

Ermittlung von Bindekraft und Bindefläche durch Messung der z-Festigkeit an gefärbten Papierblättern

an der Fakultät für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik
der Technischen Universität Graz

vorgelegte Diplomarbeit

von

Eva Theuerkauf

Betreuer: DI Dr. techn. Ulrich Hirn

Graz, im Oktober 2012

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides Statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen nicht benutzt und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

Ich versichere, dass ich dieses Diplomarbeitsthema bisher weder im In- noch im Ausland (einem Beurteiler oder einer Beurteilerin) in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt habe.

Graz, im Oktober 2012

Eva Theuerkauf

Vorwort

Ich bedanke mich bei der Firma Mondi Frantschach GmbH sowie dem Christian Doppler Labor der TU-Graz für die Bereitstellung des interessanten Themas.

Überdies möchte ich all jenen Personen danken, die mir durch ihre fachliche und persönliche Unterstützung ein erfolgreiches Abschließen dieser Diplomarbeit ermöglicht haben.

Besonderer Dank gebührt meinem Betreuer Herrn Dr. Ulrich Hirn für seine Anregungen und dass er mir stets mit fachlichem Rat zur Seite stand.

Des Weiteren möchte ich mich bei Frau Adelheid Bakhshi und Frau Barbara Hummer, die mich bei der Arbeit im Labor unterstützt haben bedanken.

Mein größter Dank gilt meiner Familie, die mir während meines Studiums vor allem finanziell Unterstützung geboten hat und mir in schwierigeren Zeiten stets zur Seite stand.

Kurzfassung

Die vorliegende Diplomarbeit befasst sich mit der Untersuchung von Methoden zur Ermittlung der Bindefestigkeit vergautschter und gefärbter Labor-Handblätter. Dazu wurden die Bindekraft anhand von z-Festigkeitsmessungen sowie die Bindefläche mittels Lichtstreuungsmessungen und Auflicht-Mikroskopie-Analysen gefärbter Laborblätter experimentell bestimmt. Sämtliche Versuche wurden im Nasslabor und im Klimaraum am Institut für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik an der Technischen Universität Graz durchgeführt. Neben einer umfassenden Literaturrecherche und der Darstellung relevanter theoretischer Grundlagen wurden zahlreiche Messreihen anhand unterschiedlich modifizierter Zellstoffe durchgeführt. Es wurden die Parameter Trocknungsverfahren, Trocknungszeit, Vergautschungshäufigkeit, Färbung und Beimengung chemischer Zusätze variiert. Der größte Einfluss auf die z-Festigkeit wurde durch unterschiedliche Trocknungsverfahren erzielt. Damit einhergehende Einflüsse der Schrumpfung wurden durch Analysen des Elastizitätsmoduls quantifiziert.

Schlagwörter: Bindefläche, z-Festigkeit, Papierdichte, Vergautschen, Färben

Abstract

This thesis deals with methods of measuring the bond strength of couched and dyed laboratory hand sheets. Within experiments, the bond strength was determined by z-direction strength measurements and the bonded area was defined by light-scattering measurements and Infinite-Focus microscope analysis of the dyed hand sheets. All experiments were performed in the wet end lab and the climate chamber at the Institute for Paper, Pulp and Fiber Technology at Graz, University of Technology. The thesis comprises of a comprehensive literature review, a theoretical framework and the description and results of numerous experiments. Several series of measurements were carried out with different modified pulps, whereby drying method, drying time, couching rate, dyeing and admix of chemical additives varied. The main influence into z-tensile strength was obtained due to the variation of drying methods. Concomitant influences of shrinkage were quantified by elastic modulus analysis.

Keywords: bonded area, z-direction tensile strength, apparent density, couched, dyeing

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	II
Vorwort	III
Kurzfassung	IV
Abstract	V
Inhaltsverzeichnis	VI
Formelzeichen und Einheiten	IX
1 Einleitung und Aufgabenstellung	1
2 Allgemeine Grundlagen	3
2.1 Methoden zur Messung der inneren Bindekraft.....	3
2.1.1 Statische Methoden	5
2.1.2 Dynamische Methode	9
2.2 Methoden zur Messung der gebundenen Fläche	11
2.2.1 Gasadsorptionsmethode.....	11
2.2.2 Lichtstreuungsmethode	14
2.3 Papiereigenschaften.....	18
2.3.1 Blatt-Formation	18
2.3.2 Dicke.....	18
2.3.3 Papierdichte.....	19
2.3.4 Schrumpfung	19

