, die die Kunden erkennbar besser zufriedenstellt, vergrößern sich Umsatz und Marktanteil.

Das Unternehmensziel muß daher lauten:

„Zufriedenstellung der Kunden durch Qualität, und dies zumindest auf dem gleichen Niveau wie dies die Konkurrenz tut“

Nur über die möglichst vollständige Erfüllung der Kundenforderungen im jeweiligen Preissegment können Marktanteile, Mengen und Gewinn nachhaltig gesichert und ausgebaut werden. Die Qualität ist somit eine wesentliche Voraussetzung für den Geschäftserfolg.

Der empirische Nachweis diesbezüglich wurde durch die PIMS-Studie von B u z z e l bereits 1978 erbracht (Abb. 2). Die wesentliche Aussage der PIMS-Studie ist:

„Strategien, die auf eine überdurchschnittliche Qualität - im Verhältnis zur Konkurrenz im jeweiligen Preissegment - ausgerichtet sind, sind in der Regel ertragreicher.“

Diese Aussage wurde durch die Untersuchungen von P ü m p i n bestätigt (Abb. 3), die folgendes ergaben:

„Unternehmen mit einer Marktorientierung sind erfolgreicher als nur kostenorientierte Unternehmen.“

Qualitätsorientierung nach Markterfordernissen ist daher die logische Konsequenz für die Unternehmen.

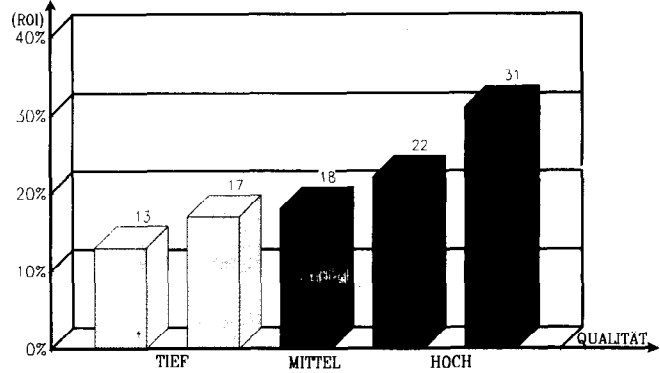


Abb. 2: Abhängigkeit des ROI von der Marktleistungsqualität nach Buzzel: PIMS-Letter Nr. 4 (1978)

FIRMENTYP	FIRMENPROFIL / ZIELE	FIRMEN ERFOLGSCODE				
		1	2	3	4	5
KOSTEN GEWINNORIENTIERUNG	1. LIEFERN UND KUNDENBETREUUNG 2. WETTBEWERB FÜR KAPAZITÄT/SAPPLASSTÄTTE 3. KURZE LIEFERFRISTEN 4. IN DEN VERTRÄGEN SICH FÜR 5. DURCHFÜHRUNG KONTRAKTE 6. NUTZ FÜR DIE QUALITÄT 7. SUCHUNG OPTIMALER ORGANISATION					
MARKT QUALITÄTS ORIENTIERUNG	1. ZUNehmende KUNDENZUFRIEDENHEIT 2. HOHE FLEXIBILITÄT 3. HOHE TECHNOLOGIE 4. GUTE INTERNE ZUSAMMENARBEIT 5. ENTWICKLUNG, FÖRDERUNG DER MA 6. EFFIZIENTE KOSTENWIRTSCHAFTUNG 7. EFFIZIENTE NEUWIRTSCHAFTUNG					

Abb. 3: Kosten- oder Marktorientierung nach Pümpin: Schweizer Handelszeitung

3. Qualitätssicherungsregelwerke und Normen

Die Geschichte der QS-Regelwerke reicht bis Anfang der 60er Jahre zurück. Bis Mitte der 80er Jahre entstanden zahlreiche branchenspezifische und nationale QS-Regelwerke. Ergänzt wurden diese durch firmenspezifische Regelwerke.

Aufbauend auf all diesen Regelwerken, wurde 1987 zum Zwecke der notwendigen Vereinheitlichung und der Beseitigung von Verständnisschwierigkeiten das weltweite QS-Regelwerk in Form der „Normenreihe ISO9000“ geschaffen.

Diese Normenreihe wird, langfristig gesehen, die bestehenden nationalen und branchenspezifischen Regelwerke ersetzen, da sie eine praktikable Lösung der zu strukturierenden QS-Maßnahmen darstellt.

Trotz der allgemein gehaltenen Ausführungen ist der Einfluß des Maschinenbaus, der Elektrotechnik und der Elektronik nicht zu leugnen. Seitens der Prozeßindustrie liegt daher der Bedarf vor, diese gute Normenreihe durch Zusätze und Ergänzungen für diese Branche griffiger zu gestalten. Eine mögliche Lösung wäre, die Norm noch neutraler zu gestalten und jeweils mit branchenspezifischen Ergänzungen abzurufen. Erste Schritte in diese Richtung sind durch die Veröffentlichung der Richtlinie *Qualitätssicherung in der Chemischen Industrie* seitens des VCI in der BRD erfolgt.

Die bisherigen QS-Regelwerke lassen sich unterteilen in:

- a) *unverbindliche QS-Regelwerke*, die erklärenden bzw. beschreibenden Charakter haben,
- b) *verbindliche QS-Regelwerke* mit dem Charakter unbedingter Nachweisforderungen oder mit verschiedenen Nachweisstufen.

Die Aufnahme von Nachweisstufen in den QS-Regelwerken beruht auf der Überlegung, daß die Qualitätssicherung von Produktart, Technologie, Produktionsbedingungen und Unternehmensart abhängig ist und nur so den Bedürfnissen der Vertragspartner entsprochen werden kann.

Die Normenreihe ISO9000 gehört zu den beschreibenden Regelwerken in Form der SO9004 sowie zu den Regelwerken mit Nachweisstufen in Form der ISO9001 - 9003, die zum verbindlichen Vertragsbestandteil werden können.

Der Unterschied zwischen den Nachweisstufen der ISO9000 besteht im wesentlichen darin, daß bestimmte QS-Elemente in Richtung ISO9003 wegfallen bzw. die Ausprägung der enthaltenen Forderungen sinkt (Abb. 4).

QS-ELEMENT \ QS-NACHWEISSTUFE	ISO 9001	ISO 9002	ISO 9003
MANAGEMENTAUFGABEN	■	■	□
QUALITÄTSSICHERUNGSSYSTEM	■	■	■
VERTRAGSPRÜFUNG	■	■	□
ENTWICKLUNG	■	□	□
DOKUMENTATION	■	■	■
BESCHAFFUNG	■	■	□
BEGESTELLTE PRODUKTE	■	■	□
KENNZEICHN / RÜCKVERFOLGBARKEIT	■	■	■
PRODUKTION	■	■	□
QUALITÄTSPRÜFUNGEN	■	■	■
PROFMITTELOBERWACHUNG	■	■	■
PRÜFZUSTAND	■	■	■
BEHANDLUNG FEHLERHAFT EINHEITEN	■	■	■
KORREKTURMASSNAHMEN	■	■	□
UMGANG LAGERUNG, VERPACK., VERSAND	■	■	■
QUALITÄTSAUFZEICHNUNGEN	■	■	■
INTERNE QUALITÄTSAUDITS	■	■	□
SCHULUNG	■	■	□
KUNDENDIENST	■	□	□
STATISTISCHE VERFAHREN	■	■	■

- HÖCHSTE, UNGEKÜRZTE FORDERUNG
- WENIGER HOHE FORDERUNG
- NIEDRIGSTE FORDERUNG
- KEINE FORDERUNG

Abb. 4: QS-Elemente und Nachweisstufen lt. ISO9001 - 9003

4. Qualitätssicherungssysteme

4.1. Anforderungen, Zielsetzung an QS-Systeme

Jeder Hersteller ist grundsätzlich mit Anforderungen, die externen Ursprungs (Kunden und Gesetzgebung) und internen Ursprungs sein können, konfrontiert.

a) Kundenforderungen

QS-Systeme sind für die Kunden die beste Gewähr für die Qualität der Produkte. Sie fordern daher, und dies in zunehmendem Ausmaß, den dokumentierten Nachweis eines wirksamen QS-Systems. Dabei stützen sie sich auf die anerkannten QS-Regelwerke und die entsprechenden Nachweisstufen (z.B. ISO 9001). In manchen Fällen wird der zu führende Nachweis Vertragsbestandteil. Änderungen in der Auftragsvergabe, Kürzung der Auftragsvolumina, Bevorzugungen bei der Auftragsvergabe sind nicht zu unterschätzende Folgen dieses Trends.

b) Gesetzgebungsforderungen

Als Hersteller haftet man für Schäden in Folge fehlerhafter Produkte. Hier sei insbesondere auf das *Produkthaftungsgesetz* verwiesen, dessen Charakteristikum die Abkehr von der verschuldensabhängigen zu einer verschuldensunabhängigen Haftung ist. In diesem Zusammenhang wird es darauf ankommen, die Sorgfaltspflicht systematisch zu untermauern und gegebenenfalls den Entlastungsbeweis - den Fehler als Hersteller nicht verursacht zu haben - antreten zu können. Dies wird nur durch eine lückenlose QS-Dokumentation gelingen. QS-Systeme mit den angewandten QS-Methoden tragen dazu bei, die Fehlereintrittswahrscheinlichkeit zu reduzieren und minimieren dadurch das Risiko für einen Produkthaftungsfall.

Produkthaftpflichtversicherungen im Rahmen der Betriebshaftpflicht tragen nicht zur Risikominimierung, sondern nur zur Risikoabdeckung bei und sind als Ergänzungsmaßnahme zu werten. Im übrigen kann man sich vorstellen, daß künftig die Höhe der Produkthaftpflichtprämien an das Ergebnis des QS-Systemnachweises gekoppelt wird.

c) Unternehmensforderungen

Als interne Forderungen an die QS-Systeme sind die Aspekte der Wirtschaftlichkeit, wie richtige Qualität zu minimalen Gesamtkosten, Eigenwirtschaftlichkeit des QS-Systems, Erreichen von Kostenvorteilen sowie die Unternehmens- und Qualitätspolitik mit ihren strategischen Zielsetzungen, zu nennen.

Jeder Hersteller muß daher bestrebt sein, QS-Maßnahmen zu planen, einzurichten, aufrechtzuerhalten und diese zu einem QS-System zusammenzufassen, darzustellen und nachzuweisen. Die Qualitätssicherung ist ein Teil der unternehmerischen Sorgfaltspflicht.

4.2. Komponenten eines QS-Systems

In den QS-Regelwerken sind die nachzuweisenden QS-Maßnahmen dem Grundsatz nach beschrieben und zu einem QS-System strukturiert. Obwohl diese durchaus unterschiedlich strukturiert sein können, kann folgende Grobstruktur (Systemkomponente) abgeleitet werden (Abb. 5):

- QS-Aufbauorganisation,
- QS-Ablauforganisation,
- Qualitätsaudit,
- QS-Dokumentation.

a) QS-Aufbauorganisation

Qualitätssicherung richtig verstanden ist Aufgabe aller, die die Qualität beeinflussen, verknüpft mit der konsequenten Orientierung am Fehlerverhütungsprinzip, verlangt eine eindeutige Definition und Abgrenzung der Aufgaben sowie die Klärung der Zuständigkeiten (Verantwortung und Kompetenz) in und zwischen den Bereichen.

In dieser Systemkomponente geht es darum, Aufgaben und Zuständigkeiten festzulegen, insbesondere sind die QS-Systemverantwortung und die Verantwortung für die Qualitätssicherung zu regeln.

Nicht die Organigramme sind entscheidend, sondern die Funktionen, bzw. das Leben in diesen ist wichtig.

b) QS-Ablauforganisation

Dies ist die wichtigste Systemkomponente, da Qualitätssicherung ein Problem der Ablauforganisation und weniger eines der Aufbauorganisation ist. Die Qualitätssicherung läßt sich strukturell nur unzureichend regeln!

Qualitätssicherung bezieht sich auf alle Produktphasen im Sinne des Qualitätskreises. Es werden daher für die QS-Ablauforganisation Anforderungen an Verfahrensweisen (ablauforganisatorische Regelungen) formuliert, die oft bereichsübergreifenden Charakter haben. Die Verfahrensweisen, die das Warum, Was, Wie, Wer, Womit regeln, haben den Zweck, Schnittstellenprobleme und die wachzunehmenden interdisziplinären Aufgaben transparent zu machen. Deren Erarbeitung, Einführung und Überwachung erfolgt in Abstimmung mit den betroffenen Bereichen.

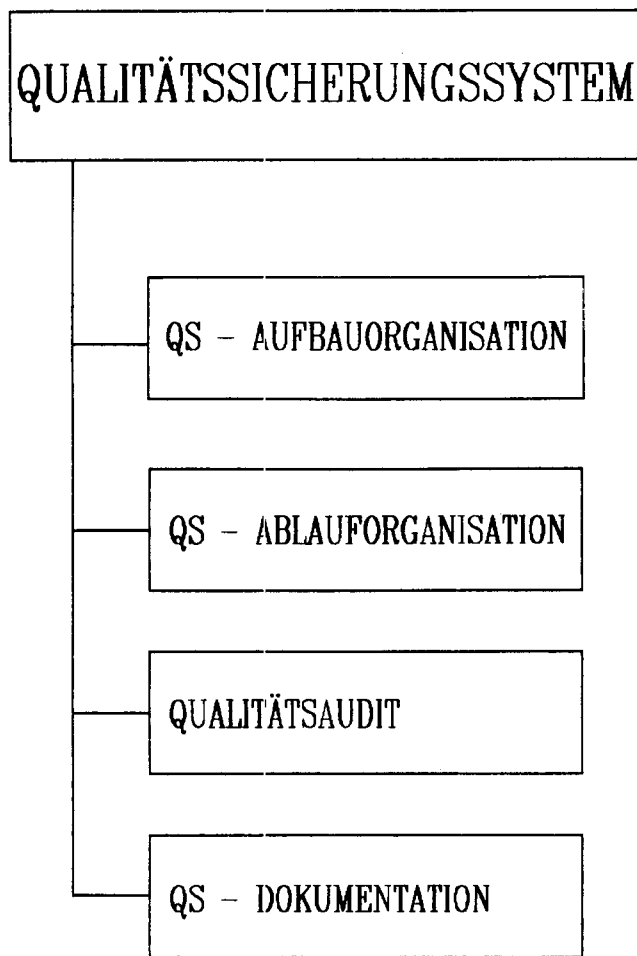


Abb. 5: Systemkomponenten eines QS-Systems

QS-Systemmodelle entwickelt. Da bis heute kein allgemein gültiges Modell vorliegt, zeigt die Abbildung 6 ein mögliches Modell in Anlehnung an die ISO 9001/9004.

Die in der ISO 9001 und im Leitfaden ISO 9004 beschriebenen QS-Elemente können zu vier Grundbausteinen zusammengefaßt werden, nämlich

- den Führungselementen,
- den phasenspezifischen Elementen,
- den phasenübergreifenden Elementen,
- den unterstützenden Elementen.

Welche Elemente zu den jeweiligen Bausteinen gehören, ist der Abbildung 6 zu entnehmen. Man sollte jedoch beachten, daß es sich um ein Modell und nicht um mehr handelt. Die Elementzuordnung zu den Bausteinen ist daher nicht als starr zu interpretieren und wurde unter der Prämisse „überwiegend zuordenbar“ zum Baustein XYZ vorgenommen.

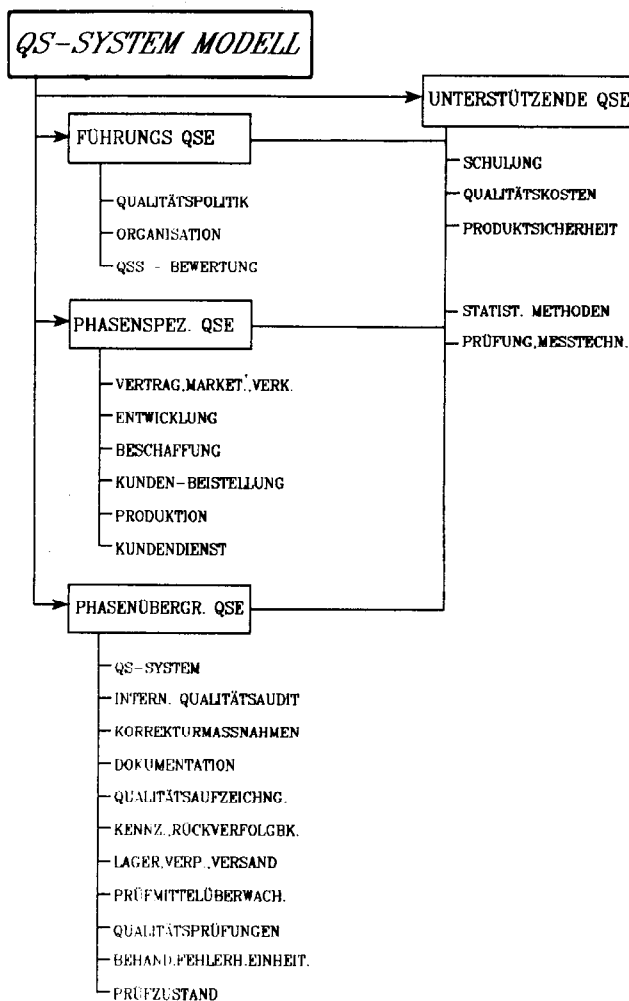


Abb. 6: QS-System Modellvorstellung

c) Qualitätsaudit

Im Rahmen dieser Systemkomponente werden die Anforderungen beschrieben, wie ein Qualitätsaudit abzuwickeln ist. Das Qualitätsaudit ist eine Querschnittsaufgabe mit großer Bedeutung, da sie auf die Beurteilung des QS-Systems abzielt. Durch gezielte Befragungen sollen eventuell vorhandene Schwachstellen ermittelt und beseitigt werden.

d) QS-Dokumentation

Informationsdefizite und -verluste in den Unternehmen sind oft die Hauptursache für unzureichende Qualität. Eine wirksame QS ist nur dann möglich, wenn diese Informationsprobleme beseitigt werden. Dies soll durch ein klares Dokumentationskonzept erreicht werden, dessen Ziel ist:

- reibungsverlustfreie Weitergabe der Qualitätsinformationen in und zwischen den Bereichen,
- eindeutige Regelung der Erstellung, Verteilung, Aufbewahrung von QS-Dokumenten sowohl auf der Anweisungs- als auch Berichtsebene,
- Beschreibung der QS-Systemdokumentation in Form von QS-Handbüchern und QS-Verfahrensweisungen.

Qualitätssicherung benötigt Papier oder, moderner gesagt, EDV-Speicherplätze. Auswüchse sind durch das Dokumentationskonzept zu verhindern, das auch die Grundlage für den Rechnereinsatz in der Qualitätssicherung ist.

4.3. Qualitätssicherungssystem-Modell

Um einen besseren Einblick in die QS-Systemproblematik zu erhalten, wurden auf Basis der QS-Regelwerke verschiedene

Beispiele dazu:

Das wichtige QS-Element „Internes Qualitätsaudit“, zugeordnet dem Baustein „phasenübergreifendes QS-Element“ beinhaltet auch Forderungen, die eine Zuordnung zum Baustein „QS-Führungselemente“ sinnvoll erscheinen lassen. Gleiches gilt für die QS-Elemente „Qualitätsaufzeichnungen“ und „QS-Systeme“.

Für die Unternehmen von Bedeutung sind die *Qualitätskosten*. Sie gliedern sich auf in Fehlerverhütungskosten, Prüfkosten und Fehlerkosten. Vor allem die Fehlerkosten, besser gesagt Aufwände für Fehlleistungen, sind von Bedeutung, da sie die Herstellkosten erhöhen, Erlöse reduzieren, d.h. gewinn-/verlustwirk-

sam sind. Eingesetzt als internes Optimierungs- und Steuerungsinstrumentarium, sind die Qualitätskosten eine ausgezeichnete Informations- und Entscheidungsbasis für das Management.

Die Methoden der technischen Statistik, wie Versuchsplanung, Qualitätsregelkartentechnik, Prozeßlenkung, Stichprobensysteme etc. sind heute unterstützender Bestandteil der Qualitätssicherung. Genauso ist eine zweckmäßig ausgerüstete *Prüf- und Meßtechnik*, wie chemische Analytik, physikalische Meßtechnik etc., ohne die die Qualitätssicherung sicherlich nicht auskommen kann, notwendig.

5. Einführung, Ausbau von QS-Systemen

5.1. Allgemeines

Für die Einführung von QS-Systemen kann kein gültiges Rezept abgegeben werden, da zu viele Parameter, wie Unternehmensstruktur, Unternehmensorganisation, Unternehmenskultur, Arbeitsklima, Vertrauensbasis, Personalqualifikation und -potential, entscheidenden Einfluß haben.

Die Einführung oder der Ausbau der QS-Systeme kann daher nur unternehmensspezifisch vorgenommen werden. Folgende Voraussetzungen und Überlegungen, die aus Erfahrung resultieren, sollten jedoch dabei berücksichtigt werden:

- Die Anforderungen, Erwartungen an das QS-System müssen eindeutig spezifiziert werden, um Klarheit darüber zu besitzen, was erfüllt bzw. was nicht erfüllt werden kann.
- Die Bedeutung der QS-Systeme für das eigene Unternehmen sollte dargestellt werden, z.B. Kostenschätzung, Nutzenschätzung, Personalbedarf, Mittelbedarf etc.
- Das QS-System muß sich harmonisch in das Unternehmen eingliedern und durch die Unternehmensleitlinien abgesichert sein.
- Unterstützung durch das Management ist erforderlich, ohne diese ist das Scheitern prolongiert.
- Keine wesentlichen strukturellen Änderungen sollten erfolgen.
- Einführung des QS-Systems durch ein angemessenes Projektmanagement, und zwar von der Konzeptphase weg und nicht erst ab Beginn der Realisierungsphase.
- Bei der Realisierung sollte ein modularer Aufbau bevorzugt werden, d.h. jene QS-Elemente zu verwirklichen, die am leichtesten zu verwirklichen sind (um Beispiele zu besitzen) und die den größten Erfolg bringen.
- Sobald wie möglich eine Basis schaffen, um Erfolge nachweisen zu können, z.B. in Form der Qualitätskostenerfassung und Qualitätsdatenerfassung.
- Rechtzeitige Information der betroffenen Belegschaft.

5.2. Einführung von QS-Systemen in der Lenzing AG

Bevor wir im Hause Lenzing mit der Einführung von QS-Systemen werksweit begannen, wurde ein diesbezügliches *Pilot-Projekt* in einer unserer Sparten gestartet, um über die bestehenden Kenntnisse hinaus weiterreichende interne Erfahrungen zu sammeln und diese dann später in das werksweite Projekt einfließen zu lassen.

Aufgrund der insgesamt im Rahmen des Pilot-Projektes gemachten positiven Erkenntnisse wurde 1989 der Beschluß gefaßt, in allen übrigen Sparten spezifische QS-Systeme zu installieren, d.h., die bestehende Qualitätssicherung im Sinne des Qualitätsmanagements auszurichten, wobei die Normenreihe ISO 9000 respektive die erforderlichen QS-Nachweisstufen zu erfüllen sind.

Unser schrittweises Vorgehen der QS-Systemeinführung ist durch 3 Phasen gekennzeichnet, nämlich

- Vorprojektphase,
- Konzeptphase,
- Realisierungsphase.

a) Vorprojektphase

Neben der Projektzielsetzung und der Festlegung des Projektvorgehensplanes war die Festlegung der *Projektorganisation* innerhalb der Unternehmensorganisation ein wesentlicher Bestandteil.

Die Abbildung 7 zeigt die prinzipielle Projektorganisation mit einer zentralen *QS-Lenkungsgruppe* unter Promotion eines Mitgliedes des Vorstandes sowie von neun dezentralen *QS-Arbeitsgruppen*.

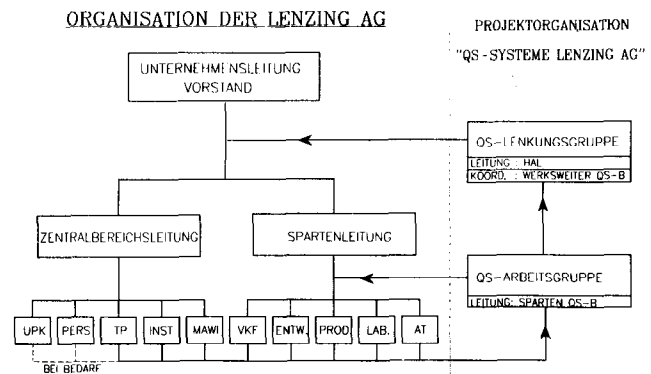


Abb. 7: QS-Projektorganisation und deren organisatorische Einbindung

Geleitet wird das Projekt, das die interne Bezeichnung *QS-Systeme Lenzing AG* hat, von einem Hauptabteilungsleiter mit fachlicher Unterstützung durch einen Qualitätsmanager, der zugleich der werksweite QS-Beauftragte der Unternehmensleitung ist.

Der Projektleiter, der werksweite QS-Beauftragte und die Sparten-QS-Beauftragten, die zugleich Leiter der jeweiligen QS-Arbeitsgruppe sind, bilden die QS-Lenkungsgruppe. Die Aufgaben der QS-Lenkungsgruppe sind der Informations- und Erfahrungsaustausch zwischen den Arbeitsgruppen sowie die Abstimmung werksweiter QS-Aktivitäten.

Die Zusammensetzung der QS-Arbeitsgruppen erfolgte im Sinne einer umfassenden Qualitätssicherung, d.h., die Gruppenmitglieder kommen aus den betroffenen Fachbereichen und haben gleichzeitig die Funktion eines Fachbereichs-Qualitätsbeauftragten.

Als weitere wichtige Projektvoraussetzung wurde eine *interne QS-Schulung* für alle unmittelbar im Projekt involvierten Mitarbeiter vorgenommen.

