

# Produktmehrwert durch Flüssigammoniakbehandlung von Baumwolltextilien

Der Effekt einer Flüssigammoniakbehandlung hängt auch von der Art der Ammoniak-Entfernung/Auswäsche ab. In einer Kooperation zwischen Veramtex SA, Brüssel/Belgien und dem Forschungsinstitut für Textilchemie und Textilphysik wurden die Resultate aus technischen Prozessen verglichen. Je nach Verfahren lassen sich Quellverhalten und Farbstoffausbeute gezielt beeinflussen. Neben den bekannten Verbesserungen im Bereich der Hochveredlung ergeben sich auch Vorteile im ökologischen Profil der Produkte und in deren Lebensdauer.

**Barbora Šíroká, Thomas Bechtold**

Forschungsinstitut für Textilchemie und Textilphysik, Universität Innsbruck, Dornbirn/Österreich

**Udo Biernath, Daniel Hazard**

Veramtex SA, Brüssel/Belgien

## Flüssigammoniakbehandlung von Baumwolle

Die Vorbehandlung in flüssigem Ammoniak bei  $-33\text{ }^{\circ}\text{C}$  hat seit vielen Jahren eine fixe Position bei der Herstellung hochwertiger Baumwolltextilien [1]. Insbesondere bei der Herstellung hochveredelter Baumwollgewebe durch Feuchtvernetzung können sehr vorteilhafte Produkteigenschaften in Hinblick auf Trockenknitterwinkel, Nassknitterwinkel und Scheuerbeständigkeit erreicht werden [2].

Bei der Flüssigammoniakbehandlung wird ein Quellungsprozess der Cellulose eingeleitet, der die Struktur der kristallinen Bereiche von der Cellulose I-Form in die Cellulose III-Form umwandelt [3]. Gleichzeitig erfolgt eine Reorganisation der amorphen Bereiche der Faserstruktur. Die ungeordneten Bereiche der Polymerstruktur sind für Chemikalien und Farbstoffe teilweise zugänglich und definieren die beim Färben und Hochveredeln beobachtete Reaktivität der Cellulosefaser. Eine Behandlung der Baumwolle in einem Quellmittel, in diesem Falle Flüssigammoniak, führt daher zu tiefgreifenden Veränderungen in Faserstruktur und -reaktivität [4].

Am Ende der nur wenige Sekunden dauernden Quellbehandlung wird der flüssige Ammoniak entfernt. Wie bei allen Behandlungen in quellenden Medien haben die Bedingungen der Entfernung bzw. Auswäsche des Quellungsmittels bedeutenden Einfluss auf die letztlich beobachteten Resultate.

## Verfahrensvarianten

Bei der Flüssigammoniakbehandlung werden verschiedene Verfahrensvarianten eingesetzt. Beim „Sanfor-Set“-Verfahren erfolgt die Ammoniakentfernung über Trockentrommeln. Beim „Beau-Fixe“-Verfahren wird entweder ein Großteil (ca. 80 %) des  $\text{NH}_3$  durch Abdampfen entfernt und anschließend eine Wäsche mit Wasser durchgeführt, oder die Wäsche mit Wasser wird unmittelbar nach der Flüssigammoniakbehandlung durchgeführt.

Die Verfahrenstechnik der Ammoniakentfernung sollte zu differenzierbaren Unterschieden in den Eigenschaften der behandelten Produkte führen. Systematische Daten und Aussagen hierzu sind jedoch nur begrenzt verfügbar, da Versuche im Labormaßstab die technischen Bedingungen nicht ausreichend abbilden können und technische Anlagen

meist nicht ohne Weiteres einen Verfahrensvergleich zulassen.