3	Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit.....	20
3.1	Mehrlagenblattbildung	21
3.1.1	Mehrlagenblattbildung in der Praxis.....	21
3.1.2	Mehrlagenblattbildung im Labor.....	22
3.2	z-Festigkeit – Messung	25
3.3	Ermittlung der Bindefläche	27
3.3.1	Einsatz von Tiefdruckfarbe zur Ermittlung der Bindefläche	27
3.3.2	Färbung mit normalen Farbansatz.....	28
3.3.3	Färbung mit schwacher Farbkonzentration.....	30
3.3.4	Analyse mittels Scanner	34
3.3.5	Analyse mittels Infinite-Focus-Mikroskop (IFM)	35
3.3.6	Lichtstreuungskoeffizient und Variationen der Blattvolumina.....	41
3.4	Versuche zur Modifikation der Bindefläche	45
3.4.1	Variation der Grammatoren	45
3.4.2	Variation des Vergautschungsvorgangs und der anschließenden Trocknung.....	48
3.4.3	Variation des Vergautschungsvorganges	50
3.4.4	Variation der Zeit im Blatttrockner.....	53
3.4.5	Variation des Trockengehaltes vor der Vergautschung	57
3.4.6	Variation der Zeit im Blatttrockner ohne vorhergehende Vergautschung 61	
3.5	Untersuchung der Bindungsebene bei 2-lagigem Papier durch Einfärbung des Zellstoffs mittels Basazol*C Blau.....	65

3.5.1	Schlussfolgerungen	69
3.6	Versuche zur Modifikation der Bindestärke	73
3.6.1	Verwendete Zusatzstoffe	73
3.6.2	Lösungsansätze.....	74
3.6.3	Diskussion der Versuche und Messergebnisse	74
3.7	Analyse von Trocknung frei an der Luft und Schrumpfungsbehindert mittels Elastizitätsmodul	83
4	Zusammenfassung und Ausblick	91
	Abkürzungsverzeichnis	95
	Abbildungsverzeichnis.....	97
	Tabellenverzeichnis.....	102
	Literaturverzeichnis	104

Formelzeichen und Einheiten

Lateinische Formelzeichen

T	K	Temperatur
v_m	m ³	Volumen des adsorbierten Gases für eine monomolekulare Schicht
A_m	m ²	Flächenbedarf des Adsorbats
N_A	1/mol	Avogadrokonstante
V_M	m ³ /mol	Molvolumen des Adsorbats
m_{AD}	g	Masse des Adsorbens
$O_{sp,BET}$	m ²	spezifische Oberfläche
S	m ² /kg	Streukoeffizient
R_∞	-	Reflexionsvermögen eines Blattstapels ohne Lichtdurchtritt
R_0	-	Reflexionsvermögen einer Probe über einer schwarzen Unterlage
W	kg/m ²	flächenbezogene Masse oder Grammaturo
k	-	Proportionalitätskoeffizient
A_{LS}	m ² /kg	spezifische Oberfläche der Faser
S_0	m ² /kg	Streukoeffizient eines ungebundenen Blattes
RBA	-	Relative Bindefläche
IBS	kPa	innere Bindekraft
SBS	kPa	spezifische Bindefestigkeit

Formelzeichen und Einheiten

z_{PD}	μm	Papierdicke
$m_{100\text{cm}^2}$	g	Masse einer 100 cm ² großen Papierscheibe
$A_{100\text{cm}^2}$	m ²	Fläche einer 100 cm ² großen Papierscheibe
t	s	Zeit
n	U/min	Drehzahl

Griechische Formelzeichen

ρ_{ap} kg/m^3 Papierdichte (apparent density)

λ nm Wellenlänge des Lichtes

Indizes und Kurzzeichen

Indizes

x, y, z Raumkoordinaten

Graphische Symbole



Zugrichtung

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Die vorliegende Diplomarbeit wurde von der R&D-Abteilung der Firma Mondi Frantschach GmbH, Firmensitz St. Gertraud, initiiert und in Zusammenarbeit mit dem Christian-Doppler-Labor sowie dem Institut für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik der Technischen Universität Graz durchgeführt.

Bei der Verwendung von Sackpapier, ist die Festigkeit des Papiers von entscheidender Bedeutung. Diese wird von verschiedenen Faktoren wie der Festigkeit einzelner Fasern, der Festigkeit der Bindungen zwischen den Fasern, der Anzahl an Bindungen pro Fläche, der Verteilung der Fasern bzw. der Faserformation oder den verwendeten Chemikalien beeinflusst. Im Zuge der Weiterverarbeitung ist die Ermittlung der Festigkeit von signifikanter Bedeutung.

Im Rahmen der Diplomarbeit wurden neue Methoden zur Ermittlung der Bindefestigkeit untersucht. Zu diesem Zweck wurden anhand vergautschter und gefärbter Labor-Handblätter sowohl die Bindekraft als auch die Bindefläche eingehenden experimentellen Untersuchungen unterzogen. Die Bindekraft wurde, in Anlehnung an Empfehlungen aus der Fachliteratur, auf Grundlage von z-Festigkeits-Messungen, ermittelt. Die experimentelle Bestimmung der Bindefläche beruhte einerseits auf in der Literatur vorgestellte Verfahren, andererseits wurde eine neue Methode, welche auf der Ermittlung der Bindefläche anhand gefärbter Laborblätter beruht, verfolgt. Während für ersteres Verfahren die Bindefläche mittels Lichtstreuungsmessungen bei unterschiedlichen Blattvolumina bestimmt wurde, wurden die Bindeflächen der gefärbten Laborblätter unter Einsatz von Auflicht-Mikroskopie (IFM-Analysen) bestimmt. Darüber hinaus erfolgte eine Untersuchung der Einflüsse verschiedener chemischer Zusätze (kationische Stärke und Carboxymethylcellulose) auf die z-Festigkeit.