Das Ziel der Schulung war die Beseitigung von Unklarheiten, Fehlinterpretationen fachsprachlicher Defizite sowie die Vermittlung der Denkweise des modernen Qualitätsmanagements.

b) Konzeptphase

Es wurde folgendes Vorgehen konzeptiv festgelegt:

- grobe QS-System-Sollzustandsermittlung und Nachweisstufenfestlegung,
- Ist-Analyse der Qualitätssicherung, bestehend aus Qualitätskosten- und Organisationsanalyse sowie Dokumentenerhebung,
- Ist-Soll-Vergleich inklusive Maßnahmenfestlegung,
- Kosten/Nutzenschätzung,
- Realisierungsplan festlegen; Alternativen aufzeigen,
- Konzeptbericht und -entscheid.

c) Realisierungsphase

Der erste Schritt der Realisierungsphase ist die Erstellung und Komplettierung der erforderlichen QS-Dokumentation in Form

von Arbeitsanweisungen, Richtlinien, QS-Verfahrensanweisungen und des QS-Handbuchs. Verbunden ist damit die Einführung neuer oder die Überarbeitung von bestehenden QS-Methoden.

Als Realisierungsform wurde das modulare Vorgehen gewählt, d.h., die QS-Elemente der QS-Nachweisstufen werden Schritt für Schritt abgearbeitet.

Abschluß dieser Arbeiten soll die *Zertifizierung* des aufgebauten QS-Systems sein. Hierbei achten wir darauf, daß dieses Zertifikat internationale Gültigkeit besitzt.

Die eingeführten und wirksamen QS-Systeme sollen die Basis für weitere QS-Aktivitäten, wie Total-Quality-Management, Einführung von Qualitätszirkeln und Qualitätsförderungsprogrammen bilden. Es sollen dadurch Potentiale für Qualitätsverbesserung und -optimierung geschaffen bzw. die vorhandenen Potentiale besser genutzt werden.

6. Nutzen von QS-Systemen

Jede Leistungserstellung ist mit dem Verbrauch von Produktionsfaktoren verbunden. Aus Verbrauch und Niveau resultieren die Kosten der Leistungserstellung. Die Qualität einer Leistung ist das Ergebnis des optimalen Zusammenwirkens der Produktionsfaktoren. Qualität erfordert, unabhängig vom Anspruchsniveau, finanzielle Mittel. Sie ist nicht umsonst!

Die Aussage „Qualität kostet nichts“ birgt in sich die Gefahr der gefährlichen Interpretation, daß man Qualität geschenkt bekomme. Entscheidend kann in diesem Zusammenhang doch nur der Mehrverbrauch der Produktionsfaktoren aufgrund von Abweichungen vom Soll sein. Die Folgen sind entweder die Nichterfüllung oder die Übererfüllung der geforderten Qualität. Beide Aspekte sind es wert, einer genaueren Betrachtung unterzogen zu werden, bedeuten sie für die Unternehmen immerhin weniger Gewinn als möglich wäre.

Im Falle der Untererfüllung müssen zusätzliche Kosten aufgewendet werden, um die Erfüllung zumindest im nachhinein zu erreichen, oder es müssen Erlöseinbußen aufgrund der Nutzenminderung hingenommen werden. Jede Übererfüllung bedeutet die Schaffung eines Nutzenvorrates zu höheren Kosten, dem kein Wert beigemessen wird und daher keine höheren Erlöse gegenüberstehen.

Der Zweck der QS-Systeme ist es, die Qualitätsforderungen zu möglichst geringen Gesamtkosten zu erfüllen. Der betriebswirtschaftliche Nutzen resultiert aus der Reduktion der Fehlleistungsaufwände, wie Gewährleistungskosten, Kulenzen, Erlöseinbußen aufgrund zweiter Wahl, Ausschuß- und Nacharbeitskosten sowie aufgrund der Kundenorientierung, eventuell vorhandenen Überfüllungsballast abzuwerfen und somit unnötige Kosten, auch auf der Prüfebene, einzusparen.

Zu diesen errechenbaren Kostenvorteilen reihen sich weitere schwer quantifizierbare Nutzen, wie höhere Kundenzufriedenheit, verbesserte Marktchancen, transparentere Ablauforgani-

sation, höheres Qualitätsbewußtsein, Verringerung des Produkthaftungsrisikos etc.

Dem Nutzen stehen Aufwände gegenüber, die mit dem Aufbau und der Aufrechterhaltung der QS-Systeme zusammenhängen und die leicht quantifiziert werden können.

Ein QS-System sollte als eine Investition mit Blick auf die Zukunft betrachtet werden, deren Nutzen erheblich ist, was jedoch betriebswirtschaftlich nicht exakt zu erfassen ist.

7. Schlußbetrachtungen und Folgerungen

Qualität ist, richtig verstanden, keine absolute, sondern eine relative Größe, die sich an den Anforderungen des Kunden orientiert.

Ohne Übertreibung ist festzustellen, daß die Qualität das Fundament für den Unternehmenserfolg - „Ohne Qualität kein Geschäft“ - darstellt. Der große Stellenwert der Qualität gegenüber Preis und Termin kommt unter dem Aspekt der Langzeitwirkung - „Die Qualität spricht noch lange für oder gegen den Hersteller“ - zutage.

Das Hauptaugenmerk muß daher auf die *kompromißlose Qualitätserbringung* bei allen Leistungen während der Produktphasen gelegt werden. Dies setzt voraus, daß die effektivsten QS-Verfahren und QS-Methoden in und zwischen den Unternehmensbereichen zur Anwendung gelangen, daß Qualitätssicherung als ständige Führungsaufgabe und als permanenter Prozeß verstanden wird.

QS-Systeme, unter diesen Aspekten firmenspezifisch in Anlehnung an QS-Regelwerke eingeführt, tragen nicht nur zur Qualitätsverbesserung, -optimierung, Kostensenkung, Verringerung des Produkthaftungsrisikos, sondern auch zur Auftragsakquisition als Verkaufsargument und zur Vertrauensbildung bei. Im Vordergrund steht die sukzessive Schwachstellenbeseitigung sowohl auf der Produktebene als auch auf der Systemebene.

QS-Systeme können jedoch kein Ersatz für das Qualitätsbewußtsein, für die Qualitätsverantwortung jedes einzelnen sowie für die mit Leben erfüllte, unternehmensweite Qualitätskultur sein.

Primär bedeutet Qualitätssicherung nichts anderes als die optimale Umsetzung der Kundenbedürfnisse auf die herzustellenden Produkte.

Literatur

- 1) QS-Normen ISO 9000-9004, ÖNORM A6671/72, SN 29001
- 2) Seminar- und Lehrgangsunterlagen der DGQ/ÖVQ
- 3) DGQ-Schriften; Beuth-Verlag
- 4) W. Masing: Handbuch der Qualitätssicherung; Hanser-Verlag (1988)
- 5) P. Crosby: Qualität kostet nichts; Qualität ist machbar; McGraw-Hill-Verlag (1986)
- 6) J.M. Juran: Handbuch der Qualitätsplanung; MI-Verlag (1989)
- 7) A. Oberhofer: Qualitätswirtschaft; TÜV-Verlag (1987)

Polyimidfasern für schwerentflammbare Konstruktionen (Polyimide Fibers for Flame Retardant Constructions)

Dipl.-Ing. Dr. K. Weinrotter, Lenzing AG, 4860 Lenzing, Austria

Polyimidfasern mit aromatischer Molekülstruktur zeichnen sich aus durch inhärente Schwerentflammbarkeit, Unschmelzbarkeit, Thermostabilität, Chemikalienbeständigkeit und pseudo-thermoplastische Eigenschaften. Die unterschiedliche Kombination dieser Eigenschaften führt immer wieder zu neuen Anwendungen dieser jungen Synthesefaser. Es werden Einsatzgebiete wie schwerentflammbare Schutzbekleidung, Unterwäsche und Schutzhandschuhe sowie dekorative Materialien und dreidimensionale Formteile in Flugzeuginnenausstattung erläutert und anhand von Daten und Testergebnissen diskutiert.

Polyimide fibers based on aromatic molecule structures are characterized by inherent non-flammability, non-melting behaviour, thermostability, chemical resistance and pseudo-thermoplastic properties.

Various combinations of these properties lead again and again to new applications of this young synthetic fiber. End-uses such as protective clothing (suits, underwear, gloves) and decorative textiles, formed parts in aircraft interiors are illustrated and related data and test results discussed.

Einleitung

Wenn man einer kürzlich erstellten Battelle-Studie über technische als auch Markttrends für Schutzbekleidung in W-Europa in den 90iger Jahren Glauben schenkt, wären die Wachstumsaussichten eher pessimistisch einzuschätzen: Bei einem ohnehin geringen Anteil der spezifischen Schutzbekleidung (umfaßt die Sektoren flammhemmend/thermostabil, chemisch, ballistisch, N.B.C. und Reinraum) mit ca. 4000 Tonnen von insgesamt 750.000 Tonnen Industrietextilien Ende der 80iger Jahre wird eine jährliche Wachstumsrate von 1,7 % (in Tonnen) prognostiziert. Allerdings nimmt der Sektor flammhemmend/thermostabil bereits heute den Löwenanteil der genannten Tonnage mit 78 % in Anspruch.

Es drängt sich die Frage auf, warum sämtliche Produzenten in der textilen Pipeline (Fasern → Garne → Gewebe → Konfektion) erhebliche Mittel in einen Markt investieren, welcher nicht gerade explodiert und sehr große Vorleistungen an Entwicklung, Testprozeduren und Markteinführung erfordert.

Wir glauben, daß die Gründe komplex, aber im wesentlichen auf zwei Tatsachen zurückzuführen sind: Einerseits wird geholfen, mit Schutzbekleidung die menschliche Gesundheit zu bewahren, und dies ist - abgesehen vom humanitären Aspekt - imageträchtig. Andererseits können auf diesem Gebiet gesammelte Erfahrungen auch nutzbringend auf andere Produkte und Märkte umgelegt werden (auf die Wechselwirkung flammgehemmte Schutzbekleidung — schwerentflammbare Textilien in der Flugzeuginnenausstattung wird später eingegangen).

In jedem Fall - und dieser Faktor kann bei Marktstudien oft nur schwer erfaßt werden - hängt die Entwicklung flammgehemmter Textilien entscheidend von legislativen Maßnahmen ab; das Durchsetzen entsprechender Verordnungen und Gesetze ist - leider - nur allzuoft situationsbezogen und anlaßbedingt.

Diese Erkenntnisse sind auch auf die neu entwickelten und seit 1985 halbkommerziell erhältlichen Polyimidfasern der Lenzing AG anwendbar. Die Bedeutung dieser Entwicklung wird u.a. auch dadurch dokumentiert, daß die BISFA im Jahre 1989 beschlossen hat, Polyimidfasern als eigene Faserkategorie in das BISFA-Fasergattungsschema mit folgender Definition aufzunehmen: „Fibre of synthetic linear macromolecules having in the chain recurring imide units“. Gleichzeitig hat die BISFA als Kurzzeichen für Polyimidfasern: „PI“ in ihre Liste aufgenommen.

Eigenschaften von Polyimidfasern

Wie schon früher berichtet¹, zeichnen sich Polyimidfasern (Handelsbezeichnung „P 84“) durch folgende Eigenschaften aus:

- vorwiegend aromatischer Aufbau der Kettenmoleküle
- kein Schmelzpunkt (bzw. liegt die Zersetzungstemperatur unter der Schmelztemperatur); pseudo-thermoplastisches Verhalten,
- inhärente Schwerentflammbarkeit,
- hohe Thermostabilität (Zersetzung bei Temperaturen > 450 °C → Verkohlung des Materials),
- mechanische Fasereigenschaften bleiben bis zu sehr hohen Temperaturen erhalten (Glasumwandlungspunkt $T_g = 315$ °C),
- gute Chemikalienbeständigkeit, besonders bei Angriffen saurer Medien und organischer Lösungsmittel²,
- unregelmäßiger, vorwiegend trilobaler Faserquerschnitt,
- trotz gelber Eigenfarbe steht eine Palette sehr lichter, spinngefärbter Polyimidfasertypen zur Verfügung.

Für den Bereich Schutzbekleidung sind besonders die Eigenschaften Schwerentflammbarkeit (LOI nach ASTM D 2863 = 36 - 38 % O₂), Nichtschmelzbarkeit, Chemikalienbeständigkeit und Spinnfärbbarkeit hervorzuheben. Daneben hat sich bei ausgiebigen Trageversuchen gezeigt, daß Polyimidfasern ausgesprochen hautfreundlich sind und damit hohen Tragekomfort vermitteln; wir führen dieses Ergebnis auf die Kombination textilmechanischer Daten³ mit dem unregelmäßigen Faserquerschnitt zurück, welche den Fasern einen pauschigen, wollähnlichen Griff verleiht.

Produkte und Testergebnisse

Polyimidfasern werden bisher sowohl in 100 % als auch - je nach Anforderungsprofil - in Mischung mit anderen FR-Fasern im Bereich schwerentflammbarer Schutzbekleidung eingesetzt. Besonders die Mischungen mit Viscose FR-Fasern stellen eine ausgezeichnete Synergie zwischen Schutzwirkung, Tragekomfort und Wirtschaftlichkeit dar.

So werden von der Mehrzahl der Berufsfeuerwehren in Österreich bereits Schutzanzüge aus Gewebemischungen 33 % Polyimidfaser / 67 % Viscose FR-Faser mit einem Flächengewicht von ca. 300 g/m² getragen. Die Gewebe sind nach DIN 66083 in Brennkategorie Sb einzuordnen, können sowohl trockengereinigt als auch naß gewaschen werden, die Farbechtheit der Gewebe beträgt nach DIN 54004 ≥ 6 und bisher langten nur positive Rückmeldungen bezüglich des Tragekomforts ein. Auch andere Spezialeinsatzgruppen der Gendarmerie (Kobra, Kranich) und des Militärs (Piloten) haben die Vorteile dieser Mischgewebe erkannt und stellen ihre Bekleidungs Vorschriften entsprechend um.

Für den Einsatz „flammgehemmte Unterwäsche“ wurden Mischungen aus 50 % Polyimidfasern/50 % Viscose FR-Fasern ausgiebig getestet, wobei Strickwaren mit Flächengewichten von 220 g/m² die besten Ergebnisse zeigten: Schutzklasse Sb nach DIN 66083 und relative Feuchtaufnahmen, welche in der gleichen Größenordnung wie Baumwollunterwäsche liegen. Es wurden auch bereits zweiflächige Konstruktionen entwickelt, bei denen die der Haut zugewandte Seite aus Polyimidfasern und die Außenseite aus Viscose FR-Fasern besteht.

Bei Schutzhandschuhen aus 100 % Polyimidfasern kommt neben der Schwerentflammbarkeit des Materials auch dessen Thermostabilität und der Tragekomfort zur Wirkung. Wegen des unregelmäßigen Faserquerschnittes werden Garne mit hoher Bauschigkeit erzeugt und somit hervorragende Isoliereigenschaften in Strickkonstruktionen (Flächengewicht 800 g/m²) erreicht. Nach einem Test der deutschen Bundesanstalt für Arbeitsschutz wurden hervorragende Werte beim Kontakt mit heißen Gegenständen gemessen.

Die Liste der Anwendungen ließe sich beliebig fortsetzen, allerdings sei noch einmal auf die in der Einleitung gemachte Feststellung Bezug genommen: Erfahrungen, welche bei flammgehemmter Schutzbekleidung gewonnen wurden, können auch auf andere Anwendungen umgelegt werden.

Ausgelöst durch die Verschärfung der Vorschriften hinsichtlich Schwerentflammbarkeit, Rauchgasdichte und Toxizität der Zersetzungsgase von Flugzeuginnenausstattungs-materialien, wurden sowohl die Flugzeughersteller als auch die Airlines gezwungen, sich mit neuen Materialien zu beschäftigen. Mit Inkrafttreten der neuen Vorschrift FAR 25.853 (a-1) der US-Luftfahrtbehörde FAA (Federal Aviation Administration) müssen Kunststoffe ihr günstiges Brandverhalten im sog. „OSU Heat Release Test“ (OSU = Ohio State University) beweisen. Die am 20. August 1990 in Kraft getretene zweite Stufe der Verordnung limitiert im wesentlichen jene Wärmemenge, die ein Material nach Energiebestrahlung und Beflammung wieder abgeben darf. Durch diese Limitierung soll die Wärmeentwicklung im Flugzeuginneren bei einem Brand verringert werden und damit der sog. „Flash-over“ hinausgeschoben werden. Betroffen von dieser Verordnung sind u.a. auch textile Wandverkleidungen. Und hier hat sich in ausführlichen Tests bei der FAA, Flugzeugherstellern, wie Boeing, MBB, DAC, und Fluglinien herausgestellt, daß Polyimidfasern besonders gut abschneiden.

Neben den polymerinhärenten Eigenschaften hinsichtlich Brandverhalten haben sich besonders die bei der Schutzbekleidung gesammelten Erfahrungen der Spinnfärbung, Farb- und Reinigungsbeständigkeit und Gewebeausrüstung als wichtig erwiesen; es ist kaum vorstellbar, welche Anforderungen Designer von Flugzeuginnenausstattungen an Farbschattierungen stellen.

Im Folgenden werden OSU-Test/Ergebnisse sowie jene von Rauch und Toxizität bei Verwendung von Polyimidfaserkonstruktionen kurz beschrieben.

— *OSU Heat Release Test* (Abb. 1) nach FAR 25.853 (a-1)
 Die zu testende Probe wird senkrecht in die luftdurchströmte Kammer eingeschoben und dann einer Wärmeenergie von 3,5 W/cm² und einer Pilot-Flamme ausgesetzt. Die Wärme der durch den Abzug ausströmenden Gase wird - um die freigesetzte Wärmemenge ermitteln zu können - mit einem Kalorimeter gemessen und aufgezeichnet. Als Kenngrößen für das Brandverhalten werden die „Heat Release“ (HR) und die „Heat Release Rate“ (HRR) ermittelt.

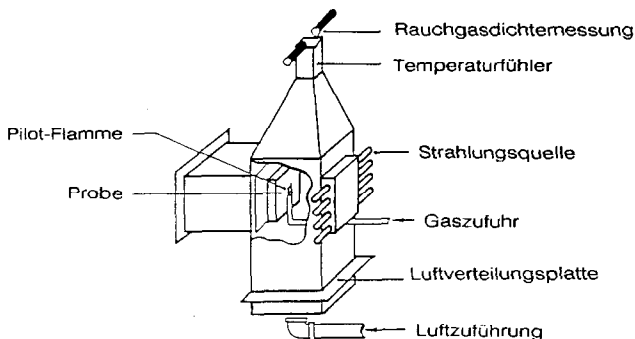


Abb. 1: OSU Heat Release

* Heat Release (Total): freigegebene Wärmemenge ausgedrückt in kW.min/m²; gemessen wird der Integralwert über die ersten 2 Minuten.

Heat Release Rate (Peak): maximal freigegebene Wärme ausgedrückt in kW/m²; gemessen wird der Spitzenwert innerhalb der gesamten Versuchsdauer von 5 Minuten.

Wie aus Abbildung 2 ersichtlich, erfüllt ein Polyimidfaserge-webe (Flächengewicht 500 g/m²) bei weitem die Grenzwerte der HR = 65 kW.min/m² bzw. der HRR = 65 kW/m²:

$$\begin{aligned} \text{HR} &= 2 \text{ kW.min/m}^2 \\ \text{HRR} &= 24 \text{ kW/m}^2 \end{aligned}$$

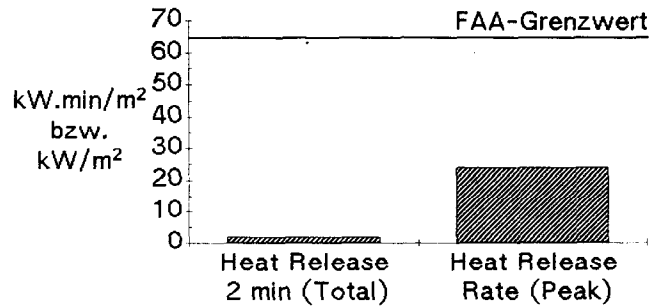


Abb. 2: Polyimidfaserkonstruktionen im OSU-Test

— *Rauchdichtemessung* nach ATS 1000.001 bzw. BSS 7238.
 Die Messung der spezifischen optischen Rauchdichte bei einer Brenndauer von 240 zeigt die Abbildung 3.

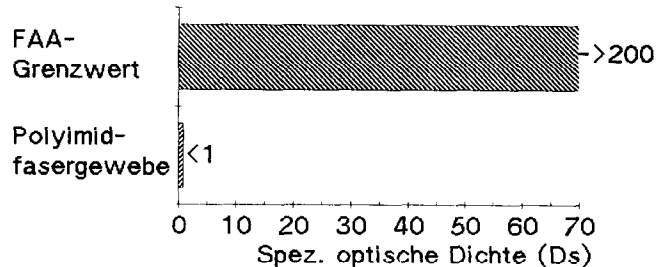


Abb. 3: Rauchdichte nach ATS 1000.001 bzw. BSS 7238 von Polyimidfasergeweben

— *Toxizität der Zersetzungsgase* nach ATS 1000.001 bzw. BSS 7239

Auch diese Testmethode zeigt, daß die Emission toxischer Gase bei Verwendung von Polyimidfasern weit unter den Grenzwerten liegt (Abb. 4).

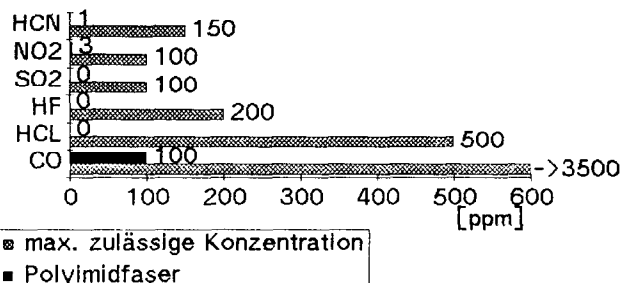


Abb. 4: Toxizität der Zersetzungsgase nach ATS 1000.001 bzw. BSS 7239

Zusammenfassung

Die Entwicklung schwerentflammbarer Schutzbekleidung ist in erster Linie abhängig von legislativen Maßnahmen. Polyimidfasern haben aufgrund hervorragender Eigenschaften hinsichtlich inhärenter Schwerentflammbarkeit, Unschmelzbarkeit, niedrigster Qualmbildung und Toxizität der Zersetzungsgase sowie ausgezeichnetem Tragekomfort ihre Eignung für Schutzbekleidungskonstruktionen bewiesen. Die dabei gewonnenen Erfahrungen können auch für andere Produkte und Märkte - z.B. für Innenausstattungsmaterialien in der Flugzeugindustrie - verwendet werden und rechtfertigen damit die hohen Entwicklungs- und Testkosten.

Literatur

- 1) Weinrotter K., Grießer H.; Chemief./Textilind. 35/37 409 - 410 (Juni 1985)
- 2) Weinrotter K.; Textilind. 40./92. Jahrgang, 747 (Juli/August 1990)
- 3) Weinrotter K.; The New Polyimide Fiber P 84/Properties and Applications, TAPPI PRESS, 1988 Nonwoven Conference, 251



**IM
EIGENEN
WERK
UND
AUF
BAUSTELLEN**

KORROSIONSSCHUTZ
WILHELM
HÖHNEL
LINZ

KORROSIONSSCHUTZ

STRAHLENTROSTUNG
BESCHICHTUNG
SPRITZVERZINKUNG
STAHLBRANDSCHUTZ F30/F 90
BÜRO: LINZ, BISCHOFSTRASSE 5
WERK MIT ÖBB-ANSCHLUSS
LINZ, ZAMENHOFSTRASSE 41
TEL. (0 732) 27 26 06-0, FAX DW 44
TELEX 02 1469

Produkte aus aromatischen Polyimiden

Dipl.Ing. Dr. Sigrid Seidl, Dipl.Ing. Dr. Klaus Weinrotter, Lenzing Aktiengesellschaft, A-4830 Lenzing

Aromatische Polyimide sind Hochleistungskunststoffe, die sich besonders durch Hochtemperaturbeständigkeit und Schwerentflammbarkeit auszeichnen.

Die Herstellung kann nach zwei Verfahren erfolgen. Ein Verfahren verwendet aromatische Diamine mit aromatischen Dianhydriden, die zunächst zu Polyamidsäure und erst in einem zweiten Schritt durch Dehydratisierung zu Polyimid umgesetzt werden.

Das von der Lenzing AG verwendete Verfahren zur Herstellung von Polyimiden, Handelsbezeichnung P84, ist ein Einstufenverfahren und führt durch Polykondensation von aromatischen Diisocyanaten mit aromatischen Dicarbonsäuren in einem stark polaren Lösungsmittel direkt zu einer vollimidisierten Polyimidlösung, die zu verschiedenen Produkten, wie Fasern, Pulp, Pulver, Sinterformteile sowie Strukturformteile, verarbeitet werden kann.

In diesem Vortrag werden die Eigenschaften von P84 Polyimid sowie die Anwendungsmöglichkeiten von P84-Produkten erörtert.

Aromatic polyimide substances are high performance plastics characterised by their outstanding flame-retardant properties and high temperature resistance.

These substances can be produced using two different processes. One process for example uses aromatic diamines together with aromatic dianhydrides which are converted into polyamic acid in the first phase and then to polyimide in the ensuring phase as a result of dehydration.

The process developed by Lenzing AG to produce polyimides, with the trade name P84, is a one step process directly producing a fully imidized polyimide solution as a result of the polycondensation of aromatic diisocyanates with aromatic dianhydrides in a strong polar solvent. The solution can be processed to make several different products like for example fibres, pulp, powder, sintered parts and structured moulded parts.

This presentation will deal with the properties and possible applications of P84 products.

Aromatische Polyimide gehören zur Gruppe der Polybenzocyclohexen und stellen, gemessen an den weltweiten Produktionsmengen, einen wichtigen Faktor hochtemperaturbeständiger Hochleistungskunststoffe dar. Aufgrund der Stabilität der Imidgruppe und der aromatischen Molekülketten ergibt sich folgendes charakteristische Eigenschaftsprofil für Polyimide:

- Schwerentflammbarkeit (selbstverlöschend),
- sehr gute Dauerwärmestabilität bis 300°C,
- kurzzeitige Belastungen bis 480°C sind möglich,
- gute mechanische Eigenschaften in einem breiten Temperaturintervall (von -20°C bis +300°C),
- chemische Beständigkeit gegenüber herkömmlichen organischen Lösungsmitteln und Säuren.