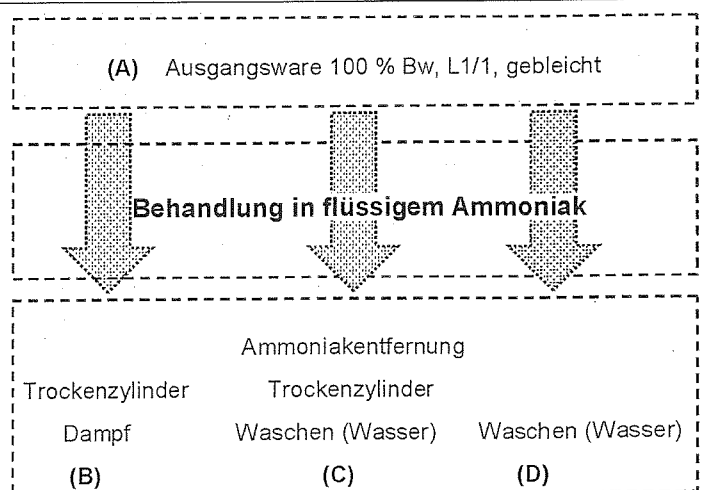
Im Rahmen der hier vorgestellten Studie wurde ein systematischer Vergleich unterschiedlicher Verfahren zur Ammoniakentfernung unter produktionsrelevanten Bedingungen vorgenommen. In einer Kooperation zwischen Unternehmen und Forschungseinrichtung wurden 3 Verfahren zur Ammoniakentfernung am selben Gewebe verglichen. Abb. 1 zeigt systematisch den Verfahrenslauf.

Ein Baumwollgewebe (A) mit einem Flächengewicht von  $113\text{ g/m}^2$  wurde dabei in Flüssigammoniak behandelt, danach erfolgte die Entfernung des Quellmittels durch Hitze und Dampfeinwirkung (B), durch Abdampfen und anschließende Nachwäsche in Wasser (C) oder durch unmittelbare Auswäsche des Ammoniak in Wasser (D).

## Materialeigenschaften

Der Vergleich der unterschiedlich behandelten Materialien wurde sowohl unter dem Gesichtspunkt einer Veränderung der Faserstruktur wie auch unter anwendungstechnisch relevanten Gesichtspunkten durchgeführt. Die Änderungen der Baumwollstruktur wurden durch Messungen des Quellwerts in Wasser, der Jodsorption und mit Infrarotspektroskopie charakterisiert. Technisch relevante Eigenschaften wurden anhand der Vermessung des Flächengewichts, der Biegestei-

Abb. 1  
Verfahrensübersicht  
Flüssigammoniakbe-  
handlung



figkeit und standardisierter Färbungen verglichen.

In der Zusammenfassung werden ausgewählte Eigenschaften insbesondere in Hinblick auf praxisrelevante Verfahrensvorteile in der Textilveredlung und Vorteile während des Gebrauchs bewertet.

**Farbstoffeinsparungen**

Grundsätzlich kann die Behandlung in Flüssigammoniak vor und nach dem Färbeprozess erfolgen. Die NH<sub>3</sub>-Behandlung vor dem Färben erhöht die Farbstoffaffinität und erleichtert die Logistik in der Produktion, sodass diese Variante häufiger ist.

Die veränderte Faserreaktivität und Faserquellung sollte auch in einer unterschiedlichen Farbtiefe bei Reaktivfärbungen unter identischen Bedingungen sichtbar werden.

Hierzu wurde auf einer kontinuierlich arbeitenden Laborfärbearanlage ein technisches Rezept auf allen 3 Qualitäten und der unbehandelten Ware ausgefärbt.

Gewebemuster mit einer Breite von 30 cm und einer Länge von 1 m wurden nach dem KKV-Verfahren mit Reaktivfarbstoff gefärbt.

Rezeptur:

- 5 g/l Bezaktiv Gelb V-GI,
- 9 g/l Remazol Rot F3B,
- 63 g/l Bezaktiv Schwarz V-B,
- 100 g/l Harnstoff,
- 0,5 g/l Netzmittel Kollasol CDA,
- 50 ml/l Wasserglas,
- 47 ml/l NaOH (32°Be),
- Geschwindigkeit 2 m/min,
- Quetschdruck 3 bar.

Nach 16 Stunden Fixierzeit bei RT wurden die Proben auf einer Laborbreitwaschmaschine ausgewaschen (Temperaturprofil durch die Waschröge 50 °C, 50 °C, 50 °C, 70 °C, 95 °C, 95 °C, 95 °C, RT). Anschließend wurden die Gewebe bei 130 °C getrocknet.

Die relative Farbstärke der Ausfärbungen wurde durch Remissionsmessung und Berechnung der Kubelka-Munk-Werte bei einer Wellenlänge von 600 nm bestimmt.

Wie aus Abb. 2 ersichtlich, kommt es insbesondere bei den Nachbehandlungen mit unmittelbarer Nachwäsche zu deutlichen Farbvertiefungen. Diese sind durch mehrere Effekte verursacht:

- Durch die Ammoniakbehandlung nimmt das Flächengewicht aller behandelten Qualitäten von 113 g/m<sup>2</sup> auf 127 g/m<sup>2</sup> zu, was zu einem dunkleren Farbeindruck führen kann. Da die Zunahme an Flächengewicht auch für das Muster B beobachtet wird, genügt dies nicht als generelle Erklärung.