Die erforderlichen experimentellen Tätigkeiten wurden im Nasslabor sowie im Klimaraum am Institut für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik an der Technischen Universität Graz durchgeführt.

Die vorliegende Arbeit enthält neben den relevanten theoretischen Grundlagen eine kompakte Zusammenfassung der wichtigsten Versuchsergebnisse und ist wie folgt strukturiert:

Kapitel 2 gibt einen Überblick über die in der Literatur vorgestellten Messmethoden zur Ermittlung der inneren Bindekraft sowie über die bekannten Verfahren zur Bestimmung der Bindefläche.

Kapitel 3 beschreibt die durchgeführten Versuche zur Messung von innerer Bindekraft und Bindefläche. Darüber hinaus werden Maßnahmen zur Beeinflussung der Bindekraft beschrieben. Die ermittelten Versuchsergebnisse werden dokumentiert und diskutiert.

Kapitel 4 enthält eine Zusammenfassung der Arbeit und gibt einen Ausblick auf zukünftige Tätigkeiten hinsichtlich der präzisen Ermittlung von z-Festigkeitseigenschaften des Papiers.

2 Allgemeine Grundlagen

Die spezifische Bindefestigkeit (SBS = specific bond strength) von Blättern stellt das Verhältnis von innerer Bindekraft (IBS = internal bond strength) zu relativer Bindefläche (RBA = relative bonded area) dar. Für die beiden Größen, IBS und RBA sind unterschiedliche Messmethoden bekannt, die nachfolgend erläutert werden.

2.1 Methoden zur Messung der inneren Bindekraft

Die innere Bindekraft spielt eine wichtige Rolle bei der Papierherstellung. Am wesentlichsten der inneren Bindekraft ist die Blattfestigkeit, welche sich aus der Faserfestigkeit und der Bindungsfestigkeit zusammensetzt. Letztere ist dabei der limitierende Faktor und muss verbessert werden. Mangelnde Bindekraft kann weiteres in nachfolgenden Streich- und Druckprozessen zu Delaminierung oder Aufspaltung führen [1]. Die innere Bindekraft wird, neben der Anzahl an Bindungen, von der durchschnittlichen Fläche je Bindung sowie von der Festigkeit der Bindungen beeinflusst [2, 3]. Sie kann an Teststücken von produziertem Papier oder Karton gemessen werden.

Für diese Anwendungen sind bereits zahlreiche Messverfahren bekannt. *Koubaa* und *Koran* [2] sowie *Stenberg* [4] als auch *van den Akker* [5] beschreiben verschiedenartige Messmethoden. *Meitinger* und *Fürst* vergleichen in [1] deren Vor- und Nachteile. Die wichtigsten Methoden und ihre Nomenklatur sind in Tab. 2.1 angeführt und werden nachfolgend näher beschrieben.

Tab. 2.1: Methoden zur Messung der Bindekraft

Methode	Englische Bezeichnung	Kurzzeichen	Deutsche Bezeichnung	Abbildung	Literaturstelle
Statisch	Peel-Cohesion-Test	PCT	Schäl-/Ablösefestigkeits-Test	Abb. 2.1 (a)	[2]
	Delamination-Test	DT	Delaminations-Test	Abb. 2.1 (b)	[2]
	Cantilever-Beam-Test	CBT	Freitträger-Test	Abb. 2.2	[2, 4]
	Z-Direction-Tensile-Test	ZDTT	Test zur Ermittlung der Festigkeit in z-Richtung	Abb. 2.4	[1, 2, 6, 7, 8, 9, 10, 11]
	Shear strength-Test	ShT	Scherfestigkeit-Test	Abb. 2.5	[12, 5, 4]
Dynamisch	Scott-Bond-Test	SBT	Scott-Bindekraft-Test	Abb. 2.6	[1, 2, 13]

Die entsprechenden deutschen Übersetzungen wurden von der Autorin nach Tabelle 2.1 definiert. In der Beschreibung der einzelnen Methoden wurden jedoch die ursprünglichen englische Nomenklatur beibehalten, da diese weiter verbreitet ist.¹

¹ Die Übersetzung dient der Vollständigkeit und kann zum leichteren Verständnis der Methoden herangezogen werden.

2.1.1 Statische Methoden

Peel-Cohesion-Test (PCT) und Delamination-Test (DT)

Der PCT-Test (Abb. 2.1 (a)) misst den Widerstand gegen die Aufspaltung von Papier oder Karton, wenn eine Kraft im rechten Winkel zur Probe aufgebracht wird. Es wird jene Kraft gemessen, bei welcher der gänzliche Bruch der restlichen Probenlänge eintritt. Diese maximale Kraft wird als Ablösewiderstand bezeichnet. Die Ablösefestigkeit (PCS) kann entweder in N/m, sofern eine konstante Probendicke angenommen wird, auch in Form einer Spannung in kPa, sowie weiters als flächenbezogene Energiedichte in J/m^2 angegeben werden. Beim DT-Test (Abb. 2.1 (b)) wird der Papierstreifen auf einem frei rotierenden Rad aufgebracht. Bei diesem Verfahren wird die Papierprobe zwischen zwei Klebebandstreifen angeordnet, welche zunächst manuell an ihren Enden auseinandergezogen werden, bis eine Papierspaltung eingeleitet wird. Anschließend wird wie für den PCT-Test jene maximale Kraft gemessen, die erforderlich ist um den restlichen Papierstreifen zu trennen [2].