Die Haupteinsatzgebiete von Produkten aus aromatischen Polyimiden liegen daher in der Luft- und Raumfahrt, im Fahrzeug- und Maschinenbau, der Elektroindustrie und Elektronik, kurz gesagt überall dort, wo Thermostabilität und/oder Schwerentflammbarkeit eine wichtige Rolle für die Verwendbarkeit eines Werkstoffes spielen.

Obwohl die Synthese von Polyimiden durch Polykondensation und anschließende Dehydratisierung, ausgehend von 4-Aminophthalsäure, bereits 1908 von Bogert und Renshaw¹ beschrieben worden ist, setzte die industrielle Bearbeitung aromatischer Polyimide erst in den fünfziger Jahren ein. Die Grundreaktion - die Umsetzung aromatischer Dianhydride mit aromatischen Diaminen zu Polyamidsäuren und anschließender Dehydratisierung zu Polyimiden - ist auch heute noch mit Abstand die am weitesten verbreitete bei der Herstellung kommerzieller Polyimidprodukte. 1955 wurden von der Firma

Du Pont erstmalig hochmolekulare Polyimide durch Umsetzung von Pyromellitsäuredianhydrid mit verschiedenen Diaminen - bevorzugt verwendet wurde Diaminodiphenylether - nach diesem Zweistufenverfahren hergestellt² (Abb. 1).

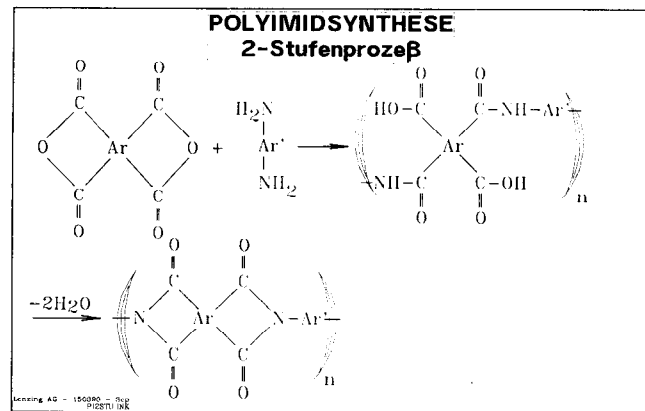


Abb. 1: Reaktionsschema 1: Zweistufenprozeß

Mitte der sechziger Jahre begann Du Pont mit der Kommerzialisierung dieses Polypyromellitimides in Form von Folien (Handelsname Kapton) und gesinterten Halbzeug- bzw. Fertigteilen (Handelsname Vespel). Zwischen 1960 und 1970 fand dann ein weiterer Schub zur Verfahrensentwicklung verschiedener aromatischer Polyimide statt. Hier sind Firmen, wie z.B. Monsanto, Ciba Geigy, Rhone Poulenc, General Electric, ICI, Hitachi, zu nennen. Da die Mehrzahl aromatischer Polyimide weder einen Schmelzpunkt besitzt (bzw. die Zersetzungstemperatur unter dem Schmelzpunkt liegt) noch in bekannten organischen Lösungsmitteln löslich ist, ist die Weiterverarbeitung zu Produkten, wie Folien, Formteilen oder Fasern, schwierig. Die Produktformung erfolgt meist mit der hydrolyseempfindlichen Zwischenstufe der Polyamidsäure, und der zur Herstellung des Polyimides notwendige Dehydratisierungsschritt (chemisch oder thermisch) wird an dem Produkt durchgeführt, wobei der entstehende Wasserdampf im Inneren der Produkte Hohlräume bilden und es dadurch zur Bildung von Fehlstellen im Endprodukt kommen kann.

Ein Hauptaugenmerk der Arbeiten richtete sich daher darauf, Verbindungen zu finden, welche gute Verarbeitbarkeit gewährleisten. So wurde 1969 die auf Arbeiten von Wurtz³ aus dem Jahr 1854 zurückgehende Synthese von Polyimiden durch Umsetzung von Dianhydriden mit Diisocyanaten von Meyers⁴ wieder aufgegriffen. Von der amerikanischen Firma The Upjohn Company wurde dieser Einstufenprozeß zur Herstellung löslicher Polyimide weiterentwickelt⁵. Seit 1980 beschäftigt sich die Lenzing AG mit der Herstellung von Produkten aus - in stark polaren Lösungsmitteln - löslichen Polyimiden. So ist es durch intensive Entwicklungsarbeit in der Forschungsabteilung der Lenzing AG gelungen, aus Polyimidlösungen nach einem neuen Trockenspinnprozeß Polyimidfasern herzustellen. Diese Polyimidfaser mit der Handelsbezeichnung „P84“ ist derzeit weltweit die einzige kommerziell erhältliche Polyimidfaser. Die Liste der in der Lenzing AG oder mit Partnern entwickelten Polyimidprodukte, welche durch internationale Patente abgesichert sind, umfaßt folgendes:

- P84 Stapelfasern und P84 Endlosfilamentgarne,
- P84 Pulp (gemahlene Faser),
- P84 Polyimidlösung,
- P84 Polyimidpulver,
- P84 Sinterformteile (Joint-venture mit Metallwerk Plansee „SINTIMID“),
- P84 Strukturformteile (Joint-venture mit der US-Firma Albany International).

Das Ausgangspolymere für diese Produkte wird in einem Einstufenprozeß durch Polykondensation von Benzophenontetracarbonsäuredianhydrid mit aromatischen Diisocyanaten in einem aprotisch dipolaren Lösungsmittel hergestellt.

Die Besonderheit von P84 ist also dadurch gegeben, daß das Polyimid in einem Einstufenprozeß hergestellt wird und in vollimidisierter Form gelöst vorliegt (Abb. 2).

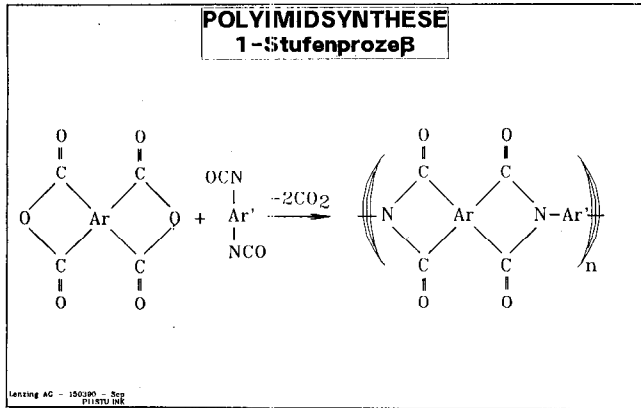


Abb. 2: Reaktionsschema 2: Einstufenprozeß

Das Polyimid P84 ist ein amorpher Kunststoff mit gelber Eigenfarbe und einem Glasumwandlungspunkt bei 315°C. P84 carbonisiert ohne zu schmelzen bei Temperaturen > 500°C und ist selbstverlöschend. Die Temperaturbeständigkeit ist anhand einer dynamischen und isothermen thermogravimetrischen Analyse in den Abbildungen 3 und 4 dargestellt. Der Gewichtsverlust beträgt nach 70 Minuten bei 500°C in Luft ca. 50 %, während nach 3 Stunden bei 350°C nur etwa 5 % Gewichtsverlust auftritt.

Die Chemikalienbeständigkeit gegenüber allen üblichen organischen Lösungsmitteln, wie Alkoholen, Benzin, chlorierten Kohlenwasserstoffen usw., und Säuren ist hervorragend. Längere Kontaktzeiten in stark alkalischen Medien führen, wie bei allen Polyimiden, zur Zerstörung des Polymers.

Diese vorhergehend beschriebenen Grundeigenschaften sind allen P84 Produkten gemeinsam; im Folgenden werden einige spezifische Produkteigenschaften und Einsatzgebiete der einzelnen P84 Polyimidprodukte näher beschrieben.

Die Anwendungsgebiete für *P84 Polyimidlösung* umfassen thermisch, elektrisch und chemisch anspruchsvolle Beschichtungen in der Elektro- und Elektronikindustrie für Laminare, Lacke und als Passivierungskomponente. Der Hauptvorteil neben der Thermostabilität ist, daß die vorliegende Polyimidlösung kein Reaktivharz ist und daher lagerstabil ist. Die elektrische Belastbarkeit von 500 V/µm und der spezifische Widerstand von 10¹⁷ Ohm.cm begünstigen der Einsatz als Isolationschicht.

Charakteristisch für die in einem Trockenspinnprozeß hergestellte *P84 Faser* ist der unregelmäßig gelappte, stark profilierte Faserquerschnitt (Abb. 5) und der seidartig goldgelbe Glanz.

Die fasermechanischen Daten einer typischen 2,2-dtex-Stapel-faser sind:

Faserfestigkeit	38 cN/tex
Faserdehnung	32 %
Schlingenfestigkeit	23 cN/tex
Knotenfestigkeit	26 cN/tex
Modul	350 cN/tex
Kochschrumpf	0,5 %
Thermoschrumpf (≥50°C)	<1 %
Spez. Gewicht	1,41 g/cm ³

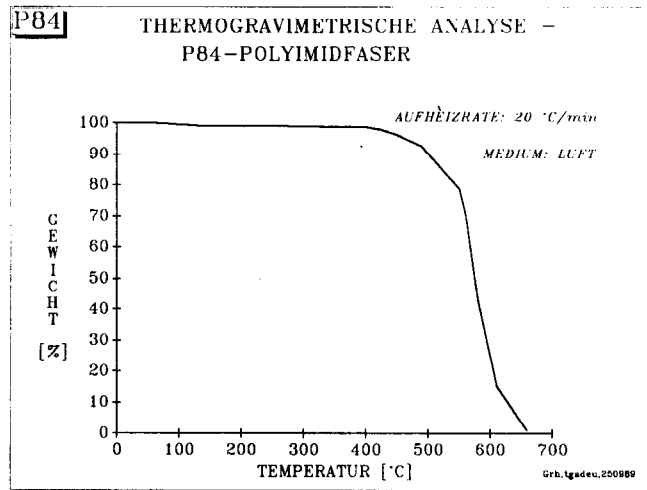


Abb. 3: Diagramm 1: Dynamische thermogravimetrische Analyse, Medium Luft, Aufheizrate 20°C/min

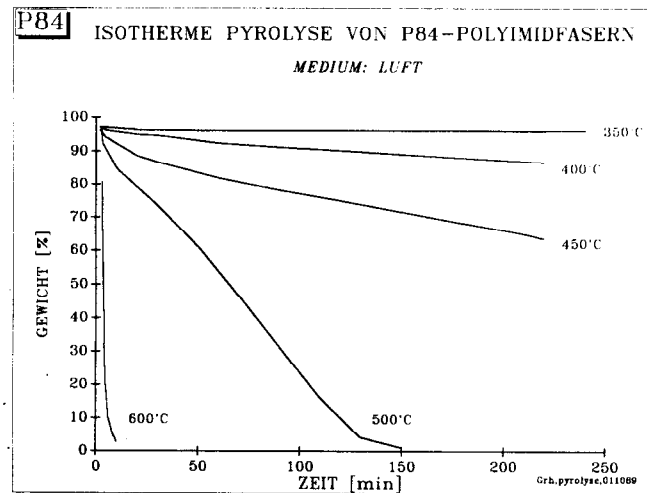


Abb. 4: Diagramm 2: Isotherme thermogravimetrische Analyse, Medium Luft

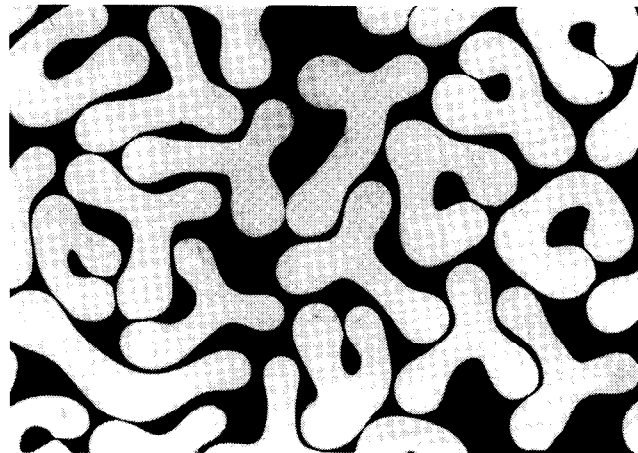


Abb. 5: P84 Faserquerschnitt: Vergrößerung 1:800

Die Schwerenflarnbarkeit der P84 Faser kann durch den 'Limiting Oxygen Index' (LOI) nach ASTM D 2863 charakterisiert werden und beträgt bei einem textilen Flachengebilde aus 100% P84 - mit einem Flächengewicht von 150 g/m^2 - 36-38% O_2 . Nachbrenn- und Nachglirnzeiten sind kaum meßbar, und die Qualmbildung ist äußerst gering. Die Einsatzgebiete für die P84 Faser liegen im Bereich der Schutzbekleidung (Schutzhandschuhe, Feuerwehrschutzanzüge), Dichtungsmaterialien (Flechtpackungen), Heißgasfiltration (P84 Nadelfilze) und in der Luft- und Raumfahrt (Spezialisolierung, textile Dekomaterialien, Seitenwandverkleidungen, Luftführungskanäle, etc.)

Mit *P84 Pulp* (gemahlene Polyimidfaser mit durchschnittlicher Faserlänge von 1 mm) werden Versuche als Asbestalternative in Reibbelägen und Dichtungen durchgeführt.

Durch spezielle Maßnahmen bei der Faserherstellung kann in P84 Fasern ein genau definiertes Schrumpfpotential induziert werden, welches bei Überschreitung der Tg-Temperatur schlagartig hohe Schrumpfkraft freisetzt. Dieses Phänomen wird zur Herstellung von sogenannten Strukturformteilen, dreidimensionalen flexiblen bis steifen Flachengebilden ausgenutzt. Als Ausgangsmaterial dienen beispielsweise P84 Nadelfilze. Die Formgebung erfolgt in einem Thermoprozeß, wobei, abhängig von Verweilzeit, Temperatur und Verstreckrate der Ausgangsfaser, Materialien unterschiedlicher Dichte, mechanischer Eigenschaften und Flexibilität hergestellt werden können. Die resultierenden erreichbaren Festigkeiten liegen zwischen 5 bis 100 N/mm^2 , die Bruchdehnung liegt zwischen 5 und 60%, der Young Modulus beträgt 100 bis 500 N/mm^2 . Durch diese völlig neuartige Herstellungsmöglichkeit können dreidimensionale Flachengebilde aus 100 % Polyimid ohne Binder, z.B. für die Innenverkleidung von Flugzeugen, erzeugt werden (Abb. 6).

Mit einem kontinuierlichen Verfahren wird *P84 Polyimidpulver* aus der Polymerlösung durch Fällung hergestellt und anschließend gemahlen. Die Körner haben eine annähernd globulare Struktur, die Pulverschüttdichte beträgt $0,4 \text{ g/cm}^3$. P84 Pulver wird zur Herstellung hochwertiger Beschichtungen mittels Plasmasprühverfahren und als Binder für Diamantschleifkörper verwendet, wo P84 höhere Standzeiten und ein verbessertes Schlibfbild im Vergleich zu bisher eingesetzten Bindeharzsystemen bewirkt. Durch Einmischen von P84 Pulver können Wärmeformbeständigkeit und tribologische Eigenschaften von temperaturbeständigen Thermoplasten entscheidend verbessert werden. Zum Herstellen von *Formteilen* aus P84 Pulver müssen, da das Pulver nicht schmelzbar ist, Verfahren der Pulvermetallurgie - bevorzugt Drucksinterverfahren - eingesetzt werden. Die typischen mechanischen Eigenschaften von SINTIMID® sind:

Zugfestigkeit	120 N/mm^2
Reißdehnung	9 %
Elastizitätsmodul (Zugversuch)	2600 N/mm^2
Druckfestigkeit	450 N/mm^2
Stauchung bei Bruch	45 %
Elastizitätsmodul (Druckversuch)	4100 N/mm^2
Biegefestigkeit	165 N/mm^2
Elastizitätsmodul (Biegeversuch)	3000 N/mm^2
Härte nach Rockwell M	120
Shore-Härte D	99

Eingesetzt werden Formteile aus P84 im Maschinen-, Fahrzeug und Apparatebau, z.B. als Kolbendichtringe, Gleitelemente, Lagerbuchsen etc.

Das Gebiet dieser Polymer-Hochtechnologie beweist den innovatorischen Zukunftstrend eines österreichischen Unternehmens und kann als Beispiel für die Wirkung der firmeneigenen Forschung und Entwicklung auf die Entstehung und Markteinführung neuer High-Tech-Produkte gelten.

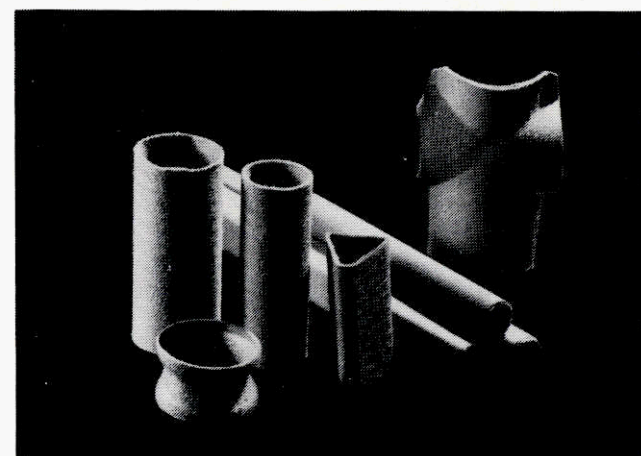
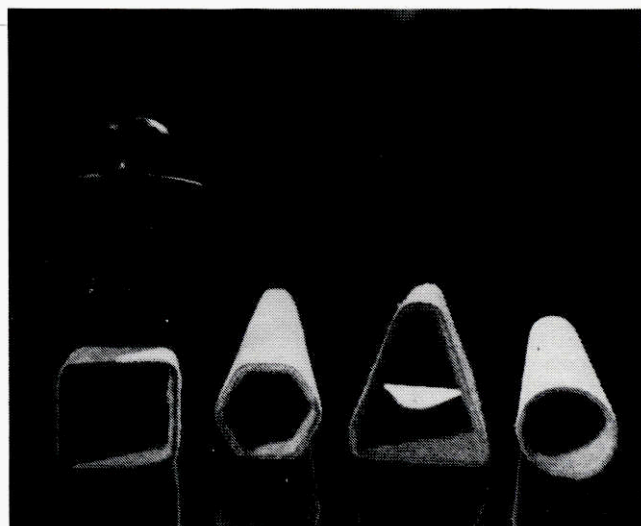


Abb. 6: P84 Strukturformteile

Literatur

- 1.) Bogert M.. J. Am. Chem. Soc. 30, 1135 (1908)
- 2.) U. S. Pat. 2710853 und U. S. 2712543. Du Pont (1955)
- 3.) Wurtz A.. Ann. 42. 3, 54 (1854)
- 4.) Meyers R.. J. Polym. Sci A17, 10, 2757 (1969)
- 5.) U. S. Pat. 3708458, The Upjohn Company (1973)

Verstärkung von Hochleistungskunststoffen mit P84-Polyimid

Manfred Schobesberger, Lenzing AG, Lenzing, Austria

Eine der neuen Anwendungsmöglichkeiten für P84-Pulver stellt die Verstärkung von Hochleistungskunststoffen, insbesondere thermoplastischer, dar. Es ist gelungen, den Gebrauchswert einiger dieser Materialien bei erhöhten Temperaturen durch Zugabe von geringen Mengen P84 Polyimid zu verbessern. Die Bedeutung des angehobenen Glasumwandlungspunktes (Tg) kommt, insbesondere bei tribologischen Anwendungen, zum Tragen.

One area in which P84 is finding new applications is the use of P84 powder as a reinforcing agent for high performance plastics in the thermoplastics area in particular. The addition of small amounts of P84 polyimide has helped achieve better service values for several of these materials at high temperatures. The high glass transition point (Tg) comes in useful particularly in tribological applications.

Viele thermoplastische Hochleistungskunststoffe sind in ihren Anwendungen stark eingeschränkt. Ursache dafür ist nicht alleine ihre geringe Formbeständigkeit in der Nähe des Glasumwandlungspunktes, sondern auch der Verlust ihrer tribologischen Eigenschaften bei erhöhten Temperaturen.

Viele der Eigenschaften können durch Zuschlagstoffe verbessert werden. So ist es üblich, diese Kunststoffe mit Glas-, Kohlefasern oder Glimmer zu verstärken.

Füllgrade bis zu 60 % sind keine Seltenheit. Mit diesen Maßnahmen können höhere Wärmeformbeständigkeiten erreicht werden.

So ist es gelungen, den Einsatzbereich dieser Kunststoffe auch über ihre Glasumwandlungstemperatur (Tg), die in den meisten Fällen zwischen 150 und 230°C liegt, auszudehnen.

Begrenzt wird die Verwendung dann hauptsächlich erst durch den Abfall der mechanischen Eigenschaften kurz vor dem Kristallitschmelzpunkt.

In tribologischen Einsatzbereichen, z.B. als Lager, Gleitelemente, Buchsen usw., werden die Grenzen der Anwendbarkeit jedoch sehr früh erreicht. Die Ursache dafür liegt in der wesentlich höheren Belastung der Grenzfläche zum Reibpartner.

So neigen diese Lager bei noch moderaten Temperaturen, das heißt deutlich unter dem Tg, bereits zum Versagen.

Dieses Versagen resultiert aus einem drastischen Anstieg des Reibungskoeffizienten mit der Temperatur (Abb. 1).

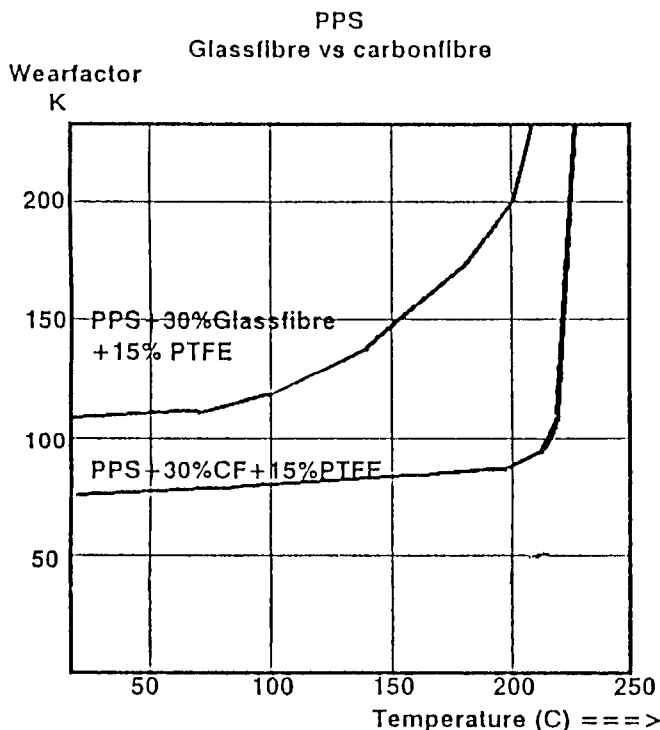
Man hat jedoch schon früh erkannt, daß durch die Zugabe eines Kunststoffes mit höherem Tg, z.B. Polyimid (P84-Polyimid Tg = 315°C), eine grundlegende Verbesserung der Eigenschaften erzielt werden kann.

Oberstes Ziel dieser Legierungen war es, den gemeinsamen Glasumwandlungspunkt bei annähernd gleicher Verarbeitbarkeit anzuheben.

Eines der ersten erfolgreichen Beispiele ist die Verstärkung von Polyphenylensulfid (z.B. Flyton der Fa. Phillips) mit P84-Polyimid, welches bereits 1977 von Alvaré² untersucht worden ist. Weitere Synergien wurden in der Herstellung von sogenannten Polyalloys zwischen Polyethersulfon (Beispiele: Victrex 3600P, 4800P von ICI) und Polyurethanen gefunden.

Alle diese Kunststoffe haben gemeinsam, daß sie im Zuge der Verarbeitung, zumindest zu einem geringen Teil, vernetzen oder nachpolymerisieren.

WEARFACTOR <> TEMPERATURE



WEARFACTOR <> TEMPERATURE

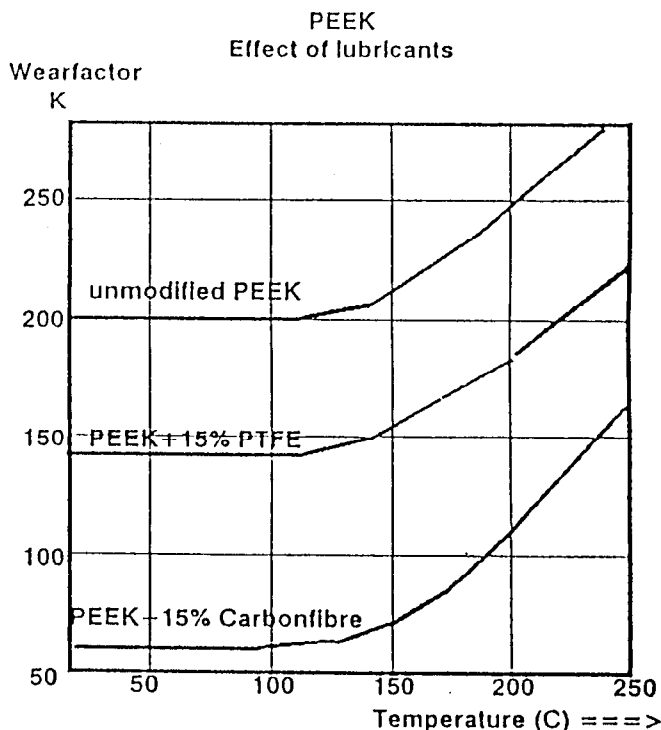


Abb. 1: Reibverhalten verschiedener Hochleistungsthermoplaste bei erhöhter Temperatur¹

Diese Effekte können in Verbindung mit P84 Polyimid dazu ausgenutzt werden, die einzelnen Polymerbausteine untereinander zu verbinden. Dies führt im Idealfall dazu, daß in einer solchen Polymerlegierung nur noch ein gemeinsamer Glasumwandlungspunkt, der deutlich über dem des Basismaterials liegt, gefunden wird. Dokumentiert werden diese Zusammenhänge in

einer Studie des New York Polytech Institute in einer Arbeit des Autors S.M. Makhija im Auftrag der Firma Pacrim International, Bradford, CT³.