- Auch eine erhöhte Saugfähigkeit und höhere Flottenmitnahme kann zu einer Farbvertiefung beitragen. Da die an Wasser (2 bar, 2 m/min) bestimmten Flottenaufnahmen der NH<sub>3</sub> behandelten Muster –

unabhängig vom Behandlungsverfahren – mit rund 70 % unter denen der Ausgangsware (75 %) liegen, kann die beobachtete erhöhte Farbtiefe der NH<sub>3</sub>-Muster nicht über einen veränderten Abquetscheffekt erklärt werden.

- Durch die veränderten Sorptionseigenschaften und eine erhöhte Reaktivität kommt es zu einer verbesserten Farbstofffixierung, wodurch die Farbstoffausbeute verbessert werden kann. Auch die Vertei-

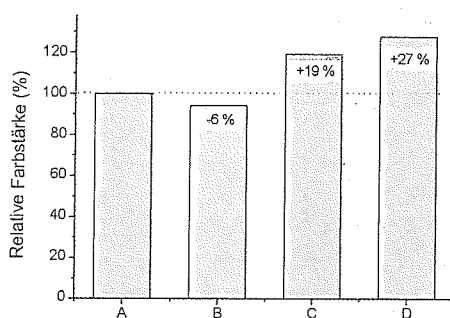
lung des Farbstoffs im Faserquerschnitt und damit der optische Eindruck der Farbtiefe wird verändert [5, 6].

Bemerkenswert sind die Unterschiede in der beobachteten Farbtiefe. Beide Verfahren zur Ammoniakentfernung, welche einen Auswaschvorgang in Wasser einschließen, führen zu deutlich höherer Farbtiefe. Erfolgt die NH<sub>3</sub>-Entfernung durch Hitze und Dampf, so wird die Faserquellung herabgesetzt. Die Farbtiefe unter gleichen Verfahrensbedingungen ist sogar geringer als die der unbehandelten Ware [7].

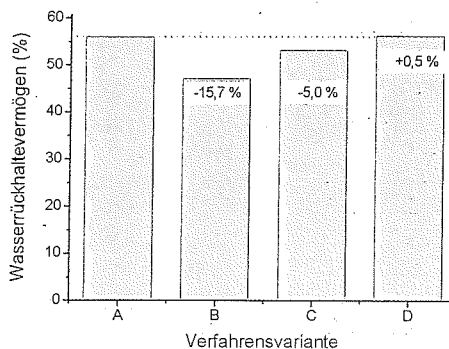
Bei der Bewertung der Reibechtheiten trocken und nass wurden keine Unterschiede zwischen den verschiedenen Verfahren festgestellt.

Auch wenn unterschiedliche Ursachen zur beobachteten Farbvertiefung beitragen können, so zeigen die Resultate das Potenzial der Ammoniakbehandlung, färbetechnisch relevante Vorteile und Einsparungen zu realisieren. Umfangreichere Untersuchungen mit verschiedenen Farbstoffen und Färbeverfahren sind hier erforderlich, um das Potenzial genauer quantifizieren zu können.

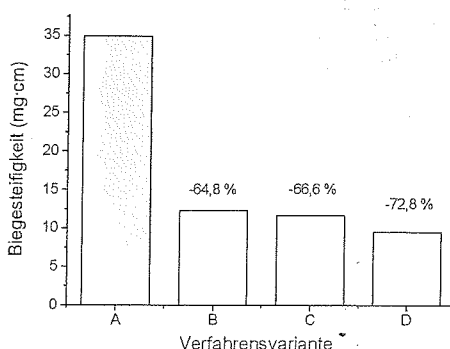
**Abb. 2**  
Relative Farbstärke der ammoniakbehandelten Proben



**Abb. 3**  
Wasserrückhaltevermögen nach 10 min Zentrifugieren mit 500 g Beschleunigung



**Abb. 4**  
Biegesteifigkeit der unterschiedlich behandelten Gewebe in nassem Zustand (MW Kette und Schuss) (Methode: BS 3356:1990)



**Gebrauchseigenschaften**

Bei der Bewertung der Gebrauchseigenschaften gewinnen ökologische Aspekte zunehmend an Bedeutung, hierzu gehören Schlagworte wie z.B. Water-Footprint, CO<sub>2</sub>-Footprint und Life Cycle Analysis (LCA).