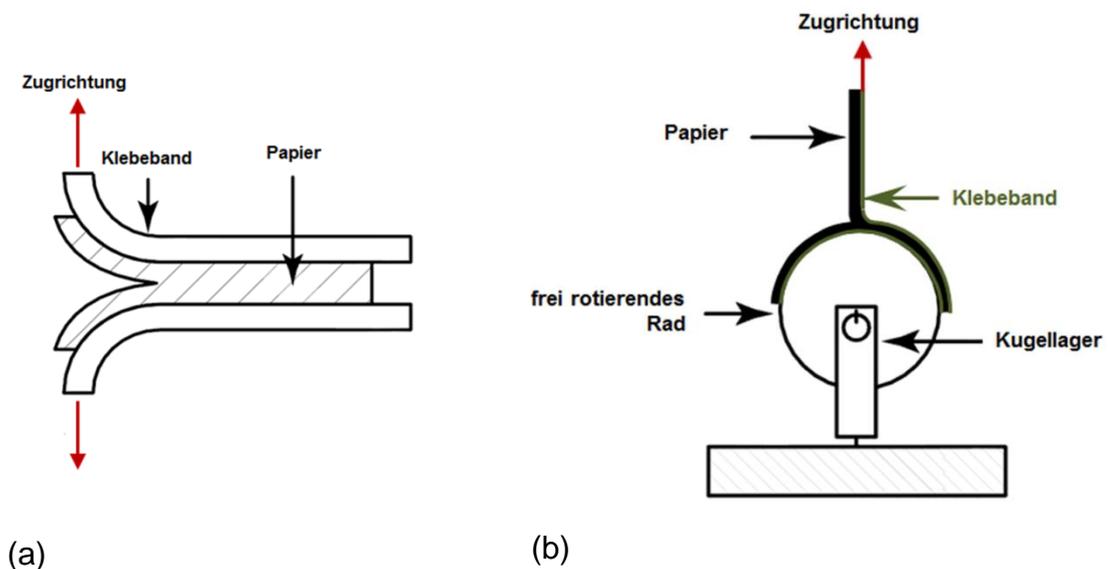


Abb. 2.1: (a) Peel-Cohesion-Test [2]; (b) Delamination-Test [2]

Cantilever-Beam-Test (CBT)

Im Rahmen dieser Messung wird eine Papierprobe zwischen zwei flexiblen dreieckförmigen Trägern mit doppelseitigem Klebeband befestigt (siehe Abb. 2.2) [2]. Die Profile der Träger ermöglichen eine konstante Kraftübertragung, während die Trägerenden auseinandergezogen werden und sich der Riss ausbreitet. Durch die CBT-Geometrie ergibt sich eine sogenannte reine „Modus I“ Belastung des Bruches. „Modus I“ wird als normale Belastung des Bruches definiert (Abb. 2.3) [4]. Dabei wird die erforderliche maximale Kraft gemessen, die zum Anreißen sowie für die weitere Rissausbreitung entlang der Papierprobe benötigt wird. Über die Definition der Trägergeometrie und der Biegesteifigkeit kann die Energie pro Rissfläche (J/m^2) berechnet werden. Diese wird auch als z-Zähigkeit² bezeichnet [2].

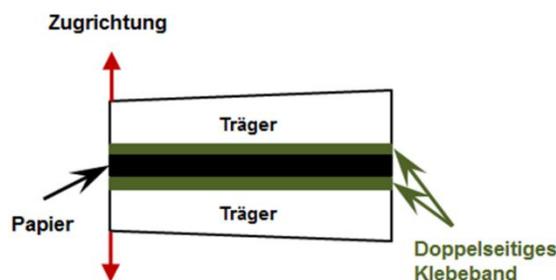


Abb. 2.2: Cantilever-Beam-Test

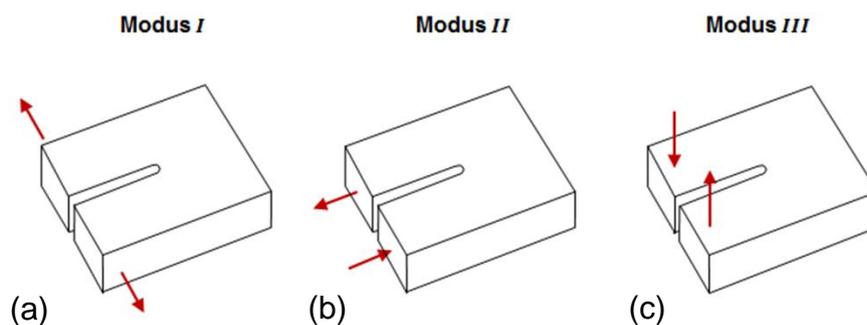


Abb. 2.3: Drei möglichen Modi: (a) Modus I, normale Belastung des Bruches; (b) Modus II und (c) Modus III sind Scherbeanspruchungen in verschiedene Richtungen des Bruches [4].