Wie aus Abbildung 2 ersichtlich, kann durch definierte Zugabe von P84-Polyimid der Glasumwandlungspunkt von PES gezielt nach oben verschoben werden.

Der Vorteil dieser Mischungen und der zu erwartende Markterfolg liegt hauptsächlich darin, daß durch die Zugabe nur geringer Mengen eines hochwertigen Materials wie P84-Polyimid die Herstellungskosten dieser Kunststoffe nicht wesentlich ansteigen. Auf Grund der deutlich verbesserten Eigenschaften ergeben sich zusätzliche neue Anwendungen. Diese sind hauptsächlich im tribologischen Bereich, aber auch in der Herstellung von Konstruktionsteilen zu finden.

Durch die immer kürzer werdenden Produktlebenszyklen wird eine Kombination der Eigenschaften verschiedenster Kunststoffe zunehmend wichtiger, da die Kreation neuer Werkstoffe teuer und langwierig ist.

Das Hauptaugenmerk liegt dabei auf einer wirtschaftlichen Verarbeitung bei bestmöglicher Kombination aller benötigten Eigenschaften.

Literatur

- 1) Panhuizen, F.: Wear and Friction of High Temperature Plastics at Elevated Temperatures, LNP Plastics Nederlands B.V. (1989)
- 2) Alvarez: Polyallyol of Polyphenylene Sulfide and Polyimide, US Pat. 4,017,555 (Apr. 12, 1977)
- 3) Makhija, S.M.: Miscibility Studies in Blends of Polyethersulfone on P84-Polyimide, Pacrim International, Inc. Bradford, CT, USA (1990)

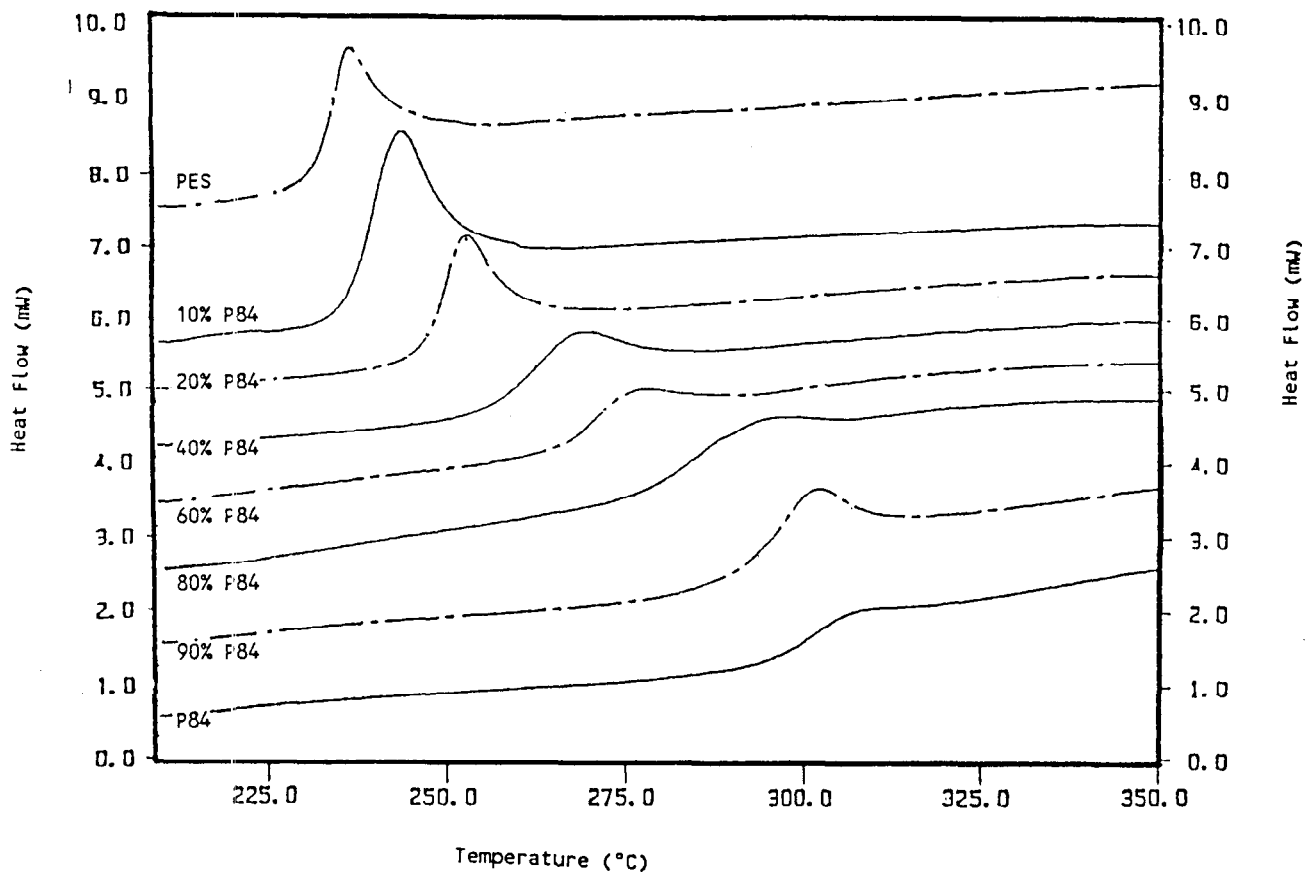


Abb. 2: Veränderung des Glasumwandlungspunktes von PES bei Zugabe von P84-Polyimid; Perkin-Elmer - 7 Series Thermal Analysis System

Der Einfluß von feinen Modalfasern und entsprechenden Baumwollqualitäten auf die Garn-eigenschaften bei Fling- und Rotorverspinnung

Ing. A. Greim, Ing. H. Leichtfried, Lenzing AG, Lenzing, Austria

Die Chance der europäischen Textilindustrie, insbesondere die der Garnerzeuger, liegt darin, sich auf höherwertige Artikel, d.h. feinere Qualitäten, umzustellen. Um solche Textilien herstellen zu können, bedarf es des Einsatzes von sehr feinen Fasern.

Feine Baumwolle (BW)-Fasern sind eine Rarität und müssen außerdem teuer bezahlt werden.

Da von allen künstlich hergestellten Fasern unsere Modalfaser der Baumwolle am nächsten kommt, wurde bereits Anfang der 80er Jahre mit der Entwicklung einer Modalfaser begonnen, die im Feinheitsbereich von exklusiven BW-Typen und darüber angesiedelt ist.

Die gegenständliche Versuchsreihe diente dazu, herauszufinden, welchen Vorteil unsere feine Modalfaser 1,0 dtex gegenüber der Standardtype 1,7 dtex bei Baumwolle-Modalmischungen bringt. Es wurden zwei unterschiedliche BW-Provenienzen vergleichend mit jeweils 50 % Lenzing Modal ausgesponnen.

Fazit: Bei den Rotorgarnen brachte unsere Modal-Feinsttitelfaser in Mischung mit beiden BW-Typen entscheidend günstigere Garn Gütedaten als die gröbere Modal 1,7 dtex.

Im Bereich der Ringgarne wurden bei Einsatz der 1,0 Modaltypen bei den meisten Qualitätsparametern bessere, bei einigen Qualitätsmerkmalen ebenbürtige Ergebnisse zur Modal 1,7 erzielt.

To secure their future the European textile industry, and the Yarn manufacturers in particular, must switch to high value (i.e. finer quality) articles. The manufacture of such textiles requires extremely fine fibres.

Fine cotton fibres are a rare commodity and are also expensive. As our modal fibres are more similar to cotton than any other man-made fibres, work was begun as far back as the early 80s on development of a modal fibre which has attained and even surpassed the fineness qualities of exclusive cottons.

By means of a series of representative tests we were able to establish the advantage of using our fine modal fibre 1.0 dtex compared with the standard 1.7 dtex in cotton modal mixes. For comparative purposes two different cotton sources were spun out, each with 50 % Lenzing Modal.

Conclusion: With rotary spun yarns our finest titre modal fibre mixed with either type of cotton exhibited markedly better yarn quality than the coarser modal 1.7 dtex.

With ring spun yarn the use of the 1.0 modal fibre achieved better results as far as the majority of quality parameters were concerned and equivalent results to those of 1.7 in respect of a few quality characteristics.

Der unübersehbare Trend zu leichteren Flächengebilden aus feinen Garnen veranlaßte die meisten Faserhersteller, Fein- oder Feinstfasern herzustellen. Konnte vor Jahren die 1,7 dtex Feinheit als Standard für die Ring- und Rotorspinnerei gelten, so hat sich in jüngster Zeit eine deutliche Verlagerung zur 1,3 dtex Faser ergeben. Lenzing hat inzwischen auch die 1,0 dtex Modalfaser auf den Markt gebracht.

Wenn man bedenkt, daß die Faserfeinheit 1,0 dtex einer Micronairefeinheit unter 3,0 entspricht, ergeben sich im Feingarnbereich, besonders beim Rotorspinnen, nahezu ungeahnte Möglichkeiten. Es ist hinreichend bekannt, daß Baumwollqualitäten von 3,0 - 3,5 Micronairefeinheit so gut wie nicht verfügbar und außerdem sehr teuer sind.

Wir haben nun im folgenden Bericht anhand von Probeausspinnungen zu untersuchen versucht, inwieweit feinere Modalfasern von 1,0 dtex die Eigenschaften der BW/Modal-Mischgarne im Vergleich zur gröberen Faser 1,7 dtex beeinflussen. Die Ausspinnungen erfolgten jeweils mit zwei verschiedenen Baumwollsorten nach dem Ring- und Rotorspinnverfahren. Es wurden Ringgarne der Feinheit Nm 50 und 80 und Rotorgarne der Feinheit Nm 40 und 60 angefertigt (Tab. 1).

Tabelle 1: Charakteristika von Baumwollen

	Sorte A (gBW)	Sorte B (mBW)
Micronaire	4.0	4.8
Festigkeit (cN/tex)	22.4	19.4
Dehnung (%)	8.5	8.8
Mittlere Faserlänge (mm)	23.2	20.9
Variationskoeffizient V (%)	36.6	37.1
Kurzfaserteil unter 12,5 mm	15.0	16.9

Bei der Baumwolle Sorte A handelt es sich um eine höherwertige, bei der anderen Baumwolle B um eine mittlere Baumwollqualität (Tab. 2).

Tabelle 2: Daten der eingesetzten Modalfasern

Faserlänge (mm)	40	40
Fasertiter (dtex)	1.0	1.7
Faserfestigkeit kond. (cN/tex)	35.6	35.2
Faserfestigkeit naß (cN/tex)	20.6	20.3
Faserdehnung kond. (%)	13.4	13.9
Naßmodul (cN/tex/5 %)	5.6	5.7
Einkräuselung (%)	4.7	4.1

Durchführung

Die Modaltypen 1,7 und 1,0 dtex wurden im Verhältnis 50/50 an der Strecke mit den beschriebenen kardierten Baumwollsorten vermischt. Der Mischpassage folgten zwei weitere Passagen, wobei bei der letzten Streckenpassage eine Regulierung des Faserverbandes erfolgte.

Am Flyer konnte aufgrund des Schlankheitsgrades bei der feinen Modalfaser 1,0 dtex und der damit verbundenen höheren Faser-Faser-Haftung mit geringeren Vorgardrehungen gearbeitet werden (α_m 24,5).

Die Ringgarne Nm 50 und 80 wurden jeweils mit α_m 100, die Rotorgarne Nm 40 und 60 mit α_m 115 gedreht. Eine Drehungsoptimierung erfolgte bewußt nicht, da der Einfluß der einzelnen Fasermaterialien auf die Laufeigenschaften und Garndaten herausgearbeitet werden sollte (Tab. 3).

Tabelle 3

	Flyer	Ringspinnmaschine		Rotor	
		50	80	40	60
Ausgabefeinheit (Nm)	2.2	50	80	40	60
Lieferung (m/min)	28.9	16.9	13.4	123.8	101.1
Drehungsbeiwert (α_m)	28.0	100	100	115	115
Spindel bzw. Rotortouren/min	1200	12000		90000	
Rotorart				T 36	
Auflösewalzentouren/min				8000	
Type der Auflösewalze				OS21 DN	
Abzugsdüse				KN 4	

Die Ergebnisse

Laufeigenschaften

Im Vorwerk brachten alle Partien problemlose Verarbeitungseigenschaften. Eine Differenzierung zwischen den untersuchten Partien konnte aufgrund der kleinen Partiegrößen nicht erfolgen.

In der Ringspinnerei lagen die Fadenbrüche bei Nm 50 bei allen vier Mischverspinnungen etwa gleich hoch: um 10 Brüche/1000 Spih. Bei der feineren Ausspinnung Nm 80 brachten die Verarbeitungen mit Modal 1,0 dtex eine Halbierung der Fadenbrüche gegenüber der gröberen Modalfasertypen 1,7 dtex (höhere Faseranzahl/Garnquerschnitt bei Modal 1,0 dtex).

Am Rotor waren signifikante Unterschiede zu erkennen, die Ergebnisse werden sowohl von der Modalfinheit als auch von der Baumwolltype beeinflusst. Die besten Resultate bringt die hochwertigere Baumwolle mit der feineren Modalfaser. Die gröbere Baumwolltype B konnte mit der 1,7 dtex Modalfaser erwartungsgemäß wegen zu hoher Fadenbrüche nicht zu Nm 60 ausgesponnen werden.

Garngütedaten

Festigkeit/Dehnung

Ring- und Rotorgarne zeigten bei allen Garnfeinheiten jeweils den deutlichen Trend, daß die feinere Modalfaser mit der qualitativ höherwertigen Baumwolle die günstigeren Daten brachte (Abb. 1).

Mit den Garndehnungen verhielt es sich ähnlich wie mit der Garnfestigkeit, bezogen auf die eingesetzte Modalfaser, d.h., die geringeren Garndehnungen zeigten Garne mit der gröberen Modalfaser 1,7 dtex.

Die unterschiedlichen Baumwollprovenienzen dürften bei den Ringgarnen einen untergeordneten Einfluß haben (Abb. 2).

Garngleichmäßigkeit

Ein signifikanter Unterschied zugunsten der feineren Modalfaser mit der qualitativ höherwertigen Baumwolle war in der Garnleichmäßigkeit unabhängig von der Garnnummer und der Spinnentechnologie festzustellen (Abb. 3).

Uster IPI-Werte

Dünnstellen

Auch hier zeigten die Garne mit unserer Modalfasertypenfaser deutlich bessere Ergebnisse. Der Einfluß der 1,0 dtex Modalfaser war wesentlich größer als jener der besseren Baumwollqualität A (Abb. 4).

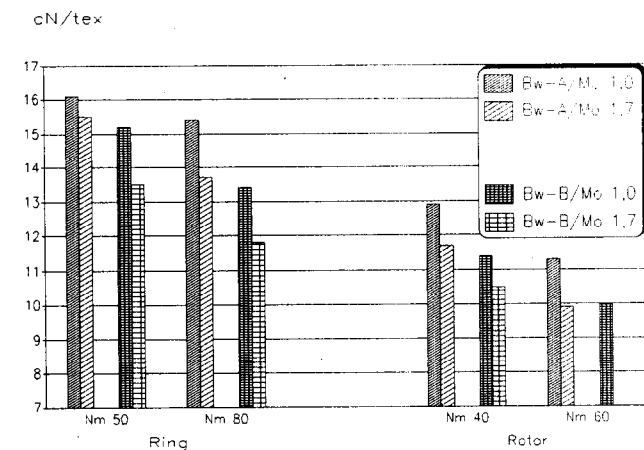


Abb. 1: Garnfestigkeit (cN/tex)

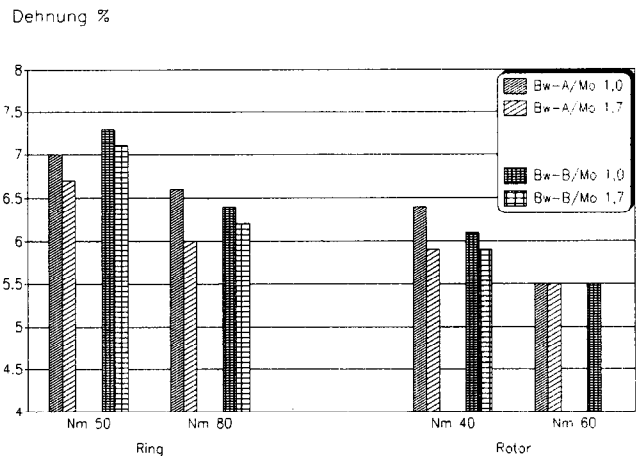


Abb. 2: Garndehnung (%)

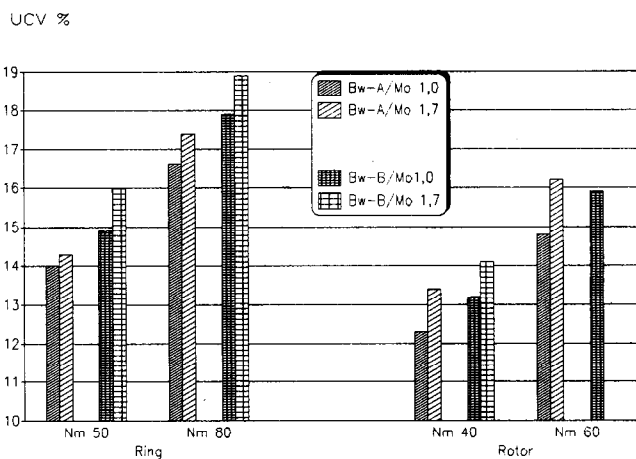


Abb. 3: Garnleichmäßigkeit (UCV %)

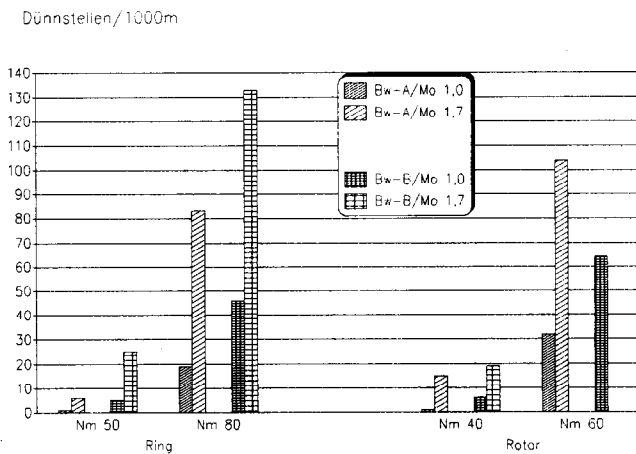


Abb. 4: IPI-Dünnstellen / 1000 m

Dickstellen und Noppen

Die Dickstellen und Noppen wurden hauptsächlich durch die eingesetzte Baumwolle bestimmt (geringerer oder höherer Kurzfaserteil).

Die nach dem Rotorspinnverfahren hergestellten Garne zeigten wiederum den positiven Einfluß der feineren Modalfaser und der besseren Baumwolle.

Die Dickstellen und Noppen fielen bei den Ringgarnen mit der feineren Modalfaser im Gegensatz zu den anderen Garndaten etwas ungünstiger aus, d.h., hier wiesen die Garne, die mit der gröberen Modalfaser versponnen wurden, bessere Ergebnisse auf (Abb. 5 und 6).

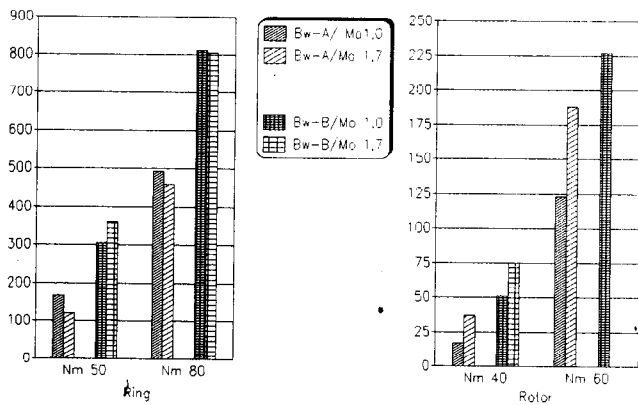


Abb. 5: IPI-Dickstellen / 1000 m

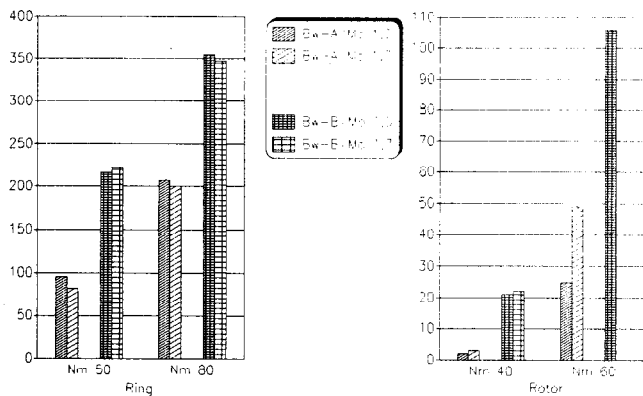


Abb. 6: IPI-Noppen / 1000 m

Zusammenfassung

Die Ausspinnungen wurden mit Modal/Baumwolle im gleichen Mischungsverhältnis durchgeführt, somit ist ein direkter Vergleich erlaubt.

Wir gehen davon aus, daß die feinere Modalfaser 1,0 dtex bevorzugt für feinere Garne zum Einsatz kommt, da man im mittleren Garnnummernbereich auch mit einer etwas gröberen Faser, z.B. 1,3 dtex oder 1,7 dtex, durchaus akzeptable Verarbeitungseigenschaften sowie Garngütedaten erzielen kann.

Wird die Feintiterfaser Modal 1,0 dtex eingesetzt, ist bei der Verarbeitung darauf zu achten, daß die entsprechenden Spinnmittel verwendet werden. Infolge des Schlankheitsgrades der 1,0 dtex Modalfaser ist hier mit einer höheren Faser-Faser-Haftung - wegen größerer Faseroberfläche - zu rechnen.

Eine Anpassung der Kardengarnituren sowie notwendige Änderungen im Streckwerksbereich sind daher erforderlich.

Wenn man nun die vorliegenden Ergebnisse kritisch betrachtet, so bringt die Beimischung von feinen Modalfasern zu Baumwolle im Ringbereich Vorteile hinsichtlich Festigkeit, Dehnung, Gleichmäßigkeit und IPI-Dünnstellen gegenüber der gröberen Modaltypen. Bei den Rotorgarnen sprechen alle Parameter der untersuchten Proben zugunsten der feineren Modaltypen.

Bei Rotorgarnen ab Nm 60 ist aufgrund unserer Erfahrung der Einsatz von Feintiterfasern in 1,3 bzw. 1,0 dtex zwingend notwendig. Wie die Ergebnisse unserer Untersuchungen weiter zeigen, ist der Einfluß der 1,0 dtex Feintiter-Modalfaser größer als jener der verwendeten Baumwollqualitäten.

Bei Mischungen von Modal mit Baumwolle erzielt man außerdem visuell ein besseres, saubereres Garnbild als bei Verwendung von 100 % kardierter Baumwolle. Es kann somit auf den Kammprozeß beim Baumwollanteil der hier gegenständlichen Mischgarne verzichtet werden.

Es ist grundsätzlich noch festzustellen, daß durch Modalbeimischungen nicht nur der Stapel und die Garnqualität verbessert werden, sondern daß auch die Lieferleistung an Vor- und Feinspinnmaschinen durch Drehungsreduzierung erhöht werden kann.

Der Einfluß des Fasertiters auf das Anfärbeverhalten

Ing. Walter Schaumann, Ing. Gabriele Piribauer, Lenzing AG, A-4860 Lenzing

Die Entwicklungen auf dem Gebiet der Viskose- und Modal-Feintitersfasern wurden sehr rasch in den industriellen Maßstab umgesetzt. Dem Trend entsprechend, erfolgt der Einsatz dieser Feintitersfasern vorwiegend im modischen Bereich, wo die Farbgebung einen hohen Stellenwert einnimmt. Der folgende Bericht gibt eine Übersicht über das Anfärbeverhalten von Lenzing Modal 1,3 dtex, 1,0 dtex im Vergleich zu dem Standardtiter 1,7 dtex und hochwertiger Baumwolle im Auszieh- und Kaltverweilverfahren mit Reaktivfarbstoffen. An Ausziehfarbungen wurde geprüft, ob und in welchem Ausmaß eine Beeinflussung des Echtheitsniveaus durch die Faser-einheit bzw. durch geänderte Farbstoffeinsätze auftritt.

The developments in the field of viscose and modal fine-titre fibres have been very quickly converted to an industrial scale. Following the trend, fine-titre fibres are mainly applied in the fashion sector, where their colouration becomes highly important. The following report gives a survey of the dyeing behaviour of Lenzing Modal 1,3 dtex, 1,0 dtex as compared with standard-titre 1,7 dtex and high quality cotton in the exhaust and cold pad batch method with reactive dyes. Tests were carried out on exhaust dyeings to find out whether and to what extent the fastness level is influenced by the fibre fineness and by changing the dyes applied.

1. Einleitung

Die Mode hat unter dem Thema »Weichgriff-Fall-Lüster« einen Trend kreiert, der Viskose- und Modalfasern eindeutig bevorzugt und sich in zunehmendem Maße in die Richtung feinerer Garne weiterbewegt.

Ohne die technologischen Fortschritte im Bereich der Faserherstellung wäre eine Realisierung wie im derzeitigen Umfang nicht möglich gewesen. Die Entwicklung von 1,3 dtex Viskose- und Modalfasern und speziell der Mikrofaser Modal 1,0 dtex eröffnete den Spinnereien die Möglichkeit, die inzwischen von der Rotorspinnentechnologie erreichte Ausspinnengrenze voll auszuschöpfen. Die dafür geeigneten Baumwoll-Qualitäten stehen nur in sehr begrenztem Umfang zur Verfügung und sind entsprechend teuer.