Erstaunlicherweise verbrauchen häufig gewaschene Textilien durch die Wäsche meist deutlich mehr Wasser während des Gebrauchs, als für die Textilveredlung eingesetzt wird [8]. Gleichzeitig begrenzen die Waschprozesse auch die Lebensdauer der Produkte.

Bei der Behandlung von Baumwolltextilien in flüssigem NH<sub>3</sub> werden 2 wichtige Eigenschaften nachhaltig verändert:

- Das Quellvermögen, das durch das Wasserrückhaltevermögen (Schleuderwert) charakterisiert wird und
- die Beweglichkeit des Materials, die durch die Biegesteifigkeit beschrieben werden kann.

Vergleicht man die Wasseraufnahme der verschiedenen Materialien nach Wässern und Schleudern bei 500 g, was der Dimension einer Haushaltsschleuder entspricht, so zeigen sich deutliche Unterschiede in der Wasseraufnahme.

Insbesondere bei Verfahren, die eine Entfernung des NH<sub>3</sub> durch Abdampfen durchführen, wird eine deutliche Reduktion des Quellwerts der Baumwolle beobachtet. Im Textil gebundenes Wasser lässt sich daher durch haushaltsübliche Schleuderprozesse vollständiger entfernen. Im folgenden Trockenschritt wird bis zu 15 % weniger Energie für die Wasserverdampfung benötigt.

Insbesondere bei Produkten, die häufig gewaschen und maschinell getrocknet werden, wie z.B. Berufsbekleidung und Hotelwäsche, sind daher Vorteile bei den Energiekosten zu erwarten.

Zusätzlich verändert eine  $\text{NH}_3$ -Behandlung auch den Griff der Textilien. Besonders deutlich wird die Veränderung der Materialbeweglichkeit bei der Messung der Biegesteifigkeit in nassem Zustand.

Durch eine  $\text{NH}_3$ -Behandlung kommt es zu einer deutlichen Verminderung der Steifigkeit in nassem Zustand. Gerade bei den Wasch- und Trockenbehandlungen im Gebrauch kommt es zu hohen mechanischen Belastungen der Ware. Durch das hohe Gewicht der nassen Textilien und die intensive Mechanik werden die Textilien stark beansprucht. Produkte, die sich diesen äußeren Beanspruchungen durch höhere Beweglichkeit leichter anpassen, überstehen den Waschprozess und die meist folgende Tumbler-Trocknung besser als steifere Produkte. Die höhere Widerstandsfähigkeit in der Wäsche und die längere Produktlebensdauer von flüssigammoniakbehandelten Textilien ist auch auf die höhere Beweglichkeit und Weichheit der Produkte zurückzuführen.

### Zusammenfassung und Ausblick

Die Behandlung von Baumwolltextilien in flüssigem Ammoniak hat in der modernen Textilveredlung eine wichtige Position. Die Quellbehandlung führt zu Veränderungen in der Faserstruktur, die Veränderungen im Sorptionsverhalten, in der Farbstoffaufnahme und auch in der Materialbeständigkeit verursachen [9].

Häufig wird die Flüssigammoniakbehandlung vor allem in Zusammenhang mit Hochveredlungsprozessen diskutiert. Wie die vorliegenden Untersuchungen aufzeigen, können durch die Veränderung der Verfahrensbedingungen bei der Behandlung in flüssigem Ammoniak Materialeigenschaften gezielt optimiert werden. So kann z.B. das Quellvermögen vermindert oder die Farbstoffausbeute erhöht werden. Über eine Beeinflussung der Beweglichkeit in nassem Zustand kann auch die Widerstandsfähigkeit der Textilien in Wäsche/Trocknung verbessert werden.