² Im englischen z-toughness bezeichnet.

z-Directional-Tensile-Test (ZDTT)

Der z-Directional-Tensile-Test ist eine statische Prüfung, die entsprechend der TAPPI-Methode T 541 om-05 [6], der PAPTAC-Standard-Methode D 37 [7] oder der SCAN-Methode P80:98 [8] durchgeführt wird. Bei allen Methoden wird, wie aus Abb. 2.4 ersichtlich, eine Papierprobe zwischen zwei Testflächen und jeweils einer Lage doppelseitigem Klebeband eingeklebt. Nach einer Belastungsphase mit definierter Presskraft und Zeitdauer wird die Kraftwirkung auf die beschriebene Probe in z-Richtung aufgebracht. Gemessen wird die maximale Kraft, bei der es zu einer Delamination innerhalb der Probe kommt [1]. Die z-Festigkeit ist somit ein Maß für die Festigkeit des Papiers in Richtung der z-Achse [9]. Der Unterschied zwischen der SCAN-Methode und den beiden anderen Verfahren liegt darin, dass der Pressdruck bei der SCAN-Methode dreimal höher ist. Darüber hinaus beträgt die Plattenoberfläche bei der SCAN-Methode 10 cm² im Vergleich zur TAPPI-Methode, welche eine Oberfläche von 1 in² (6,25 cm²) verwendet [10].

Wink und *van Eperen* [11] konnten 1967 über Festigkeitsversuche in z-Richtung die Einflüsse von der Prüffläche sowie von der Grammaturn auf die z-Festigkeit nachweisen. Um potentielle Kanteneffekte auszuschließen und konstante Messwerte zu erhalten, sollte die Prüffläche größer als 4 cm² sein. *Koubaa* und *Koran* [2] weisen ebenfalls darauf hin, dass es einen Einfluss der Grammaturn auf die innere Bindekraft (IBS) gibt. Sie stellten fest, dass sich bei geringen Flächengewichten die erhöhten inneren Bindekräfte aufgrund der verstärkenden Wirkung des Klebstoffes ergeben. Konstante Werte konnten ab einem Flächengewicht von 100 g/m² erreicht werden.

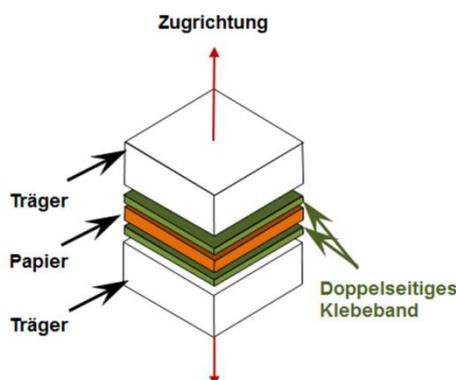


Abb. 2.4: Festigkeit in z-Richtung

Shear strength-Test (ShT)

Van den Akker 1952 [5], *Byrd et al* 1975 [12] sowie *Koubaa* und *Koran* 1995 [2] geben Möglichkeiten an, um die Scherfestigkeit von Papier zu messen.

Die einfache und doppelte Überlappung, in Abb. 2.5 (a) und (b) dargestellt, sind beides einfache Messmethoden, welche für verschiedene Materialien, wie zum Beispiel Verbundwerkstoffen und Klebstoffen verwendet werden. Es gibt mehrere Standards für diese einfache und doppelte Überlappungs-Messmethoden, aber keine welche für Papier oder Karton gültig ist [4].

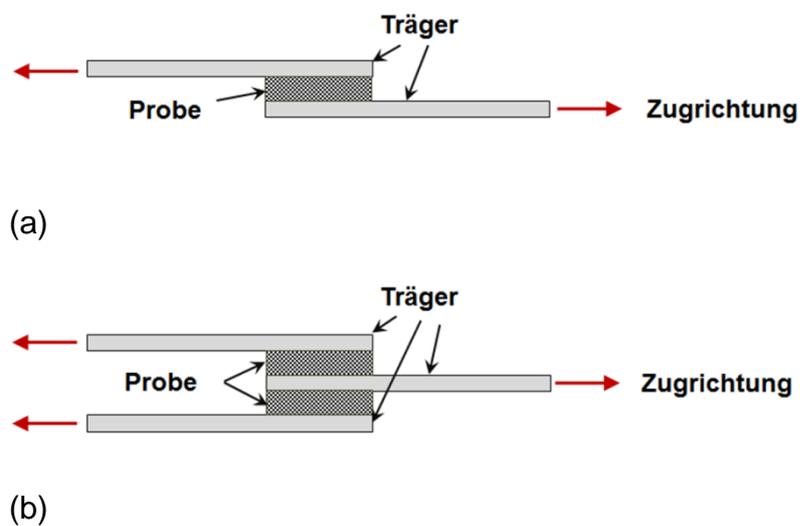


Abb. 2.5: Shear strength-Test für (a) einfache (b) doppelte Überlappung [4]