Mit Modal 1,0 dtex wurde eine Reihe von interessanten Drehungs- und Mischungsvarianten im feinen Rotor- und feinsten Ringgarnbereich entwickelt und in der Zwischenzeit erfolgreich eingeführt. Auch die bereits traditionelle Mischung mit Baumwolle nimmt wieder ein breites Segment in der Gestaltung von feinfädigen Web- und Maschenwaren ein, wobei sich hier beispielsweise zeigte, daß feine Rotorgarne mit Modal 1,0 dtex grifflig eine Annäherung an Baumwoll-Ringgarn-Qualitäten bringen.

Mit der Umstellung auf feinere Fasertiter ergab sich die Frage nach deren färberischem Verhalten.

Es war zu prüfen, wie sich die Titerreduktion von 1,7 dtex Modal auf 1,3 dtex und 1,0 dtex auf das Remissionsverhalten und - daraus folgend - auf den Farbstoffverbrauch auswirkt. Dabei interessierte auch der Vergleich zu hochwertiger Baumwolle, da das Anfärbeverhalten von Modal 1,7 dtex ursprünglich im Mittel auf jenes der Baumwolle abgestimmt wurde.

2. Versuchsplan

Den häufigsten Anwendungsgebieten entsprechend, wurden die Färbevergleiche zwischen Modal 1,7 dtex, Modal 1,3 dtex,

Modal 1,0 dtex und einer hochwertigen Baumwolle (im folgenden mit Sorte A bezeichnet) mit Reaktivfarbstoffen im Auszieh- und Kaltverweilverfahren an Strick- und Webwaren durchgeführt. Unter Rücksichtnahme auf den Weißgrad der Baumwolle erfolgte im Rahmen der Vorbehandlung eine Peroxidbleiche. Ausgefärbt wurden die Proben im Labormaßstab, entsprechend den Empfehlungen der jeweiligen Farbstoffproduzenten.

Die Farbdifferenzen wurden farbmetrisch mit Modal 1,7 dtex als Bezugsprobe ermittelt. Die prozentualen Angaben über den jeweiligen Farbstoffverbrauch beinhalten auch die Anteile an nichtfixierten Farbstoffen - also die tatsächlich erforderlichen Einsatzmengen zur Erzielung gleicher Farbtiefe wie auf Modal 1,7 dtex.

Folgende Parameter wurden geprüft:

- Substantivität und Baderschöpfung
- Erforderliches Farbstoffangebot für gleiche Farbtiefe im Ausziehverfahren
- Erforderliches Farbstoffangebot für gleiche Farbtiefe im Kaltverweilverfahren
- Beeinflussung des Echtheitsniveaus durch höhere Farbstoffeinsätze bei Feintitersfasern im Ausziehverfahren.

3. Ergebnisse

3.1. Substantivität und Baderschöpfung

Wie am Beispiel eines Reaktivfarbstoffes in Abbildung 1 dargestellt, resultieren aus der zunehmenden Feinheit von Modalfasern nur vergleichsweise geringe Auswirkungen auf die Farbstoffaufnahme-Geschwindigkeit und die Baderschöpfung.

Sehr deutlich wird der Titererfluß im Remissionsverhalten der Färbungen, wo speziell Modal 1,0 dtex zum Teil wesentlich hellere Farbeindrücke vermittelt (Abb. 2). Dieser Effekt ist physikalisch bedingt und von den Synthesefasern her bereits bekannt.

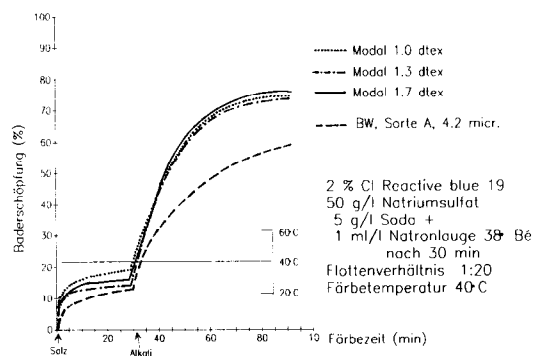


Abb. 1: Substantiver Farbauszug (Praxistest 100, ohne Filter)

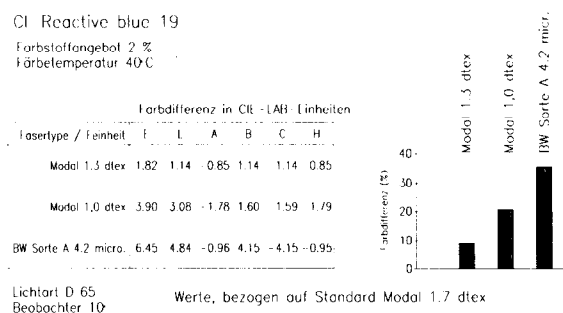


Abb. 2: Titererfluß auf das Remissionsverhalten

3.2. Ausziehverfahren

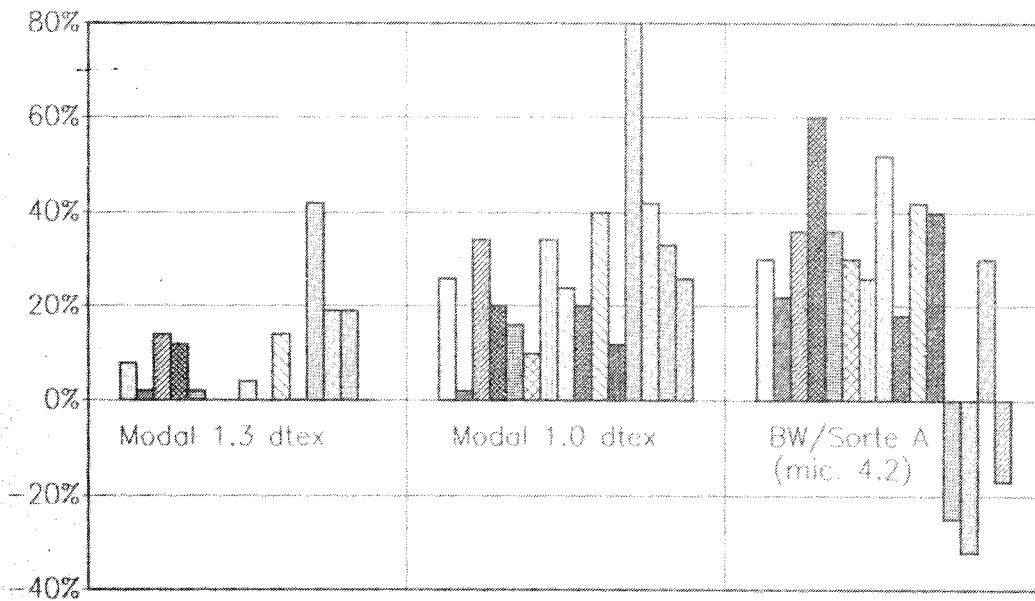
Das erforderliche Farbstoffangebot für etwa gleiches Remissionsverhalten der Färbungen auf Modal 1,0 dtex, 1,3 dtex und Baumwolle der Sorte A wie auf Modal 1,7 dtex wurde über Einzelfärbungen in zwei Serien mit einem Ausgangsangebot von 0,5 % bzw. 2 % Farbstoff (Typ) ermittelt. (Bei Farbstoffen mit bekannt geringer Fixierausbeute wurden die Einsatzmengen verdoppelt.)

Die Abbildungen 3 und 4 zeigen zunächst, daß die Ausbeute generell farbstoffabhängig ist und vom Aufbauvermögen der Farbstoffe auf den verschiedenen Substraten beeinflusst wird.

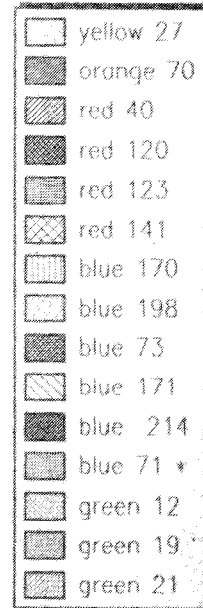
Für Färbungen auf 100 % Modalfasern, ebenso bei Mischungen mit Synthefasern, ist von Bedeutung, daß sich der durchschnittliche Farbstoffmehrbedarf bei Modal 1,3 dtex gegenüber 1,7 dtex in Grenzen hält, während bei Modal 1,0 dtex zum Großteil deutlich höhere Einsatzmengen erforderlich sind, um die gleichen Farbtiefen wie bei der 1,7 dtex-Faser zu erreichen.

Aus den Abbildungen 3 und 4 geht aber auch hervor, daß der Farbstoffbedarf für Modal 1,0 dtex bei einem Großteil der eingesetzten Farbstoffe in jenem Bereich liegt, den auch die Baumwolle benötigt, um eine bestimmte Farbtiefe zu erreichen (Ausnahmen bilden wie immer die Phthalocyaninfarbstoffe).

Unterschiede im Farbstoffangebot



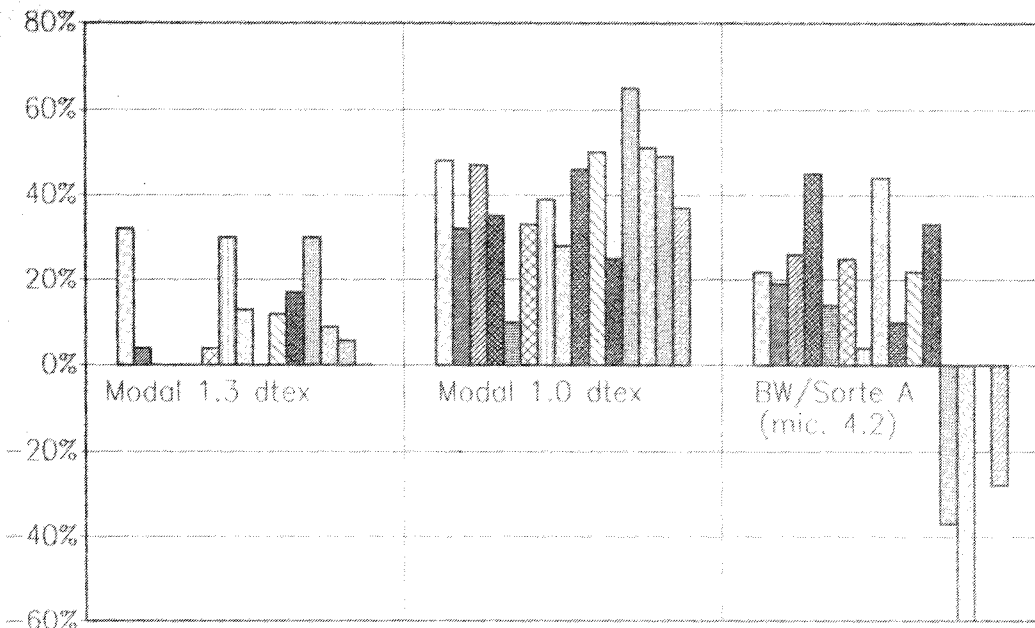
Colour Index Reactive -



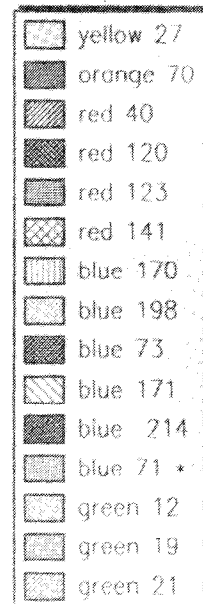
* türkis

Abb. 3: Farbstoffangebot für gleiche Farbtiefe. Bezug: Modal 1,7 dtex mit Angebot 0,5 % (Grün: 1,0 %), Ausziehverfahren

Unterschiede im Farbstoffangebot



Colour Index Reactive -



* türkis

Abb. 4: Farbstoffangebot für gleiche Farbtiefe. Bezug: Modal 1,7 dtex mit Angebot 2,0 % (Grün: 4,0 %), Ausziehverfahren

Mit Modal 1,0 dtex sind daher günstige Voraussetzungen im Hinblick auf eine gute Ton-in-Ton-Färbung bei Mischungen mit Baumwolle gegeben. Als weiterer Vorteil kommt hinzu, daß mit Modalfeintnern mehr Fasern im Garnquerschnitt vorliegen, was aufgrund des begrenzten Auflösungsvermögens des menschlichen Auges eine ruhigere Optik vermittelt.

3.3. Klotz-Kaltverweilverfahren

Zur Ermittlung der erforderlichen Farbstoffeinsätze in Klotzflotten für gleiche Farbtiefe auf Modal 1,0 dtex, 1,3 dtex und Baum-

wolle der Sorte A wie auf Modal 1,7 dtex, diente eine Farbstoffkonzentration von jeweils 30 g/l als Basis (Abb. 5). Für Schwarz wurde eine Kombination von 70 g/l C.I. Reactive Black 5 mit 10 g/l C.I. Reactive Yellow 15 verwendet. Die Flottenaufnahme lag generell bei 80 %.

Wie in Abbildung 5 dargestellt, sind für die Erzielung gleicher Farbtiefe auf Modal 1,3 dtex nur geringfügig höhere Farbstoffeinsätze erforderlich als auf der Bezugstype 1,7 dtex. Ebenso ist bei Modal 1,0 dtex ein relativ geringer Farbstoffmehrbedarf

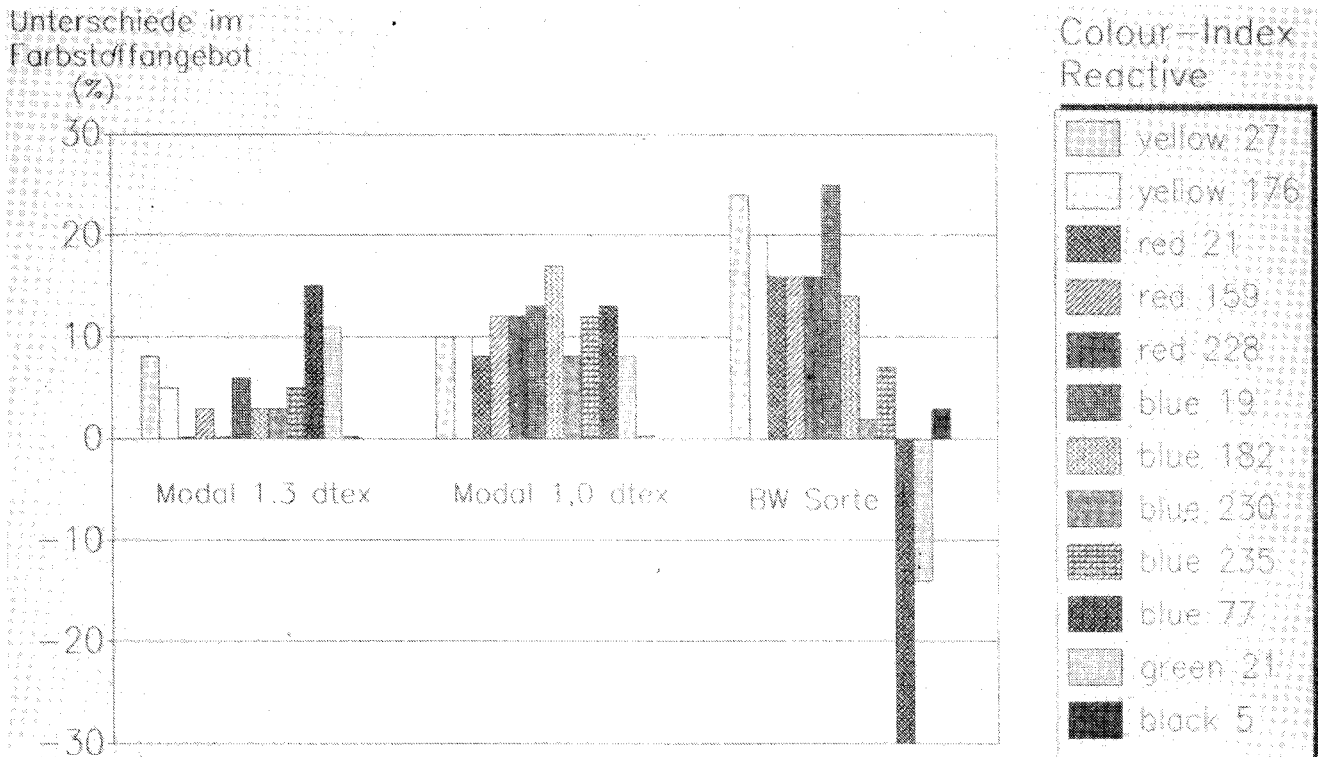


Abb. 5: Farbstoffangebot für gleiche Farbtiefe im Kaltverweilverfahren. Bezug: Modal 1,7 dtex mit Angebot 30 g/l

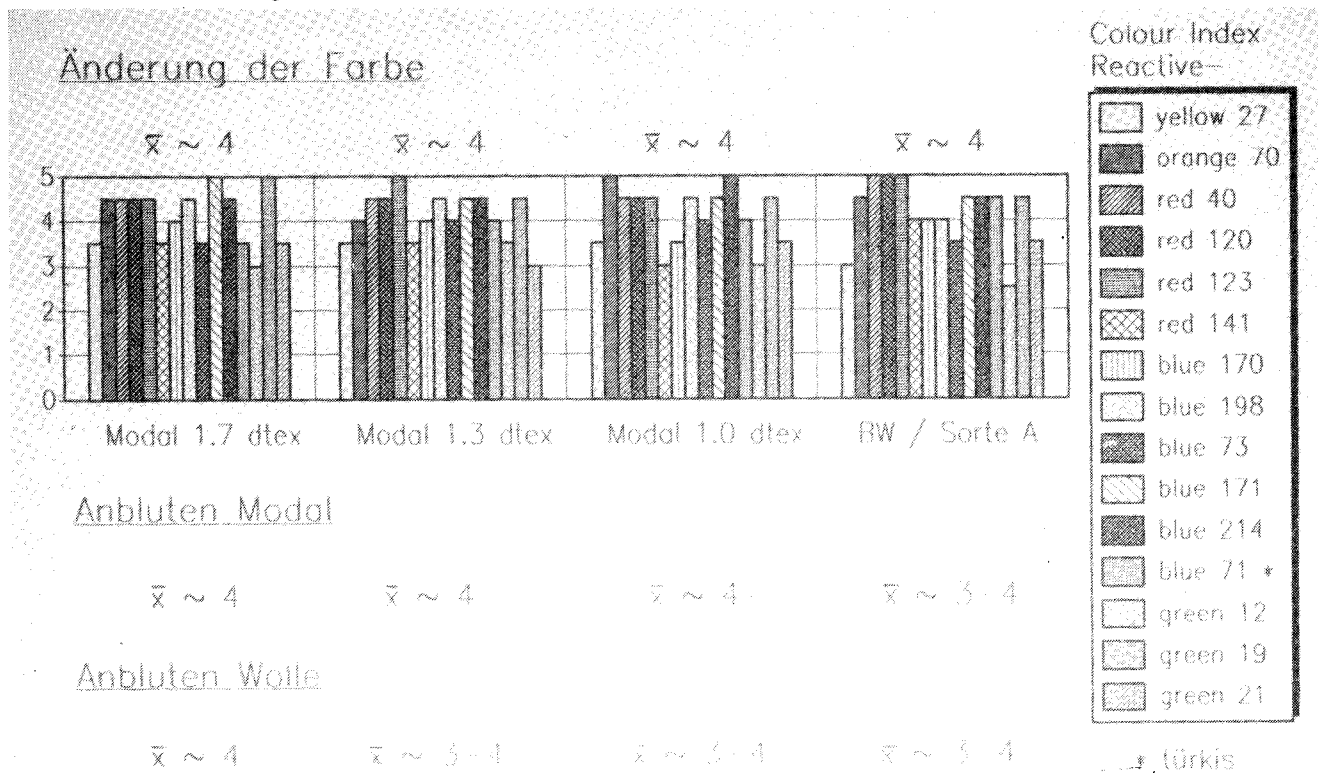


Abb. 6: Waschechtheit 60°C nach DIN 54010

gegenüber Modal 1,7 dtex zu registrieren. Dieses Verhalten der Modalfeintiter wurde auch bei Kaltverweilfärbungen in der Praxis festgestellt.

Eine Erklärung für diese im Vergleich zu den Ausziehfärbungen verhältnismäßig eng beieinanderliegenden Farbausbeuten der drei Titervarianten könnte eine vorwiegend oberflächennahe Anfärbung des Materials sein. Diese Vermutung muß noch näher untersucht werden.

Die Baumwolle zeigt mit wenigen Ausnahmen einen etwas höheren Farbstoffbedarf als Modal 1,7 dtex (Phthalocyanin-Farbkörper ziehen wiederum stärker auf Baumwolle). Aufgrund der registrierten Remissionswerte ist es hier - ebenso wie im Ausziehverfahren - die Modaltypen 1,0 dtex, die in den erzielbaren Effekten am ehesten mit der Baumwolle harmonisiert und somit als vorteilhafter Mischungspartner auch für gute Ton-in-Ton-Färbungen anzusehen ist.

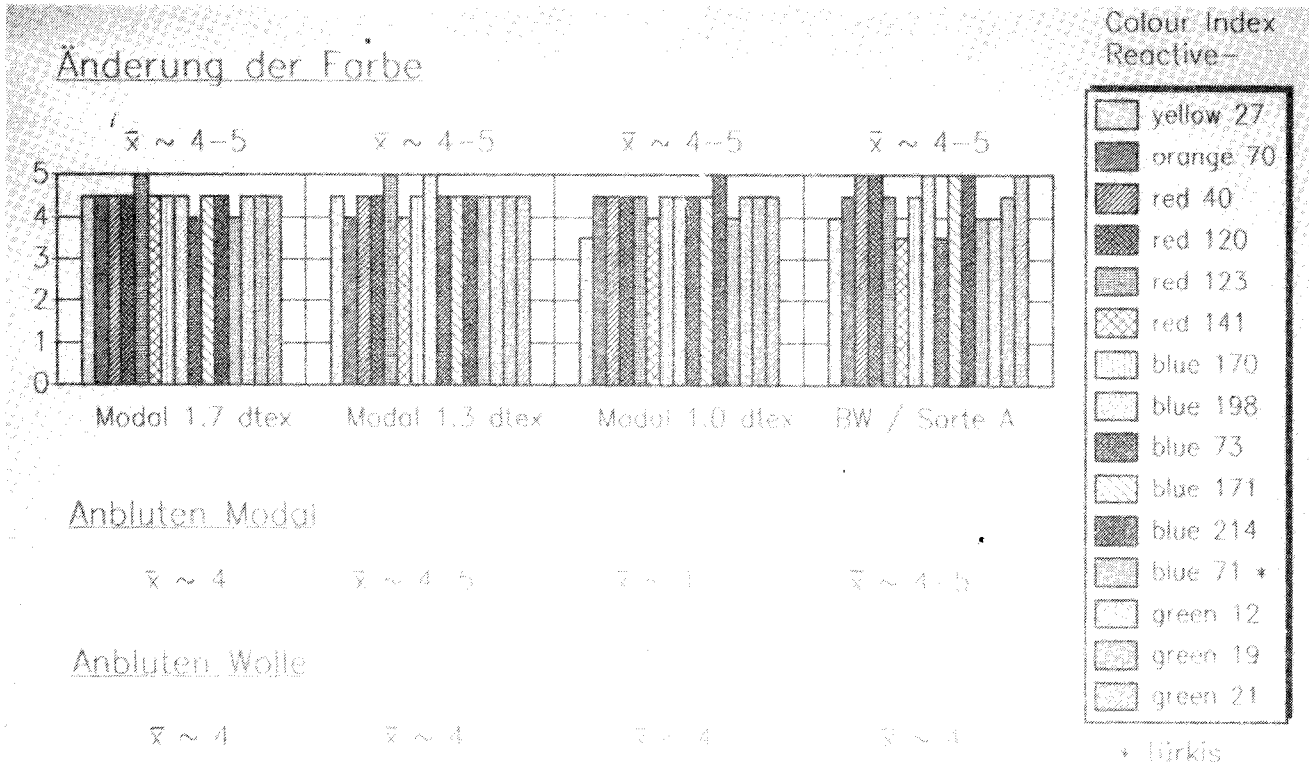


Abb. 7: Wasserechtheit schwer nach DIN 54006

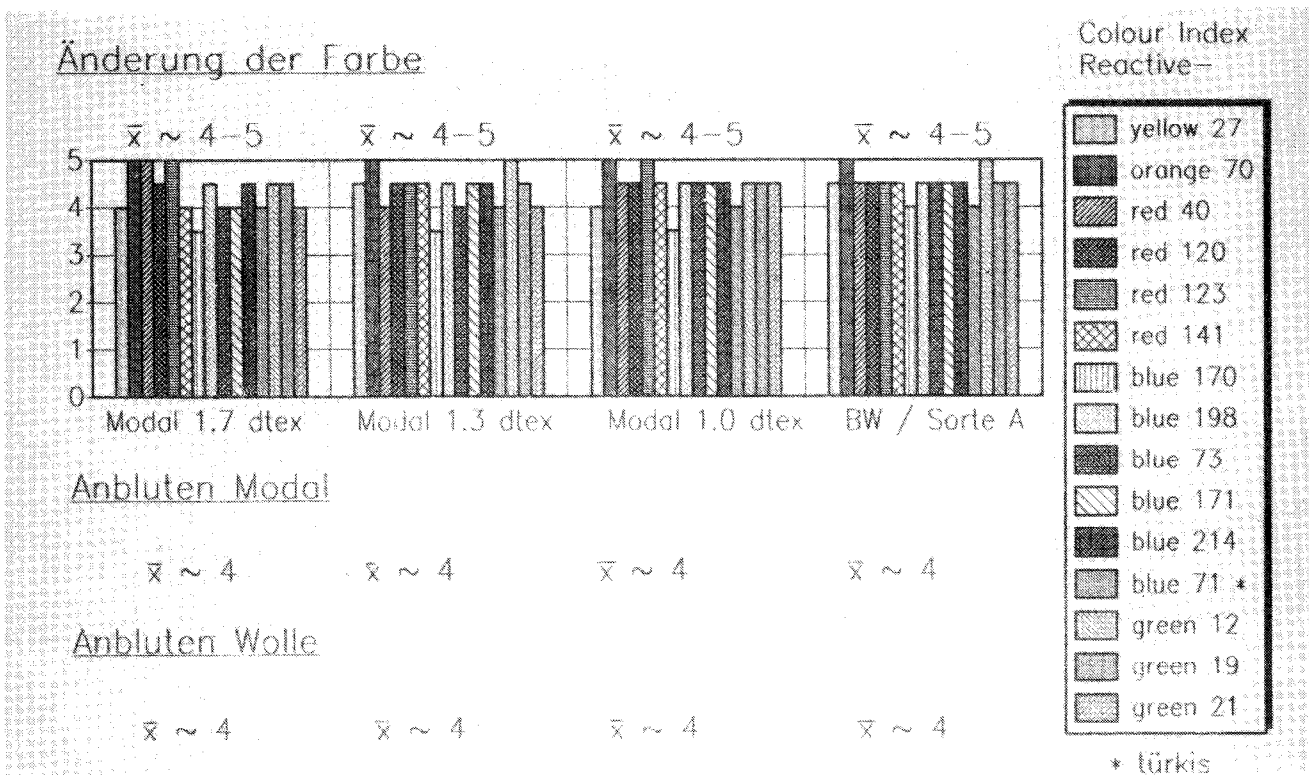


Abb. 8: Schweißechtheit alkalisch nach DIN 54020

3.4. Echtheiten

Geprüft wurden die Echtheiten an kationisch nachbehandelten Ausziehfärbungen.