Die Behandlung von Cellulosetextilien in flüssigem Ammoniak bietet viele Möglichkeiten, die Eigenschaften textiler Produkte an die laufend verändernden Anforderungen des Markts anzupassen. ■

### Literatur

- [1] Brederick, K.; Commarmot, A.: Ammoniakbehandlung von Cellulosefasern, *Melliand Textilberichte* 79 (1998) 64–68
- [2] Greenwood, P.F.: Mercerisation and liquid ammonia treatment of cotton, *JSDC* 103 (1987) 342–349
- [3] Brederick, K.; Buschle-Diller, G.: Flüssigammoniak-Behandlung von Baumwollgewebe – Zusammenhänge zwischen Struktur und Eigenschaftsveränderungen, *Melliand Textilberichte* 70 (1989) 116–125
- [4] Brederick, K.; Heap, S.A.: Behandlung von Baumwollgeweben mit flüssigem Ammoniak, *Textilveredlung* 9 (1974) 251–264
- [5] Brederick, K.; Weckmann, R.: Färbbeeigenschaften und Struktur von Baumwollmaterialien nach Flüssigammoniak-Behandlung und NaOH-Mercerisation, *Melliand Textilberichte* 59 (1978) 137–142
- [6] Wakida, T.; Lee, M.; Niu, S.; Yanai, Y.; Yoshioaka, H.; Kobayashi, S.; Bae, S.; Kim, K.: Dyeing properties of cotton fibres treated with liquid ammonia, *JSDC* 111 (1995) 154–158
- [7] Brederick, K.: Grundlagen und praktische Aspekte der Behandlung von Baumwollgeweben mit flüssigem Ammoniak, 9. Mitteilung: Behandlung von Baumwolle mit flüssigem Ammoniak und Natronlauge, *Textil-Praxis Int.* 36 (1981) 1010–1015
- [8] Allwood, J.M.; Laursen, S.E.; de Rodriguez, C.M.; Bocken, N.M.P.: *Well dressed?*, Publisher: Univ. Cambridge, Mill Lane, Cambridge, UK, ISBN 1-902546-52
- [9] Greenwood, P.F.: Mercerization and Liquid Ammonia treatment of Cotton, *JSDC* 103 (1987) 342–349

# Superwash ohne Chlor – ein neuer Standard wird technische Realität

In einem neuen chlorfreien Behandlungsverfahren kann Wolle so ausgerüstet werden, dass die hohen Standards der Maschinenwaschbarkeit erreicht werden. Das Verfahren basiert auf der Verwendung der Caroschen Säure (Peroxomonoschwefelsäure) und vermeidet dadurch die ökologischen Nachteile des Chlor-Hercosett-Verfahrens. Die neue Prozesstechnik hat bereits Produktionsmaßstab erreicht.

**Thomas Bechtold, Amalid Mahmud-Ali, Ján Široký**

Forschungsinstitut für Textilchemie und Textilphysik, Universität Innsbruck, Dornbirn/Österreich  
**Michael Riehl, Markus Krüger**  
Schoeller GmbH & Co. KG, Bregenz/Österreich

### Multifunktionsfaser Wolle

Durch ihr einzigartige Eigenschaftsprofil kann Wolle in modernen Bekleidungskonzepten Hervorragendes leisten:

- Die hohe Feuchteaufnahme bringt eine hohe Klimaregulations-Kapazität,

- die Kräuselung und Oberflächenstruktur erlauben die Herstellung von Textilien mit hohen Wärmeisolationseigenschaften,
- das Bakterienwachstum wird gehemmt, dadurch ist auch die Geruchsbildung bei längerem Tragen gering [1],
- Merinowolle mit niedriger Feinheit ist sehr weich und kann direkt auf der Haut getragen werden.

Diese Bandbreite von Eigenschaften erklärt das steigende Interesse, Wolle auch im Sport-, Outdoor- und Unterwäschebereich als natürliche Multifunktionsfaser einzusetzen.

Eine solche Verwendung erfordert aber auch eine hohe Dimensionsstabilität der Textilien bei Waschprozessen. Durch die Schuppenstruktur der Wolle kommt es in der Wäsche bei unbehandelten Wollhaaren durch Faserquellung und Bewegung zur Materialverdichtung, dem Verfilzen. Diese Verdichtung geht mit einer unerwünschten Materialschumpfung einher. Um waschbare Wollartikel herstellen zu können, wurden Filzfrei-Ausrüstungen entwickelt. Das bekannteste unter diesen Verfahren ist das Chlor-Hercosett-Verfahren, in dem die Wolle zuerst mit Chlor in einem sauren Bad behandelt und anschließend in einem leicht alkalischen Sulfit-Bad der Sulfitolyse unterworfen wird. Im letzten Behandlungsschritt wird die Wolle mit einem Polymer behandelt und getrocknet.

Bei der oxidativen Behandlung wird die Schuppenschicht der Wolle, die Cuticula, chemisch teilweise abgebaut, Disulfidbin-