2.1.2 Dynamische Methode

Scott-Bond-Test (SBT)

Der Scott-Bond-Test ist ein standardisierter Test zur Messung der Energie von Papier [13]. Dieser dynamische Test nutzt die in einem Pendel gespeicherte potentielle Energie, um einen auf der Probenoberfläche verklebten Aluwinkel wegzuschlagen. Beim Auftreffen des Pendels auf den Winkel kommt es zu einer starken Beanspruchung der Probe in senkrechter Richtung in Verlängerung der vorderen Flanke des Aluwinkels. Man geht davon aus, dass die Delamination an dieser Stelle beginnt und sich von dort aus in einem abschälartigen Vorgang bis zur hinteren Kante der Kontaktfläche fortsetzt. Nach dem Abschlagen des Winkels hat sich die Energie des Pendels reduziert und der Verlust an Potentialenergie wird über eine Skalierung am oberen Wendepunkt abgelesen. Die ermittelte Messgröße beschreibt die Energieaufnahme bezogen auf die Kontaktfläche. Der Scott-Bond-Test ist das am häufigsten verwendeten Testverfahren zur Quantifizierung der Delaminierungsbeständigkeit von Papier und Pappe. Allerdings besitzt dieses Verfahren einige Nachteile, welche *Fellers et al* [14] herausgearbeitet haben. Im Folgenden wurde versucht diese zusammengefasst wiederzugeben.

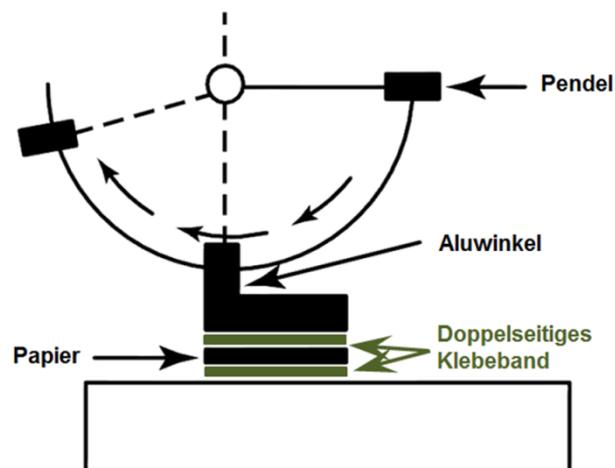


Abb. 2.6: Scott-Bond-Test [2]

Der Scott-Bond-Test ergibt höhere Energiewerte, als vergleichsweise ein z-Festigkeits-Test. Es ist möglich dass die höhere Belastungsgeschwindigkeit, durch das Pendel des Scott-Bond-Tests mitverantwortlich ist für die höheren Energiewerte. Ein Weiterer Grund für die höheren Energiewerte liegt auch in den verschiedenen Mechanismen, welche Energie verbrauchen. Zu erwähnen wäre die durch die Scherbeanspruchung resultierende Deformation des Klebebandes und der Probe, das stellenweise Ablösen des Klebebandes vom Probeträger, das verbiegen des vertikalen Schenkels des Aluprofiles sowie die Oszillierende Bewegung des Pendels nach dem Aufprall. Für weitere Details wird auf Literatur [14] verwiesen.

2.2 Methoden zur Messung der gebundenen Fläche

Generell werden zwei Methoden verwendet, um die relative Bindefläche (RBA) zu messen: die Gasadsorptionsmethode nach *Brunauer, Emmet und Teller* (BET) [15] sowie die Licht-Streuungsmethode nach *Ingmanson und Thode* [16].

2.2.1 Gasadsorptionsmethode

Mittels der Gasadsorptionsmethode nach Brunauer, Emmet und Teller [15] aus dem Jahr 1938 (auch BET-Analyse genannt), ist eine Bestimmung der ungebundenen Bereiche von Laborblättern möglich [17].

Versuche und Messungen zur Bestimmung der Oberfläche durch Gasadsorption können bei *Haselton* [18] nachgelesen werden.

Das Verfahren beruht auf der Bestimmung der Menge des Adsorbats, zum Beispiel Stickstoff, durch Erfassung der Druckänderung in einer Probenkammer, die erforderlich ist, um die äußere und die zugängliche innere Porenoberfläche eines Feststoffes mit einer vollständigen Adsorbat-Monoschicht zu bedecken. In Abb. 2.7 ist dieser Vorgang schematisch dargestellt, wobei man unter: Adsorbens den porösen Feststoff, welcher das Gas aufnimmt, unter Adsorptiv das zur Verfügung stehende Gas und unter Adsorbat das gebundene Gas versteht. Die Anlagerung von Adsorptiv an das Adsorbens nennt sich dann Adsorption.