Zur Beurteilung der Naß- und Reibechtheiten (Abb. 6 - 9) wurden die Muster mit der jeweils höchsten Farbstoffkonzentration herangezogen, die Lichtechtheitsprüfung (Abb. 10) erfolgte an jenen Mustern, die mit einem Farbstoffangebot von 0,5 % bzw. 1,0 % gefärbt wurden.

Die Farbechtheiten der Modalfaserproben liegen erwartungsgemäß auf einem guten Niveau. Es zeigen sich nur geringe Beeinflussungen durch den feineren Fasertiter respektive durch

die höheren Farbstoffkonzentrationen auf diesen Fasern. Das Niveau der Baumwolle wurde in jedem Falle erreicht.

4. **Schlußbemerkungen**

Die Färbeserien mit Reaktivfarbstoffen im Auszieh- und Kaltverweilverfahren zeigten, daß die Farbstoffaufnahme-Geschwindigkeit und die Baderschöpfung durch die Titerverfeinerung nur wenig beeinflusst werden.

Ein deutlicher Einfluß des Fasertiters auf die Farbtiefe ist speziell bei Färbungen nach dem Ausziehverfahren festzustellen, wo vor

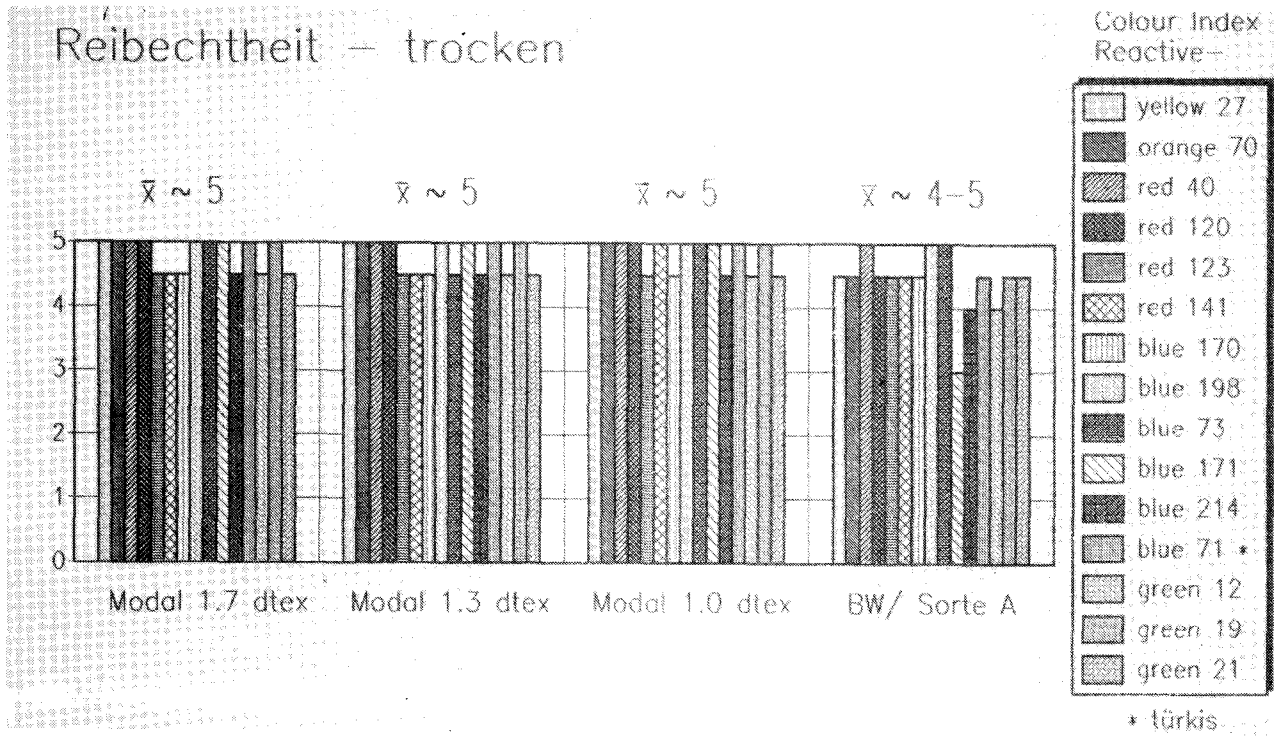


Abb. 9: Reibechtheit trocken nach DIN 54021

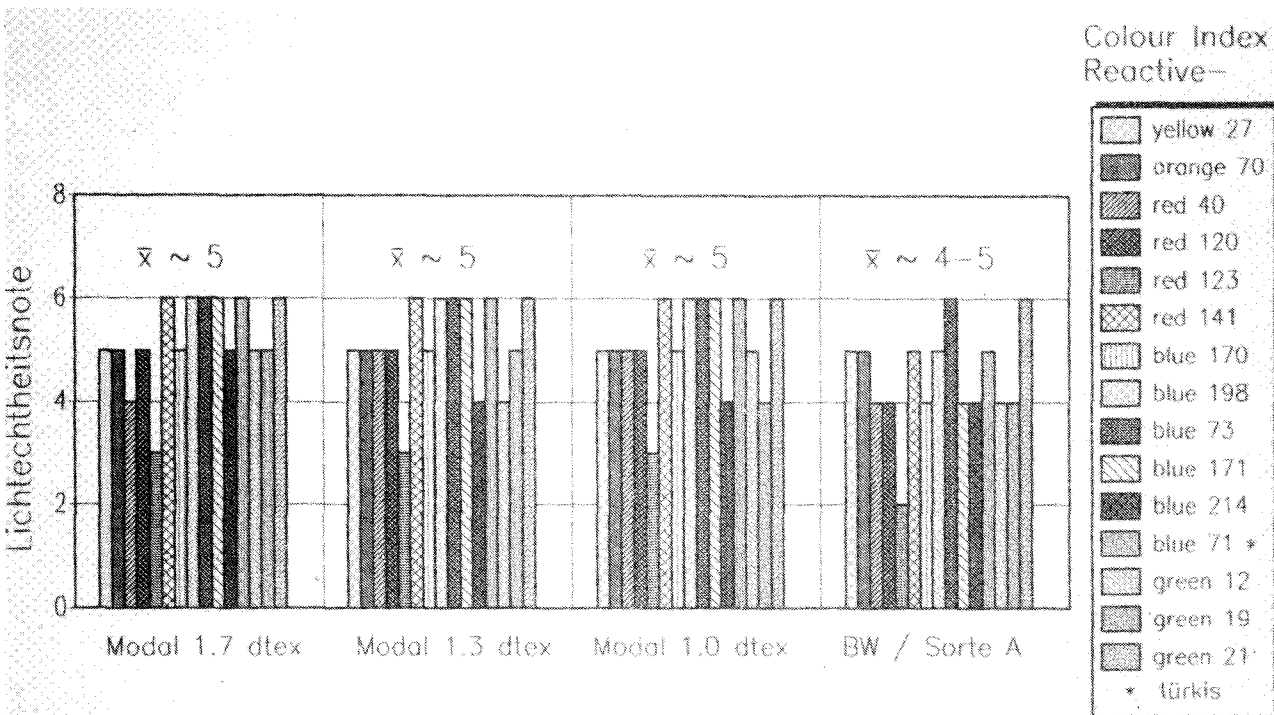


Abb. 10: Lichtehtheit nach DIN 54004

allem Modal 1,0 dtex deutlich hellere Farbausfälle zeigt. Dies ist physikalisch bedingt und gilt für alle Fasern, Naturfasern wie auch Synthetiks.

Bei Klotz-Kaltverweilfärbungen sind dagegen relativ geringe Farbdifferenzen zwischen den einzelnen Faserfeinheiten feststellbar (Ausnahme: Phthalocyaninfarbstoffe). Da mit vergleichbarer Flottenaufnahme geklotzt wurde, ist vermutlich die Intensität der Oberflächenanfärbung sehr ähnlich.

Die Echtheiten von Reaktivfarbstoffen auf Modalfasern sind generell gut und durchwegs besser als auf Baumwolle. Bei den

im Ausziehverfahren gefärbten Mustern konnte kein wesentlicher Einfluß des feineren Titers bzw. der höheren Farbstoffeinsätze auf die Echtheiten festgestellt werden.

Zusammenfassend zeigen die Modal-Feinsttiterfasern ein normales, färberisches Verhalten mit Ausnahme der physikalisch bedingten Effekte bei Ausziehfärbungen auf Modal 1,0 dtex. Bei Mischungen von Modal 1,0 dtex mit hochwertiger Baumwolle ergeben sich Vorteile durch eine mehrheitlich gute Ton-in-Ton-Färbung und die hohe Feinverteilung der Fasern in den Garnen, welche zu einer entsprechend hohen Farbauflösung und Vergleichmäßigung der Optik führt.

MAYREDER

**INGENIEURE MAYREDER, KRAUS & CO
BAU-HOLDING GESELLSCHAFT MBH.
A-4020 LINZ, SOPHIENGUTSTRASSE 20**



Mitglied der Vereinigung industrieller
Bauunternehmungen Österreichs



INDUSTRIEBAU
FERTIGTEILBAU
KRAFTWERKE
TALSPERREN
WASSERBAU
BRÜCKENBAU
STRASSENBAU
HOCHBAU

FASSADEN-
RENOVIERUNG
TUNNELBAU
FELS- UND
HANGSICHERUNGEN
DRUCKLUFT- UND
PFAHLGRÜNDUNGEN
TOTALUNTER-
NEHMERSCHAFT
PROJEKTIERUNGEN

Alum Treatment of Bleach Plant Wastewaters

Dr. Dipl.-Ing. G. Meister, M. Wechsler, F. Holzapfel, Dr. H. Sixta,
Department of Biotechnological Research, Lenzing AG, Lenzing, Austria
(Poster presented: ENVIROTECH Vienna 1990)

Introduction

Environmental problems caused by the bleaching of pulp can be reduced by a pretreatment method with alum, which eliminates hazardous and/or slowly biodegradable substances from bleach plant wastewaters.

The aim of this work was to show, whether and how the alum precipitation method is applicable to bleach plant effluents originating from the production of beechwood dissolving pulp for viscose fiber production. The process is already successfully applied to pine pulp for paper board manufacture bleaching wastewaters (Feldmühle AG, Baienfurt, FRG).

Method and Treatment Plants

(Chlorinated) lignin fractions are precipitated by Al^{3+} ions, the resulting precipitate is allowed to sediment by the aid of a polyelectrolyte.

A scheme of the rather simple plant is shown in figure 1. Maximum capacity: 500 l/h of wastewater.

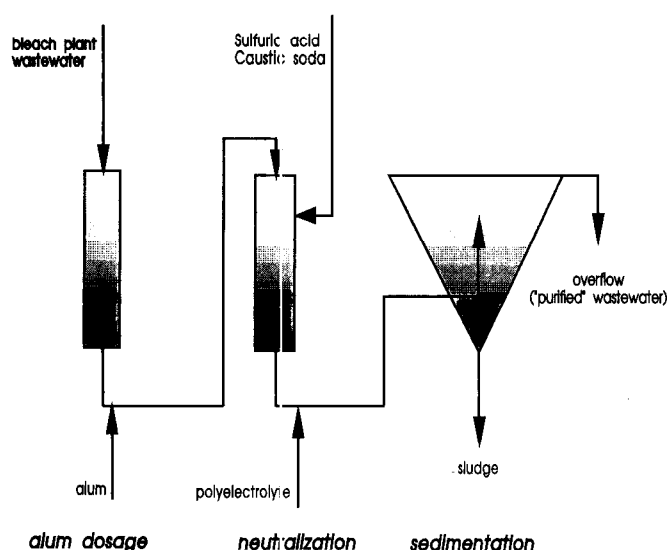


Figure 1

Alum was dosed to the wastewaters, before the pH was adjusted to 5.2. After a short reaction time (5 - 15 min), a polyacrylamide solution Benekiser (Labufloc A255; 1:200) was added to improve floc size and enhance sedimentation velocity. The resulting precipitate could settle in a sedimentation basin ($V = 2.5 \text{ m}^3$; $A = 2.7 \text{ m}^2$).

A small part of the overflow was treated in lab-scale biological wastewater treatment plants ($V = 7.5 \text{ l}$; $T = 37^\circ\text{C}$). Identical plants loaded with untreated wastewaters were used as reference.

Wastewater

Three different wastewater streams have been examined:

DIPB:

Dissolving pulp, beechwood
Overall wastewater of the bleaching line for the exclusive production of beechwood dissolving pulp for viscose fiber production; bleaching sequence EOP-H-P.

PAPS:

Paper pulp, sprucewood
Overall wastewater of the bleaching line for spruce pulp for paper production; bleaching sequence C-PE-H-H.

DIPBH:

Dissolving pulp, beechwood, H-stage
Wastewater of the hypochlorite stage of the DIPB bleaching line.

Alum Pretreatment

Sedimentation velocity of the precipitates and elimination efficiencies strongly depend on pH. Previous laboratory experiments had shown that best results can be obtained, when the pH is kept at 5.2 (4.8 - 5.3).

The following table shows the average values for some interesting parameters (the temperature was depending on the incoming water and was not regulated):

	DIPB	PAPS	DIPBH
Q (l/d)	5544	5924	5592
T ($^\circ\text{C}$)	46.5	35.6	40.5
Alum (kg Al/m ³)	0.32	0.20	0.31
PA (g/m ³)	18.8	14.6	21.4
Sludge dry mass (g/l)	6.5	3.5	5.0
Sludge (kg/d)	3.4	2.1	1.9

In figures 2 to 4 you can clearly see, that there is a significant difference in the elimination efficiencies for COD, DOC and AOX between PAPS on the one hand and DIPB and DIPBH on the other hand (the absolute concentrations are shown in figures 14 to 16).

One reason for this phenomenon is the higher lignin content of PAPS (> 40 % of COD) contrary to DIPB (approx. 20 % of COD). The extinction at 280 nm, which can be taken as a simple means to estimate the lignin content, demonstrates the higher lignin removal rates out of PAPS wastewater (see Figs. 6 and 7).

All the wastewaters were decolorized to a rather high degree, but again DIPB showed the lowest effect (Fig. 5).

There is only little reduction of BOD_5 , indicating that the precipitated compounds are not or only slowly biodegradable.

Biological Treatment

COD loads (kg/m³.d):

	DIPB	PAPS	DIPBH
untreated	1.3-2.0	1.3-1.7	0.9-1.2
treated	1.0-1.6	1.2-1.6	0.9-1.1

The alum pretreatment removes a big part of the slowly biodegradable compounds, resulting in a higher COD and DOC elimination efficiency in the subsequent biological stage (Figs. 9 and 10).

The AOX removal rate in the biological plant cannot be enlarged much by the alum pretreatment, indicating that the AOX compounds are less biodegradable, especially those of spruce paper pulp production (Fig. 11). Due to the same reasons, the BOD₅ elimination, too, was hardly influenced (Fig. 13) and remained constant at approx. 95 %.

All wastewaters examined showed a color increase during biological purification (Fig. 12).

Overall Purification

The mean overall reduction rates of the combined alum and biological treatment are shown in the following table:

	DIPB	PAPS	DIPBH
COD	83.5	78.9	87.6
DOC	-	90.2	92.3
Ext. (420 nm)	65.0	73.7	89.6
AOX	-	79.2	82.5
BOD ₅	-	97.0	97.8

Figures 14 to 18 show the effects of a combination of alum pretreatment and biological purification on the one hand and biological treatment alone on the other hand.

The most important effect is the AOX reduction in PAPS effluent, because there is the biggest difference in effluent quality between alum pretreated and only biologically treated waters. The effluent qualities are improved in all cases by alum pretreatment.

Part of the color removed by the pretreatment is reconstituted in the following biological stage.

The removable compounds do not significantly inhibit the elimination of biodegradable material; the BOD₅ concentrations are reduced to about the same level in all cases.

Conclusions

In our case, the alum pretreatment of PAPS wastewater showed significantly higher removal efficiencies for COD, DOC and AOX, than the pretreatment of DIPB or DIPBH. The improvement of COD biodegradation in the subsequent biological stage, too, was best with PAPS.

According to the disadvantages of the alum treatment

- high amounts of alum and polyacrylamide needed;
- increase of Al-concentration in the effluent;
- sludge disposal (incineration, deposition) and resulting environmental problems;
- investment costs,

the method is not recommendable for effluents with low lignin contents.

The main advantage is the ability to remove higher molecular lignin fractions, which - if chlorinated - represent the biggest part of persistent AOX compounds.

Abbreviations

- COD Chemical oxygen demand
- DOC Dissolved organic carbon
- BOD₅ Biochemical oxygen demand in 5 days
- AOX Adsorbable organic halogen
- PA Polyacrylamide
- Q Wastewater infabre
- T Temperature
- V Volume
- A Surface area

Bleaching sequences

- C chlorination stage
- P Peroxide stage
- E Alkaline extraction
- H Hypochlorite stage
- EOP Alkaline oxygen stage with peroxide reinforcement

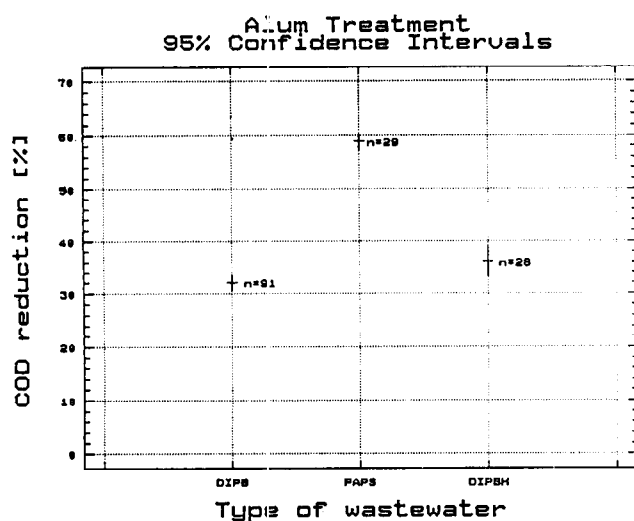


Figure 2

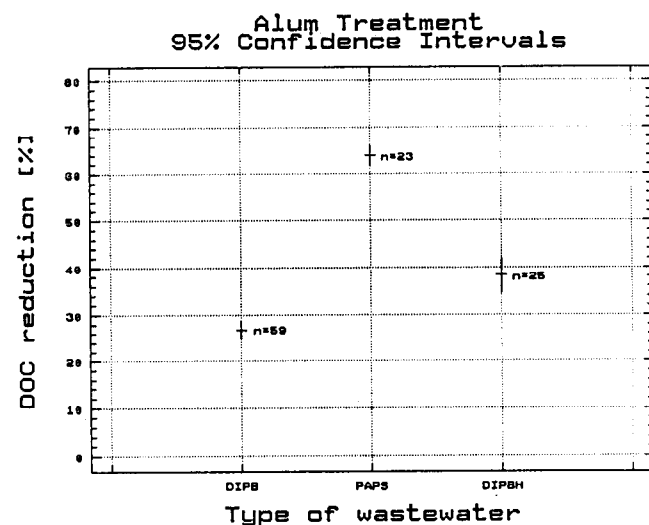


Figure 3

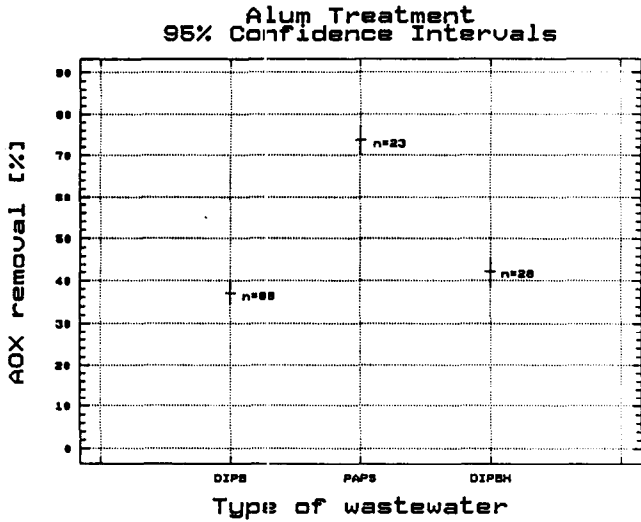


Figure 4

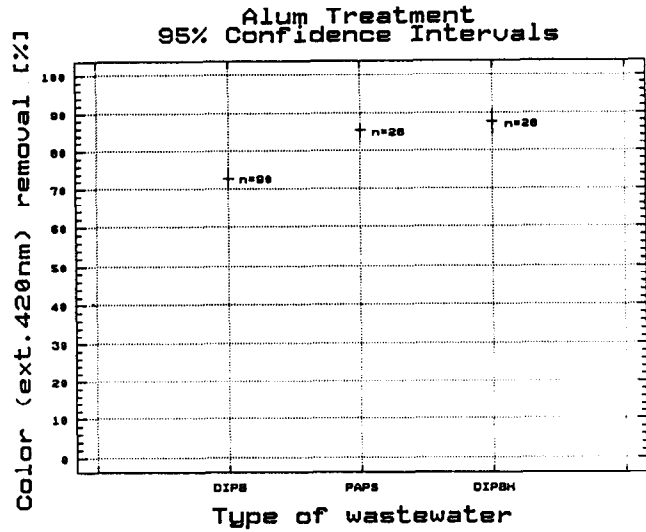


Figure 5

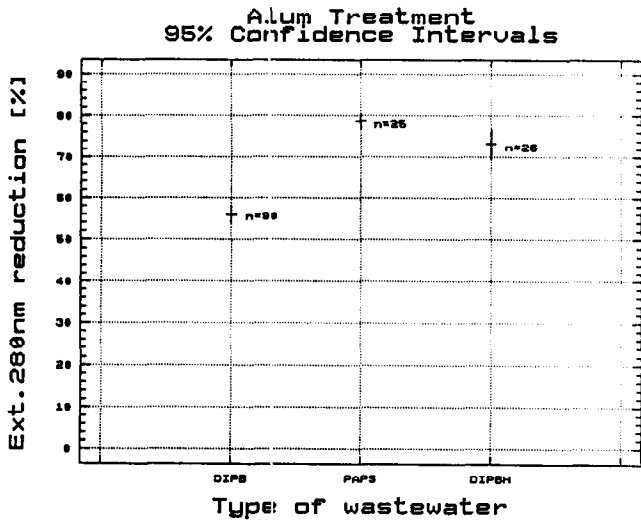


Figure 6

Average extinctions (280nm) prior to and after alum treatment

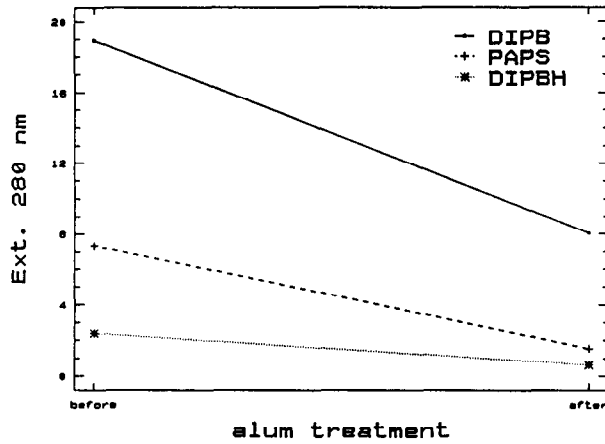


Figure 7

Average BOD5 values prior to and after alum treatment

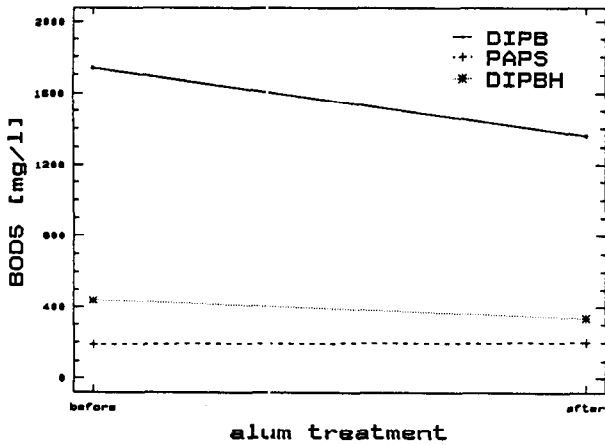


Figure 8

Biological purification of alum treated and untreated waters - 95% conf.int.

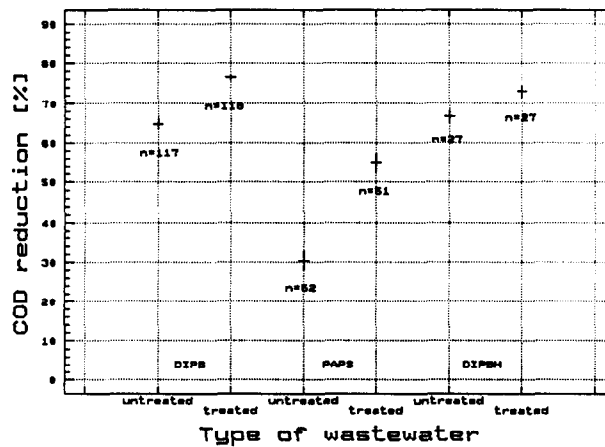


Figure 9

Biological purification of alum treated and untreated waters - 95% conf.int.

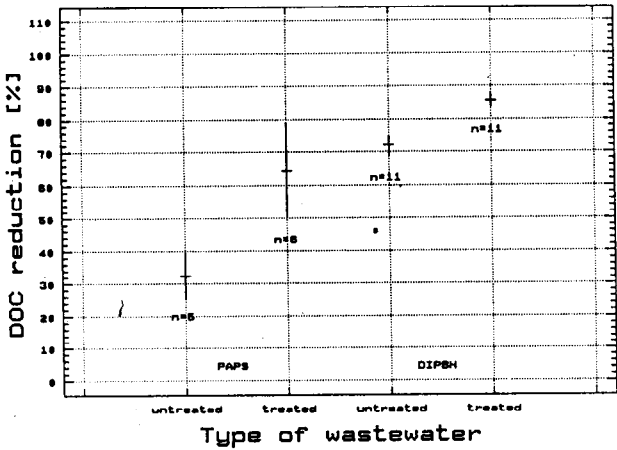


Figure 10

Biological purification of alum treated and untreated waters - 95% conf.int.

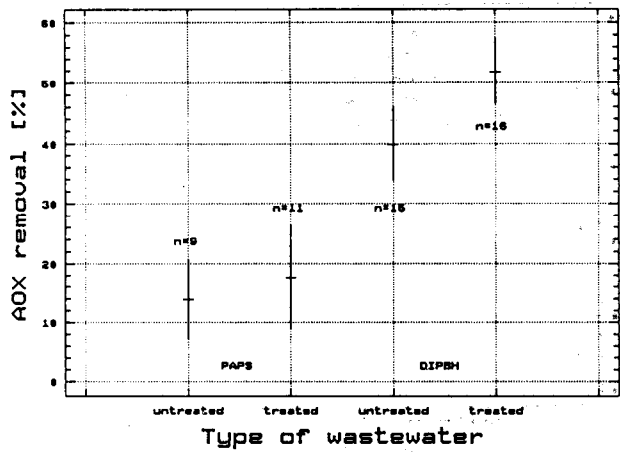


Figure 11

Biological purification of alum treated and untreated waters - 95% conf.int.

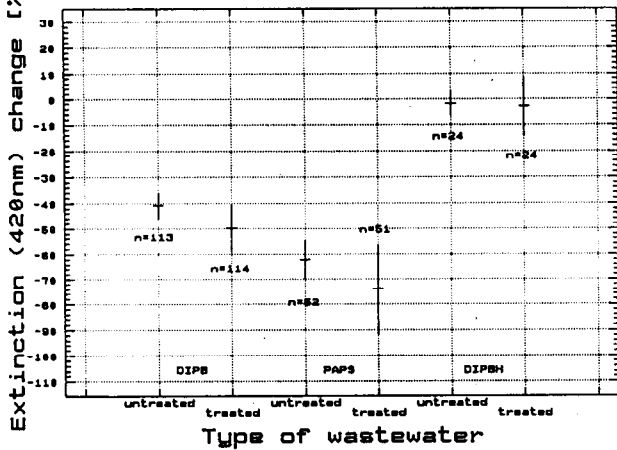


Figure 12

Biological purification of alum treated and untreated waters - 95% conf.int.

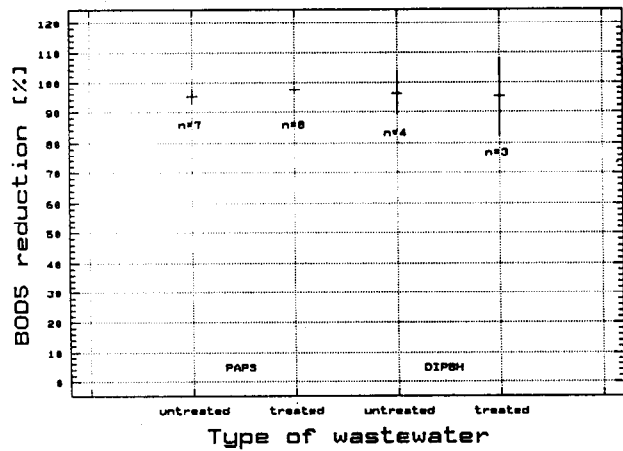


Figure 13

Average COD reduction

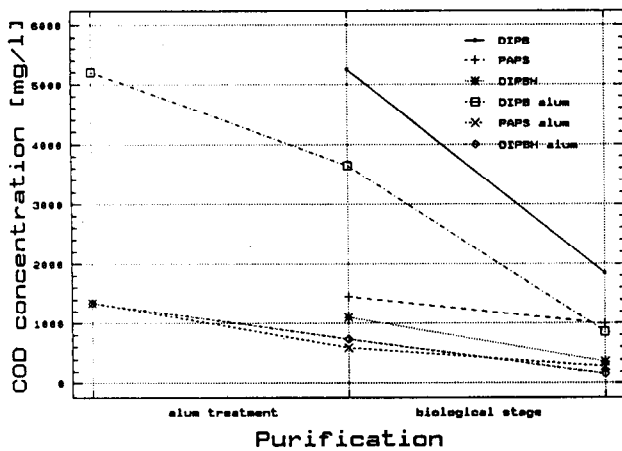


Figure 14

Average DOC reduction

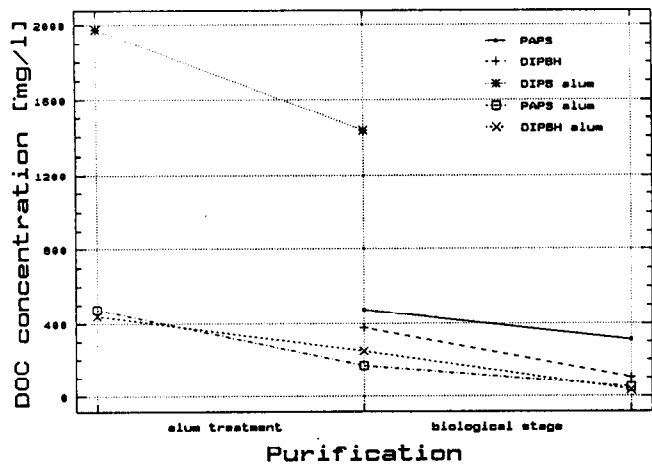


Figure 15

Average AOX reduction

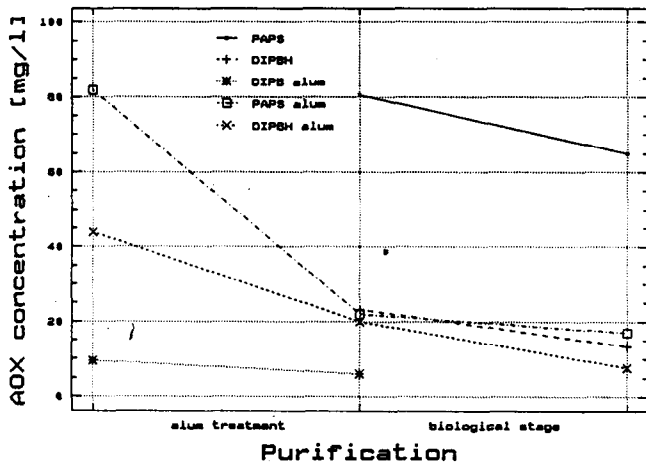


Figure 16

Average extinction changes (420 nm)

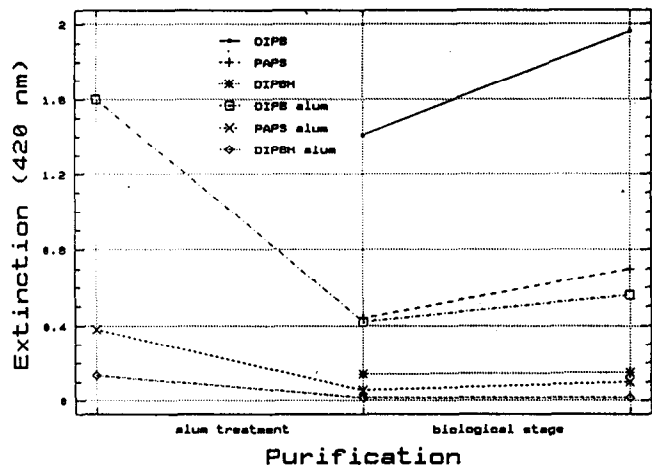


Figure 17

Average BOD5 reduction

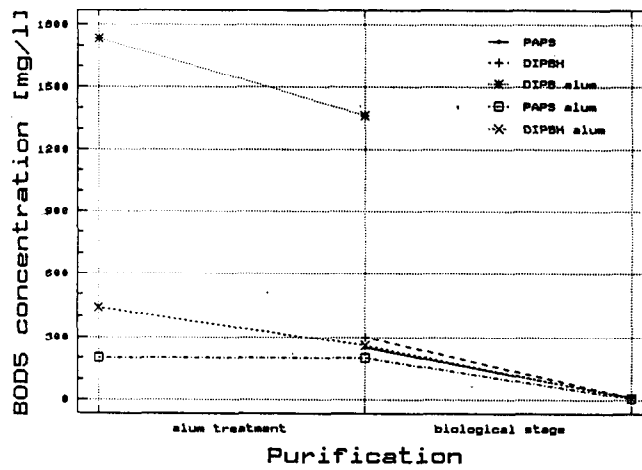


Figure 18

Ursachen und Einflüsse der Organochlorbelastung von Sulfitzellstoffen

Dr. H. Sixta, Dr. Th. Baldinger, Dr. G. Götzinger, J. Mayrhofer, R. Manetsgruber, B. Vorderderfler, L. Lindquist

Die bei der Reaktion chlorhaltiger Bleichchemikalien mit Zellstoff entstehenden Organochlorverbindungen gelangen nicht nur in das Abwasser, wo sie als spezifische AOX-Emission registriert werden. Zwischen 5 und 50 % der gesamten Organochlorverbindungen können im Zellstoff nachgewiesen werden. Auch durch eine Weiterverarbeitung zu Papier oder zu cellulosischen Fasern können sie nicht vollständig entfernt werden. Der quantitative Nachweis von Organochlorverbindungen in den Faserrohstoffen war lange Zeit nicht abgesichert. Dies lag vor allem daran, daß die Miterfassung der anorganischen Halogenverbindungen nicht auszuschließen war. Mittlerweile steht mit der OX-Analyse eine abgesicherte Methode für den quantitativen Nachweis von Organochlorverbindungen in cellulosischen Faserstoffen zur Verfügung.

Analysiert wurden die OX-Gehalte einer repräsentativen Auswahl von Chemiezellstoffen. Dabei zeigte sich, daß die OX-Konzentrationen deutlich unterhalb der für Papierzellstoffe publizierten Werte liegen¹. Auffallend war die Abnahme der OX-Konzentration mit zunehmendem Alpha-Gehalt bei konventionell gebleichten Zellstoffen.

Bleichversuche an einem Fichtensulfitzellstoff (Kappa 26) im Labormaßstab sollten klären, ob zwischen den Bleichbedingungen und der OX-Belastung von Zellstoffen ein Zusammenhang besteht. Dabei zeigte sich, daß neben der spezifischen Einsatzmenge von Gaschlör, Hypochlorit oder Chlordioxid auch die Bleichfolge und die Stellung chlorhaltiger und nicht chlorhaltiger Stufen in der Sequenz in Vor- und Nachbleiche die OX-Konzentration beeinflussen. Eine zusätzliche Peroxidbleiche am Ende einer konventionellen Bleichsequenz senkt die OX-Konzentration im Zellstoff deutlich ab, die AOX-Emission im Abwasser steigt dagegen an.

Weiters wurde gefunden, daß es zwischen der spezifischen Einsatzmenge an Chlorverbindungen und der OX-Konzentration keinen einfachen Zusammenhang gibt. Die Unterscheidung von chlorfrei- und chlorgebleichten Zellstoffen ist mit Hilfe der OX-Analyse selbst bei geringsten Chlordosierungen mit hoher Sicherheit möglich.

The organochlorine compounds which result from the reaction of chloric bleaching chemicals with pulp, do not only enter the waste water where they are registered as specific AOX emissions.

Between 5 and 50 % of all organochlorine compounds can be detected in the pulp. Even further processing into paper or cellulose fibres does not remove them entirely. For a long time there was no firm quantitative evidence of organochlorine compounds in textile raw materials. This was mainly due to the fact that it was impossible to exclude inorganic halogen compounds. OX analysis has since provided a reliable method of obtaining quantitative evidence of the presence of organochlorine compounds in cellulose fibrous materials.

The OX levels of a representative selection of chemical pulps were analysed. It became apparent that the OX concentrations are markedly lower than the published values for paper pulps¹. Particularly significant was the way in which the OX concentration decreased as the alpha content increased in conventional bleached pulps.

Bleach trials were carried out on a pine sulphite pulp (Kappa 26) on a laboratory scale to establish whether there is any link between the bleaching conditions and the OX burden of pulps. It became apparent that, in addition to being influenced by the specific quantity of chloric gas, hypochlorite or chlorine dioxide used, the OX concentration is also affected by the bleaching sequence and the position of chloric and non-chloric steps in the sequence in preliminary and final bleaching.

An additional peroxide bleach at the end of a conventional bleaching sequence produces a significant reduction in OX concentration in pulp, whilst the AOX emission in the waste water increases.

It was also established that there is no simple connection between the specific quantity of chlorine compounds used and the OX concentration. With the help of the OX analysis, it is possible to differentiate pulps free of chlorine and chlorine bleached pulps with a high degree of certainty, even with the most insignificant chlorine doses.

Einleitung

Bei der Zellstoffbleiche führen die Reaktionen chlorhaltiger Verbindungen mit ligninartigen und anderen ungesättigten Verbindungen (Harze) im ungebleichten Zellstoff zur Bildung einer Vielzahl unterschiedlichster Organochlorverbindungen. Diese gelangen je nach Molekülgröße und Polarität unmittelbar oder nach einer darauffolgenden alkalischen Extraktion in das Abwasser². Der Nachweis einzelner Organochlorverbindungen wäre für eine toxikologisch relevante Bewertung der Abwässer sinnvoll, ist aber in der Praxis wegen des enormen analytischen Aufwandes nicht durchführbar. Man beschränkt sich deshalb auf die Analyse eines Summenparameters, der auch die unterschiedlichsten Organochlorverbindungen möglichst quantitativ und reproduzierbar als organisch gebundenes Chlor erfaßt. Als Standardparameter hat sich der AOX-Wert auch international durchgesetzt³. Mittlerweile gilt der spezifische AOX-Wert als wichtigster Parameter zur Charakterisierung von Bleichereiabwässern und wird längst routinemäßig bestimmt.

Die AOX-Bildung und damit auch die AOX-Belastung der Abwässer ist in erster Linie von der Art und Menge der eingesetzten Chlorverbindungen (Cl_2 , OCl , ClO_2) und von den Reaktionsbedingungen, wie Temperatur, Zeit, pH-Wert, Stoffdichte u.a., abhängig. Mittlerweile sind einfache Formeln bekannt, mit denen die entsprechenden AOX-Emissionswerte aus den Angaben über die spezifischen Chemikalieneinsätze berechnet werden können^{4,5}.

Es ist erstaunlich, daß Faktoren wie der Ligningehalt, die Reihenfolge der Bleichstufen in der Sequenz, Stoffdichte und Temperatur einen relativ geringen, die Holzart und das angewendete Aufschlußverfahren dagegen einen großen Einfluß auf die quantitative AOX-Bildung zeigen. Die AOX-Emission beträgt nach einer CE-Sequenz von Nadelholz-Sulfitzellstoffen zwischen 14 und 20 %, bei Einsatz von Laubholz-Sulfitzellstoffen 8 bis 12 % und von Nadelholz-Sulfatzellstoffen 9 bis 12 % des eingesetzten Aktivchlors^{6,11}.

Ein Teil der gebildeten Organochlorverbindungen gelangt nicht in die Abwasserphase, sondern verbleibt im Zellstoff. Dabei handelt es sich wahrscheinlich um höhermolekulare Chlorlignine und chlorierte Harzverbindungen, die eine erstaunliche Stabilität gegenüber Weiterverarbeitungsprozessen, wie die Papier- oder Viskosefaserherstellung, aufweisen. Der quantitative Nachweis von Organochlorverbindungen in festen oder Mischphasen, wie Zellstoff, Papier, cellulosische Fasern, aber auch Klärschlamm oder Flußsedimenten, erwies sich als wesentlich schwieriger als von wäßrigen Lösungen. Das Problem besteht darin, die anorganischen Halogenide quantitativ von den organisch gebundenen zu trennen, ohne gleichzeitig Verluste an Organochlorverbindungen zu erleiden. Mittlerweile hat sich eine Methode (OX) herauskristalliert, die - geringfügig variiert - international Anwendung findet^{1,6,7}.

Die gemahlene Probe wird mit einer definierten Menge an KNO_3 -Lösung von anorganischem Halogenid freigeschwenkt und in der AOX-Apparatur im Sauerstoffstrom verbrannt. Die organisch gebundenen Halogene werden zu Halogenwasserstoff umgesetzt, welcher mikrocoulometrisch titriert wird. Im Rahmen eines von der Zellchemie organisierten Ringversuches, an dem sich 15 Zellstoffbetriebe aus Deutschland, Österreich und der Schweiz beteiligt hatten, zeigte sich, daß die Methode gut übereinstimmende Werte liefert¹.

Die Analysen bestätigen zwar einen gewissen Zusammenhang zwischen dem Einsatz chlorhaltiger Bleichchemikalien und dem Gehalt an Organochlor im Zellstoff (OX), die Abhängigkeiten sind aber offensichtlich wesentlich komplexer und schwerer vorhersehbar als bei der AOX-Emission im Abwasser. Einige typische Literaturdaten sind in Tabelle 1 zusammengefaßt:

Tabelle 1: Typische OX-Werte verschiedener Zellstoffe

Literatur	Angaben über den Zellstoff	OX (ppm)
STEVENS (6)	Ungebleicht	11
	Nadelholz-Sulfatzellstoff	576
	konventionell gebleichter	
	Laubholz-Sulfatzellstoff	446
CORDES-TOLLE (1)	OD(Eop)D gebleicht	120
	chlorfrei gebleicht	< 30
	OE-vorgebleicht	230
	chlorgebleicht	330- > 500

Die OX-Analyse von Zellstoffen läßt also gewisse Rückschlüsse auf die angewendeten Bleichverfahren zu.

Im Rahmen einer vergleichenden analytischen Charakterisierung einer weltweit repräsentativen Auswahl von Chemiezellstoffen wurden auch die OX-Gehalte bestimmt. Die Ergebnisse ermöglichen zwar einen guten Überblick über die OX-Belastung von Chemiezellstoffen, lassen aber keinen Zusammenhang zwischen den Bleichbedingungen und den OX-Werten ableiten, da Angaben über die Prozeßparameter weitgehend fehlen.

Diese Abhängigkeit wurde am Beispiel eines Fichtensulfitzellstoffes, Kappa 26, untersucht. In insgesamt 19 verschiedenen Bleichsequenzen wurde der spezifische Einsatz von Chlor, Hypochlorit und Chlordioxid systematisch variiert. Die Bildung der Summe an Organochlorverbindungen wurde durch die Bilanzierung der AOX-Abwasseremission und der OX-Belastung der Zellstoffe verfolgt.

Experimentelles

1. AOX-Analyse

Die Analyse der im Abwasser gelösten Organochlorverbindungen wird nach ÖNORM M6275 durchgeführt³.

2. OX-Analyse

Cirka 2 g atro Probe werden mit einer Kugelmühle gemahlen. Davon werden 10 bis 150 mg in eine Glassäule gefüllt, die beidseitig mit Quarzwolle verschlossen wird. Nun werden 10 ml Kaliumnitratlösung durch die Säule gepumpt. Die Pumpe wird vorher mit mindestens 250 ml AOX-freiem Wasser, das mit zwei bis drei Tropfen Salpetersäure angesäuert wurde, gespült. Die Pumpenleistung wird auf etwa 3 ml/min eingestellt. Nach Spülung mit der Kaliumnitratlösung wird die Probe im Argonstrom getrocknet und im Sauerstoffstrom (9-12 ml/min) und einer Temperatur von 950°C verbrannt. Die entstehenden Halogenwasserstoffe werden coulometrisch titriert.

3. AOX-Wasserextrakt (wAOX)

Eine Soxhletapparatur wird je 12 Stunden mit Dioxan, Methanol und AOX-freiem Wasser im Rückfluß gereinigt, weiters werden die Extraktionshülsen 12 Stunden mit AOX-freiem Wasser behandelt und schließlich 5 g Iatro Probe mit ca. 220 ml ebenfalls AOX-freiem Wasser 24 Stunden lang extrahiert. Der Extrakt wird auf 250 ml aufgefüllt und an aliquoten Teilen nach Filtration (0,45 µ) AOX und TOC gemessen.

Die in Anlehnung an provisorische Normmethoden^{1,8} entwickelte Methode zeigt trotz der Problematik der Probeninhomogenität eine Reproduzierbarkeit von 5 %.

4. Bleiche

Für jede Bleichsequenz wurde eine Stoffmenge von je 100 g atro eingesetzt. Die Tabelle 2 enthält die wichtigsten Reaktionsbedingungen der einzelnen Bleichstufen.

Tabelle 2: Reaktionsbedingungen der einzelnen Bleichstufen im Labor

Bleichstufe	Temperatur °C	Stoffdichte %	Dauer h	Stellung in der Sequenz
C	30	3.5	0.5	1.
	30	4	1	2. nach PE
H	40	7	1.5	3. nach E
	40	6	4	4. nach H
D	40	7	1.5	2. nach PE
	65	4	1	2. nach PE
C/D	50	4	1	2. nach PE
E	40	10	3	2. nach C
PE	80	10	3	1.
	70	10	3	2. nach C
P	65	10	4	3./4. (Endstufe)
O	85	10	3	1.
Z	50	10	-	2. nach PE

Rohstoff: Fichtensulfitzellstoff, Kappa 26, Weißgrad 55,2 %
Viskosität = 1080, DP = 3300

Die PE-Bleiche wird in einem Edelstahlreaktor mit 1,5 l Inhalt durchgeführt. Der Reaktor ist bis 130 °C beheizbar und für Drücke bis 5 bar ausgelegt. Bis zu 120 g atro Stoff werden nach Vorwärmung in der Mikrowelle in einen Reaktor eingebracht. Anschließend werden die Chemikalien (NaOH, H₂O₂) über eine Schleuse mit Hilfe von Sauerstoff in den evakuierten Reaktionsraum befördert.

Die Ozonbleiche wurde in einem 2l Labor-„High-shear“-Mischer mit einer 10 %igen Zellstoffsuspension durchgeführt. Bedingungen: Std=10 %, CO₃=90 g/m³, T= 50°C, p_g=5 bar, t_r=1 min.

Ergebnisse und Diskussion

1. Organochlorbelastung von Chemiezellstoffen

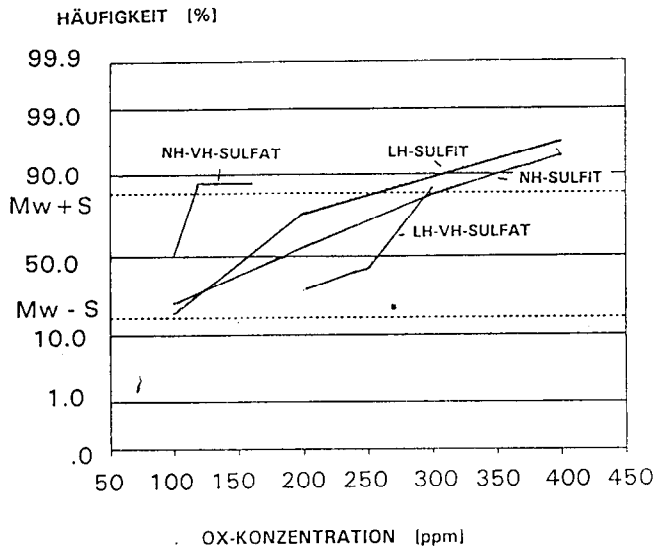
64 repräsentative kommerziell erhältliche Chemiezellstoffe wurden untersucht.

Die Auswertung erfolgte getrennt nach Aufschlußverfahren und eingesetzter Holzart. Etwa 70 % der untersuchten Zellstoffe wurden nach dem sauren Sulfitverfahren, der Rest nach dem Vorhydrolyse-Sulfatverfahren hergestellt. Der Anteil an Laubholz beträgt insgesamt 56 %, beim Sulfitverfahren 61 % und beim Vorhydrolyse-Sulfatverfahren 42 %.

Die OX- und AOX-Werte sind in Tabelle 3 zusammengefaßt. In einer Darstellung der Summenhäufigkeiten zeigt sich eine sehr breite Verteilung sowohl bei den Nadelholz-Sulfit- als auch bei den Laubholz-Sulfitzellstoffen (Abb. 1). Die einigermaßen gut normalverteilten OX-Werte der Laubholz-Sulfitzellstoffe liegen über einen weiten Bereich um etwa 15 bis 20 % höher als die der Nadelholz-Sulfitzellstoffe. Median- und 90 Perzentil-Werte betragen 185, 160 bzw. 345 und 300 ppm. Bei der geringen Anzahl von Vorhydrolyse-Sulfatzellstoffen zeigt sich ein sehr unterschiedlicher Trend. Die Nadelholz-Zellstoffe weisen sehr geringe und wenig streuende, die Laubholz-Zellstoffe dagegen sehr hohe OX-Werte auf. Die AOX-Werte nach einer Soxhlet-Wasserextraktion liegen mit Ausnahme der Laubholz-Vorhydrolyse-Sulfatzellstoffe im Mittel um 6 ppm.