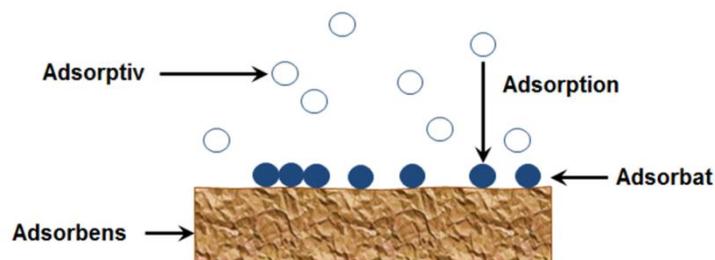


Abb. 2.7: Schematische Darstellung des Adsorptionsvorganges an einer Oberfläche

Vor der Absorptionsmessung ist die genau gewogene Probe weitgehend von physisorbiertem Material zu befreien, wobei jedoch irreversible Veränderungen der Oberfläche vermieden werden müssen. Das Adsorptiv wird in kontrollierten Mengen zu dem Feststoff gegeben. In der Probenkammer wird nach jeder Gaszugabe der Druck gemessen, der eine direkte Aussage über das adsorbierte Gasvolumen in der Probenkammer erlaubt.

Durch die gewonnenen Messpunkte erstellt man durch den Einsatz der BET-Gleichung eine Gerade, aus der die Stickstoffmenge v_m ermittelt werden kann, die für eine vollständige monomolekulare Bedeckung der gesamten Probenoberfläche notwendig ist. Aus diesem Wert lässt sich dann unter Berücksichtigung des Platzbedarfs eines einzelnen Stickstoffmoleküls A_m und der Avogadroschen Zahl N_A auf die Probenoberfläche $O_{sp,BET}$ schließen (Gl. 2.1) [19, 20].

$$O_{sp,BET} = \frac{A_m \cdot N_A \cdot v_m}{V_M \cdot m_{AD}} \quad (\text{Gl. 2.1})$$

v_m	m ³	Volumen des adsorbierten Gases für eine monomolekulare Schicht
N_A	1/mol	Avogadrokonstante
A_m	m ²	Flächenbedarf des Adsorbats
V_M	m ³ /mol	Molvolumen des Adsorbats
m_{AD}	g	Masse des Adsorbens
$O_{sp,BET}$	m ²	spezifische Oberfläche

Folgende Probleme treten bei der Messung für die Probenoberfläche durch Anwendung der Gasadsorptionsmethode auf.

Die entwickelte BET-Gleichung liegt der Annahme zugrunde, dass die Adsorptionsoberfläche homogen ist. Im Falle von Papier haben wir es allerdings mit einem inhomogenen Werkstoff zu tun.

Vor der Durchführung von Adsorptionsmessungen müssen an der Feststoffprobe adsorbierte Verunreinigungen, wie z.B. Wasser, entfernt werden. Dazu muss die Probe unter Vakuum oder einem Inertgas aufgeheizt werden. Reproduzier- und vergleichbare Oberflächenmessungen lassen sich nur erzielen, wenn die Probenvorbereitung unter denselben Bedingungen durchgeführt wird. Bei Angabe eines mit einem bestimmten Gerät ermittelten Zahlenwertes für die spezifische Oberfläche ist daher stets die Probenvorbereitung mit anzugeben.

Eine weitere Problematik in der Berechnung des Zahlenwertes der Oberfläche $O_{sp,BET}$ bildet die Annahme eines Zahlenwertes für den Platzbedarf eines Moleküls A_m . Der verwendete Zahlenwert ist deshalb ebenfalls anzugeben [21].

2.2.2 Lichtstreuungsmethode

Zur Abschätzung der relativen Bindungsfläche (RBA) von Laborblättern haben *Ingmanson* und *Thode* [16] ein optisches Verfahren verwendet um spezifische Streukoeffizienten zu messen. Das optische Verfahren verwendet Werte, welche mit Hilfe der Theorie von *Kubelka* und *Munk* [22] berechnet werden.

Wenn Licht auf eine unebene Fläche trifft, wird es in viele verschiedene Richtungen reflektiert, selbst dann, wenn die Unebenheiten mikroskopisch klein sind, wie zum Beispiel bei der Betrachtung eines Papiers. Dieses Phänomen wird als diffuse Reflexion oder Streuung bezeichnet. Wegen der Streuung in alle Richtungen kann ein gewöhnliches Objekt von verschiedenen Betrachtungswinkeln aus gesehen werden. Die allermeisten Gegenstände streuen das Licht und reflektieren es nicht [23, 24].

Zur Bewertung der gebundenen Fläche mittels der optischen Lichtstreuungsmethode wird die Abhängigkeit des Streukoeffizienten von der Grenzfläche zwischen Substanzen mit verschiedenen Brechungsindizes (z.B.: Faser und Luft) herangezogen.

Nach Gleichung 2.2 wird vereinfacht angenommen, dass S direkt proportional zur spezifischen Oberfläche der Faser ist [16].

$$S = k \cdot A_{LS} \quad (\text{Gl. 2.2})$$

Der Proportionalitätskoeffizient k ist, wie aus den grundlegenden Arbeiten von *Swanson* und *Steber* [25] sowie *Haselton* [18] ersichtlich wird, sowohl von der Wellenlänge als auch von den Fasereigenschaften abhängig.