Tabelle 3: OX- und AOX-Werte von Chemiezellstoffen

Verfahren	Holz	OX-Werte			wAOX-Werte	
		Mw	Median	90 Perzentil	Mw	Stabw
Sulfit	LH	194	185	345	6	4
Sulfit	NH	164	160	300	6	3
VH-Sulfat	LH	242	260	-	10	4
VH-Sulfat	NH	109	100	-	6	3



Zusammenhang zwischen OX und Alphagehalt

Die Bleichbedingungen und dabei vor allem der Einsatz chlorhaltiger Chemikalien bestimmen den OX-Gehalt von Zellstoffen. Von der überwiegenden Anzahl der Proben sind die Bleichbedingungen unbekannt. Bekannt ist lediglich, ob die Zellstoffe nach herkömmlichen oder alternativen, chlorarmen Sequenzen gebleicht wurden. Vergleicht man die OX-Werte konventionell gebleichter Zellstoffe mit den zugehörigen Alphagehalten, dann zeigt sich eine eindeutige Abnahme der OX-Werte mit zunehmenden Alphagehalten, und zwar unabhängig vom Aufschlußverfahren und der eingesetzten Holzart (Abb. 4).

Bei den Sulfitzellstoffen erfolgt die Veredelung durch eine Heißalkalibehandlung und für höhere Alphagehalte zusätzlich durch eine Kaltveredelung, die bei Vorhydrolyse-Sulfitzellstoffen nur für höchste Ansprüche (Alpha >97 %) angewendet werden muß.

Beide Veredelungsschritte verringern die OX-Konzentration proportional zum spezifischen Alkalieinsatz und im Falle der Heißalkaliveredelung auch noch abhängig von der Temperatur. Die Dechlorierung von Chlorligninabbauprodukten erfolgt nach

Abb. 1: Häufigkeitsverteilung der OX-Werte von Chemiezellstoffen

Zusammenhang zwischen OX und AOX des Wasserextraktes

Ein gewisser Trend zwischen den beiden Parametern läßt sich nur erkennen, wenn man einen weiten Bereich von Meßwerten zur Verfügung hat.

Mit steigenden OX-Konzentrationen nehmen auch die AOX-Werte zu. Zwischen 60 und 300 ppm OX streuen die AOX-Werte sehr stark, und es besteht keinerlei Zusammenhang zwischen den beiden Parametern. Untersuchungen haben ergeben, daß speziell hypoendgebleichte Zellstoffe oder auch Papiere und cellulosische Fasern, die zur Weißgraderhöhung mit Hypochlorit (zusätzlich) gebleicht werden, relativ hohe AOX-Werte im Wasserextrakt aufweisen, obwohl der gesamte OX-Gehalt relativ niedrig sein kann. Es erscheint möglich, daß bei der Haloformreaktion vermehrt niedermolekulare und wasserlösliche Produkte entstehen (Abb. 2). Umgekehrt zeigt sich, daß Zellstoffe, die in der Endbleiche chlordinoxidgebleicht sind, sehr geringe AOX-Werte aufweisen, und zwar relativ unabhängig von der Art der Vorbleiche und vom OX-Gehalt (Abb. 3).

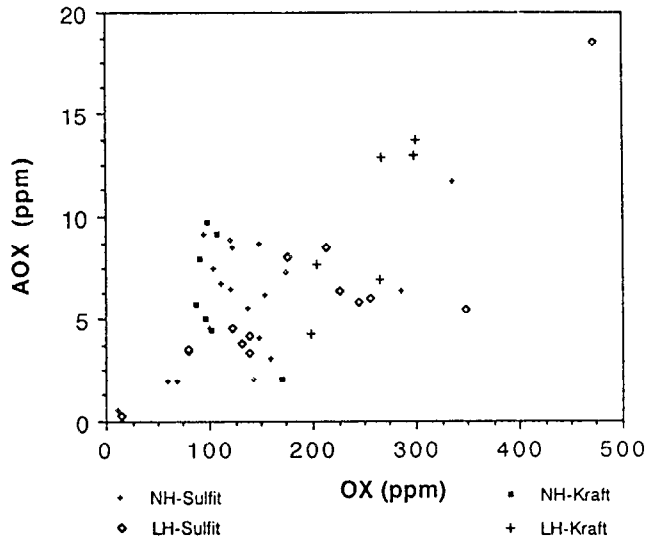


Abb. 3: Zusammenhang zwischen AOX- und OX-Werten von Chemiezellstoffen

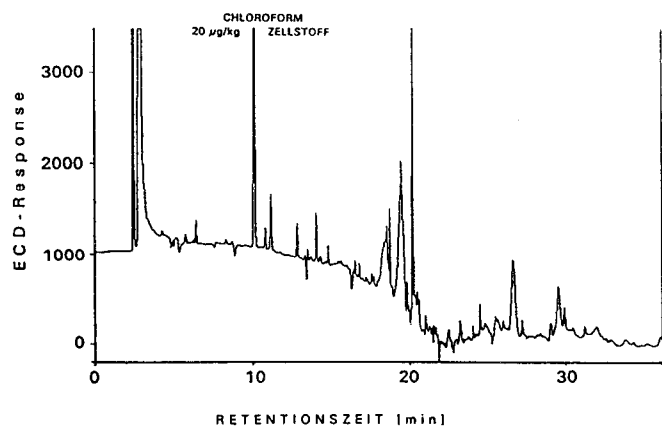


Abb. 2: GC-Headspace-Chromatogramm einer wäßrigen Zellstoffsuspension (Restek-Rt-Säule, 60 m, 0,32 mm, Trägergas: N₂, 2 ml/min, Split 1:45, Det.:ECD)

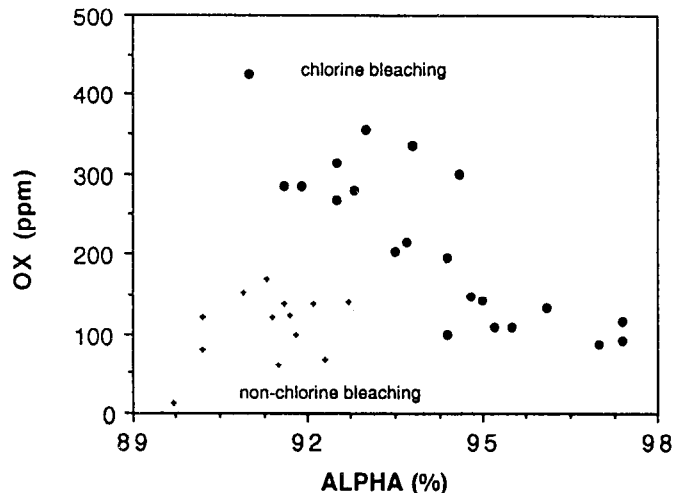


Abb. 4: Zusammenhang zwischen OX-Konzentration und Alphagehalt von Chemiezellstoffen

dem Mechanismus der nukleophilen Substitution⁹. Böttger et al fanden, daß sich der AOX-Gehalt von Bleichereiabwässern durch Alkalisierung auf pH-Werte höher als 10,5 erhöhter Temperatur und langer Reaktionszeit um über 70 % verringert¹⁰. Diese Beobachtungen sprechen dafür, daß alkalische Veredlungsschritte die OX-Belastungen von Zellstoffen verringern.

Anders ist die Situation bei Zellstoffen, die zumindest in einer Stufe mit Sauerstoff oder Peroxid gebleicht wurden. Hier dominiert der Einfluß des Chloreinsatzes die OX-Belastung der Zellstoffe. Weiters ist bei den betrachteten Zellstoffen der Alphabereich zu gering, um den zusätzlichen Effekt der alkalischen Dechlorierung nachweisen zu können.

Modellversuche mit einem Fichtensulfizellstoff:

Für die Versuche wurde ein Fichtensulfizellstoff mit einem Kapapwert von 26 eingesetzt. Im Rahmen von 19 unterschiedlichen Bleichsequenzen wurde die Bildung von Organochlorverbindungen anhand der spezifischen OX- und AOX-Werte bilanziert. Der OX-Konzentrationsbereich wurde mit Hilfe der klassischen CEHH- und der absolut chlorfreien PE-Z-P-Sequenz aufgezeigt. Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle 4 zusammengefaßt.

Die OX-Belastung liegt zwischen 14 und 709 mg/kg atro Zellstoff. Die 14 ppm des chlorfrei gebleichten Zellstoffs entsprechen einem „Hintergrundwert“. Dieser Befund stimmt mit der von Cordes Tolle angegebenen Nachweisgrenze von 30 ppm gut überein³.

Die Höhe des Gaschlorsinsatzes von CE- bzw. CPE-vorgebleichten Zellstoffen beeinflusst die OX-Belastung nur gering. Die Reduktion von 6 auf 2 % Chlor auf atro Zellstoff führt lediglich zu einer Verringerung der OX-Belastung von 709 auf 622 ppm. Wesentlich deutlicher wirken sich Änderungen in der Nachblei-

che aus: Trotz konstantem Einsatz von Chlor führt die Substitution der letzten Hypochloritstufe durch Peroxid zu einer OX-Reduktion von 709 auf 500 ppm im Falle einer 6%igen bzw. von 622 auf 477 ppm im Falle einer 2%igen Dosierung von Gaschlör (Abb. 5). Noch deutlicher ist der Effekt einer zusätzlichen Peroxidstufe, wie dies am Beispiel einer PE-C-H-Sequenz demonstriert werden kann. Die OX-Konzentration nimmt bei unverändertem Einsatz von Chlor und Hypochlorit nur durch eine zusätzliche P-Endbleiche von 730 auf 480 ppm ab. Gerade am Beispiel der PE-C-H-Sequenz sieht man deutlich, daß die Position chlorhaltiger Bleichstufen im Rahmen der gesamten Bleichsequenz eine wichtigere Rolle spielt als der spezifische Chloreinsatz selbst.

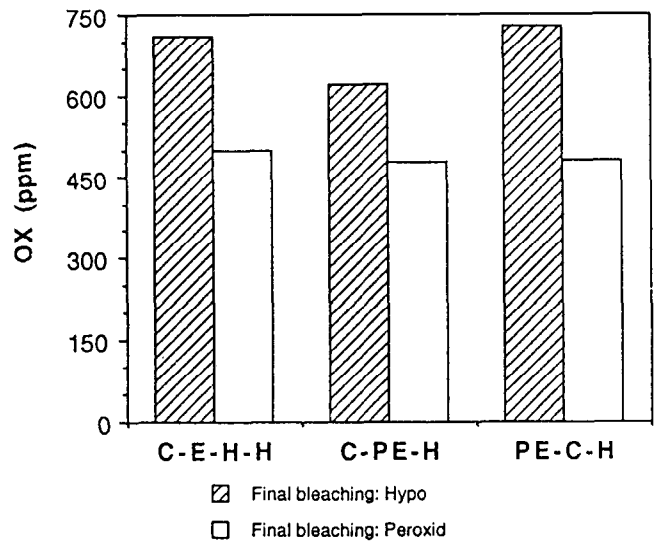


TABELLE 4: Laborbleichergebnisse eines Fichtensulfizellstoffes

Sequenz	Aktivchlorinsätze (%/atro)			Chlorfaktor	Viskosität (m/g)	DP	Kappa	Weiße (%)	AOX (kg/t)	OX (kg/t)	OX-Anteil (%)
	Cl2	OCl-	ClO2								
C-E-H-H *	6	1		0,23	946	2830	0,2	89,5	9,06	0,709	7,3
C-E-H-P	6	0,7		0,23	967	2910	0,3	91,2	9,58	0,500	5,0
C-PE-H-H	2	1,0		0,08	1087	3270	2,1	85,3	3,96	0,622	14,5
C-PE-H-P	2	1,0		0,08	1023	3110	1,8	89,4	3,95	0,477	10,8
PE-C-H-P	1			0,09	1100	3390	2,1	81,8	1,37	0,400	22,6
PE-C-P	1,5			0,18	1080	3310	1,3	85,1	4,13	0,450	9,8
PE-C-P *	3,5			0,23	1030	3150	0,5	85,8	5,05	0,440	8,0
PE-C-H	2,0	1,0		0,15	886	2880	0,8	84,6	2,82	0,730	20,0
PE-C-H-P	2,0	1,0		0,15	980	2900	0,5	89,2	2,95	0,480	14,0
PE-H-P		0,5		0,05	1100	3390	5,9	82,4	0,17	0,105	38,2
PE-H-P		1,0		0,09	1085	3200	5,3	84,0	0,29	0,291	50,0
PE-H-P		2,0		0,18	930	2700	3,8	86,2	0,58	0,279	32,5
PE-CD-P	0,38	0,84	0,11	1020	3100	2,9	86,6	0,38	0,076	16,7	
PE-CD-P	0,60	0,60	0,11	1070	3200	2,6	85,4	0,64	0,257	28,7	
PE-CD-P *	0,84	0,36	0,11	1020	3100	3,3	84,8	1,06	0,390	28,9	
PE-D-P		0,50	0,045	1100	3390	5,2	84,3	0,08	0,045	36,0	
PE-D-P *		1,0	0,09	1090	3380	4,1	87,1	0,12	0,087	42,0	
PE-D-P *		2,0	0,18	1120	3500	2,3	90,1	0,24	0,078	24,8	
PE-Z-P					800	2650	2,8	85,0		0,014	
Rohzellstoff					1085	3320	7,8	55			

Abb. 5: Auswirkungen einer P-Endbleiche auf die OX-Belastung konventionell gebleichter Zellstoffe

Eine Chlorierung mit nur 2 % Chloreinsatz nach einer PE-Stufe und ohne nachfolgende alkalische Extraktion resultiert in einer höheren OX-Belastung des fertiggebleichten Zellstoffes als nach einer konventionellen CEHH-Bleiche mit 6 % Gaschlör. Überraschend ist auch das Ergebnis der AOX-Bilanz von PE-C-P-behandelten Zellstoffen. Die Erhöhung des Chloreinsatzes von 1 auf 3,5 % hat keine signifikante Auswirkung auf die OX-Konzentration des fertiggebleichten Zellstoffes. Der Anstieg an Organochlorverbindungen wird nur als AOX-Emission in die Abwasserphase registriert.

Dieses überraschende Ergebnis in einer zweiten Versuchsserie bestätigt werden. Die PE-C-P-gebleichten Zellstoffe unterscheiden sich in ihrem Restligningehalt und Weißgrad, da die Steigerung des Chloreinsatzes (Chlorfaktor 0,09 bis 0,23) in der C-Stufe nicht durch eine Anpassung der übrigen Bleichbedingungen ausgeglichen wurde. Der Anteil der chlorierten Verbindungen am Restlignin nimmt - bei konstanter spezifischer OX-Belastung - mit steigendem Restligningehalt ab. Sofern es sich bei den OX-Werten zum überwiegenden Anteil um Chlorlignine handelt, bedeutet der vorliegende Befund, daß bei Erhöhung der Chlordosierung die Konzentrationszunahme an Chlorligninen proportional zur Verringerung des Restligningehaltes verläuft.

Noch deutlicher tritt dieser Effekt zu Tage, wenn anstelle einer C- eine H- oder eine D-Stufe angewendet wird. Bei 1 % Hypo ist die nachweisbare OX-Konzentration sogar höher als bei 2 %igem Hypochloriteinsatz. Nur bei sehr geringen Aktivchlormengen, wie etwa das Beispiel einer 0,5%igen Dosierung zeigt, nimmt die OX-Konzentration im fertiggebleichten Zellstoff deutlich ab.

Probe Nr.	NAA		OX
	original	nach NO3-Wäsche	
PE-D-P	200	110	87
PE-CD-P	410	440	390
C-E-H-H	970	740	709

Cl-Gehalt in ppm

PE-Bleiche: 1,5 - 2,0 % NaOH, 1 - 2 % H2O2
 P-Bleiche: 0,5 - 0,8 % NaOH, 0,5 % H2O2

* Um die nach der OX-Methode gefundenen Ergebnisse über eine unabhängige Methode abzusichern, wurden drei typische Zellstoffproben der Laborversuchsreihe in einem externen Labor (Triangle Laboratories) mittels Neutronenaktivierungsanalyse (NAA) vor und nach einer Nitratwäsche auf Gesamtchlorid untersucht. Die Ergebnisse stimmen mit denen der OX-Analyse ausgezeichnet überein.

Die OX-Belastung PE-C-P-gebleichter Zellstoffe ist zwar sehr niedrig, es zeigt sich aber auch hier zwischen 1 und 2%iger Aktivchlordosierung kein Unterschied in der resultierenden OX-Konzentration. Die mit Abstand niedrigste OX-Belastung stellt sich ein, wenn in der Chlordioxidstufe nur 0,5 % Aktivchlor eingesetzt wird. Die 45 ppm OX unterscheiden sich aber noch deutlich von der „Hintergrundkonzentration“.

In einer weiteren Serie wurde der Einfluß der Chlorsubstitution durch Chlordioxid untersucht. Wie in der Abbildung 6 dargestellt ist, nimmt die OX-Belastung zwischen 30 und 70 % Chlordioxidanteil linear ab, und zwar weitgehend parallel mit der spezifischen AOX-Emission. Ein Substitutionsgrad von weniger als 30 % bringt (bezüglich OX) keinen wesentlichen Effekt, bei mehr als 70 % ist keine zusätzliche Wirkung feststellbar.

Die OX-Analyse von Zellstoffen ist eine sehr sensible Methode zum Nachweis chlorhaltiger Bleichsequenzen. Selbst geringste Mengen an Chlordioxid führen zu einer nennenswerten OX-Belastung, die einwandfrei von den Analyseergebnissen vollständig chlorfrei gebleichter Zellstoffe unterscheidbar ist.

4. Der Einsatz chlorhaltiger Bleichchemikalien zwischen einer PE- und einer P-Stufe zeigt in einem weiten Einsatzbereich (1 bis 2 % bzw. 1 bis 3,5 % bei Chlor) kaum erkennbare Auswirkungen auf die OX-Belastung fertiggebleichter Zellstoffe. Der Einfluß des unterschiedlichen Restligningehaltes muß noch näher untersucht werden.
5. Mit einer 70%igen Substitution von Chlor durch Chlordioxid in einer CD-Bleichstufe erreicht man dieselbe OX-Konzentration wie bei einer reinen Chlordioxidstufe.
6. Die Ergebnisse zeigten, daß es nicht wie bei der AOX-Emission möglich ist, die OX-Konzentration von Zellstoffen mit Hilfe einfacher linearer Abhängigkeiten von spezifischen Aktivchlordosierungen hinreichend genau zu berechnen. Die Unterscheidung von chlorfrei- und chlorgebleichten Zellstoffen ist selbst bei geringsten Chlordinhaltungen mit hoher Sicherheit möglich.
7. Bezüglich anderer Einflußfaktoren, wie Harzgehalt, unterschiedliche Holzarten und Aufschlußverfahren und nicht zuletzt die Reaktionsbedingungen, wie Stoffdichte, pH-Wert, Temperatur, Reaktionszeit, Wasserkreisläufe und saure Wäsche, sind noch weitere systematische Untersuchungen abzuwarten.

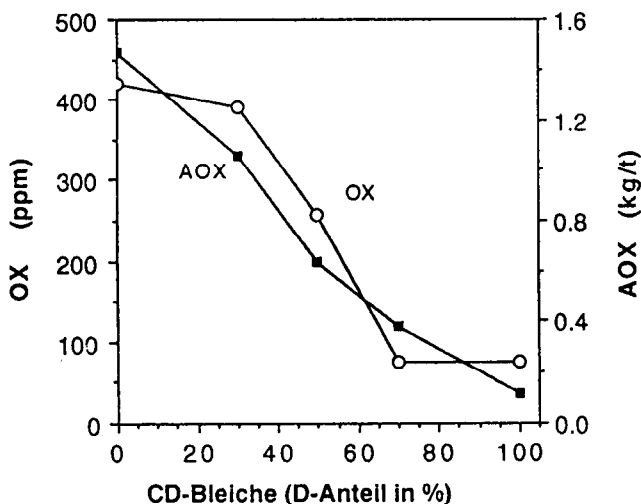


Abb. 6: Einfluß der Chlorsubstitution durch Chlordioxid auf AOX-Emission in das Abwasser und OX-Konzentration von Zellstoffen

Zusammenfassung

1. Die OX-Analysen einer repräsentativen Auswahl von Chemiezellstoffen ergaben im Vergleich zu Papierzellstoffen sehr niedrige Werte (Cordes Tolle). Ein Fünftel der Zellstoffe wiesen OX-Konzentrationen kleiner als 100 ppm auf.
2. Die OX-Werte von Zellstoffen nehmen mit zunehmendem Alphasgehalt, trotz vergleichbarem Einsatz an chlorhaltigen Bleichchemikalien, ab.
3. Am Beispiel eines Fichtensulfitzellstoffes, Kappa 26, wurde die OX-Bildung in Abhängigkeit unterschiedlichster Bleichbedingungen untersucht. Dabei zeigte sich, daß neben der spezifischen Einsatzmenge von Gaschlor, Hypochlorit oder Chlordioxid, auch der Lignin-, der Extraktstoffgehalt und die Reihenfolge chlorhaltiger und nichtchlorhaltiger Stufen in Vor- und Nachbleiche die OX-Konzentration beeinflussen.

Eine zusätzliche Peroxidbleiche am Ende einer konventionellen Bleichsequenz senkt die OX-Konzentration im Zellstoff deutlich ab, die AOX-Emission steigt dagegen an.

Danksagung

Wir bedanken uns sehr herzlich bei Professor T.W. Joyce für die Chloridanalyse von Zellstoffen mittels Neutronenaktivierung.


Abkürzungen, Erklärungen:

OX	Organohalogenverbindungen in Faserrohstoffen, angegeben in mg/kg atro oder ppm
AOX	Adsorbierbare Organohalogenverbindungen im Abwasser, angegeben als Fracht in kg/t Zellstoff
wAOX	Adsorbierbare Organohalogenverbindungen des Zellstoff-Wasserextraktes
Cl ₂	Gaschlor, Einsatz in % pro atro Stoff
OCl	Hypochloritanion, Einsatz in % Aktivchlor pro atro Stoff
NAA	Neutronenaktivierungsanalyse
ClO ₂	Chlordioxid, Einsatz in % Aktivchlor pro atro Stoff
C	Chlorbleichstufe
H	Hypochloritbleichstufe
D	Chlordioxidbleichstufe
E	Alkalische Extraktion
P	Peroxidbleichstufe
O	Sauerstoffbleichstufe
Z	Ozonbleichstufe
Alpha	Methode nach T 203 os-74
Chlorfaktor	Prozent Aktivchlor pro Ausgangskappa
Viskosität	Methode nach SCAN 15:88
DP	Durchschnittspolymerisationsgrad, Berechnung nach Marx Figini/Gruber Gruber, SCAN 15:88
Kappa	Ligningehalt im Zellstoff, Methode nach T 236 os-76
Weißgrad	Methode nach SCAN-C 11:75
CO ₃	Ozonkonzentration (g/Nm ³)
P _g	Druck (bar)
t _r	Reaktionszeit (min)
LH	Laubholz
NH	Nadelholz

„Non-chlorine bleaching“ in Abbildung 4 bedeutet die Anwendung chlorarmer sowie chlorfreier Bleichsequenzen.

Literatur

- 1) M. Cordes-Tolle, A. Geller, H.L. Baumgarten,: Methoden für die Papierindustrie zur Bestimmung von organischen Halogenverbindungen (AOX, OX); Vortrag bei der Zellcheming Tagung, 25. - 28.6.90, Baden-Baden
- 2) K.P. Kringstad, K. Lindström; Environ. Sci. Technol. 18 (8): 236A (1986)
- 3) AOX-Methode: ÖNORM M 6275 oder DIN 38409 Teil 14
- 4) P.F. Earl, D.W. Reeve; Chlorinated Organic Matter in Bleached Chemical Pulp Production; Tappi, October 1989, 183-187
- 5) H. Sixta, O. Höglinger, G. Goetzinger: Characterization of Waste Waters of Sulfite Pulp Bleaching as Used in the Production of Pine Paper and Beech Dissolving Pulp; Tappi Proceedings, 1989 Wood and Pulping Chemistry, 387-404
- 6) B.J. Stevens, O.L. Sell, D.B. Easty: Determination of Total Organic Chlorine in Pulp; Tappi, July 1989, 181-182
- 7) AOX-Bestimmung von Schlämmen; DIN 38414, Teil 18
- 8) AOX im Filtrat von Faserstoffen: Vorschlag des FPPRI für eine SCAN-Methode zur Bestimmung der AOX-Abgabe aus Zellstoffen
- 9) P. Sykes: Reaktionsmechanismen der organischen Chemie; Weinheim: Verlag Chemie, 1979, 89-115
- 10) J. Böttger, R. Pätzold, Th. Krause: Untersuchungen zur Beseitigung chlorierter organischer Verbindungen aus Abwässern der Sulfitzellstoffbleiche; Das Papier, 40. Jg., Heft 10A, 1986, V25-V33.
- 11) H.U. Süss, N. Nimmerfroh, W. Eul, J. Meier: Approaches to Minimize the Formation of AOX in Kraft Pulp Bleaching; Das Papier, 44.Jg., Heft 7, 1990, 339-348



Die Redaktion
wünscht allen Lesern
der Lenzinger Berichte
Frohe Weihnachten
und ein gutes
Neues Jahr!

Inserentenverzeichnis

	Seite
Austria Faserwerke Ges.m.b.H. A-4860 Lenzing	22
LENZING AKTIENGESELLSCHAFT A-4860 Lenzing	29
W. Höhnel KG Korrosionsschutz A-4021 Linz, Pf. 202	32
Ing. Mayreder, Kraus & Co. GMBH A-4020 Linz, Sophiergutstr. 20	46
MOBIL OIL Austria AG A-1015 Wien, Schwarzenbergplatz	17
Sulzer RÜTI AG, Webmaschinen CH-8630 Rüti (Zürich)	47
Glas Triebel KG D-6800 Mannheim	9

Wir laden nur jene Firmen ein, in dieser Hauszeitschrift zu inserieren, die wir auf Grund jahrelanger Zusammenarbeit mit unserem Unternehmen unseren Freunden und Lesern gewissenhaft weiterempfehlen können, sowie auch Firmen, die die „Lenzinger Berichte“ beziehen.

DIE REDAKTION