Durch die Messung der zwei diffusen Reflexionen R_0 (Reflexionsvermögen einer Probe über einer schwarzen Unterlage) und R_∞ (Reflexionsvermögen eines Blattstapels ohne Lichtdurchtritt) kann der Lichtstreuungskoeffizient S nach Gleichung 2.3 direkt ermittelt werden [16]. W steht für die Flächenbezogene Masse der Probe.

$$S = \frac{R_\infty}{1 - R_\infty} \cdot \ln \frac{R_\infty \cdot (1 - (R_\infty \cdot R_0))}{R_\infty - R_0} \cdot \frac{1}{W} \quad (\text{Gl. 2.3})$$

Die relative Bindefläche (RBA) lässt sich in der Folge mittels Kenntnis des Streuungskoeffizienten S_0 eines komplett ungebundenen Blattes und dem Streuungskoeffizienten S eines Blattes berechnet werden.

$$RBA = \frac{(S_0 - S)}{S_0} \quad (\text{Gl. 2.4})$$

Die Herausforderung bei dieser Technik stellt die Messung von S_0 dar, da ein ungebundenes Blatt schwierig herzustellen ist. In ihrer Arbeit behoben *Ingmanson* und *Thode* [16] dieses Problem durch Messung der Streuungskoeffizienten als eine Funktion der Zugfestigkeit für eine Reihe von Blättern aus demselben Zellstoff. Die Festigkeiten der Blätter wurden durch Mahlen in einer Kugelmühle und durch Nasspressen variiert. Alle auf diese Weise gemessenen Blätter ließen sich auf einer einzigen Kurve in einem Diagramm, welches auf der x-Achse die Zugfestigkeit und auf der y-Achse den Lichtstreuungskoeffizienten zeigt darstellen. Jener y-Achsenabschnitt, in dem die Zugfestigkeit null ist, wurde dann als S_0 definiert. Einige Messungen zur Ermittlung von S_0 wurden in [16, 25] erstellt.

Die Zuverlässigkeit der Methode ist jedoch fraglich, da die Wellenlänge des Lichts viel größer ist, als die Distanz, in der molekulare Wechselwirkungen zwischen den Fasern beginnen aufzutreten. Lichtstreuungsmessungen beschränken sich somit auf eine ungefähre Angabe der molekular gebundenen Fläche [18, 26].

Aus Abb. 2.8 ist erkennbar, dass die tatsächliche Kontaktfläche wesentlich kleiner ist als jene Fläche, welche die Lichtstreuung erfasst. Daher vertreten *Lindstrom et al.* [26] die Ansicht, dass die Lichtstreuungsmessung nicht zur Ermittlung der grundlegenden Eigenschaften der verbundenen Bereiche im Papier herangezogen werden kann. Darüber hinaus ist es wichtig, dass zwischen jenen Gebieten, die nahe genug aneinander grenzen um durch molekulare Kräfte (z.B. Van der Waals-Kräfte) beeinflusst zu werden, jedoch nicht im direkten molekularen Kontakt stehen, und jener Bereiche die im direkten molekularen Kontakt stehen, unterschieden wird.

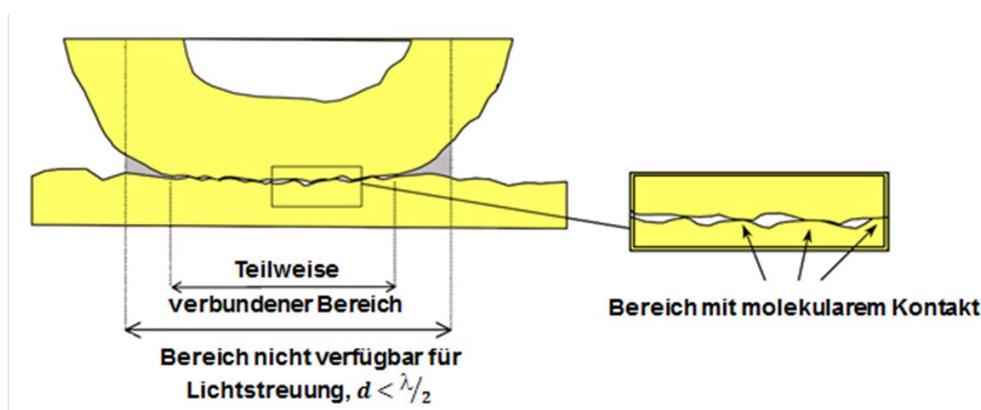


Abb. 2.8: Schematische Darstellung des Faser-Faser-Kontakts im Zusammenhang mit Lichtstreuung [26]. Alle Bereiche mit einem Abstand $d < \lambda/2$ (λ entspricht der Wellenlänge des Lichtes) erscheinen optisch gebunden.

Zur Überprüfung der Nutzbarkeit der Lichtstreuungsmethode hat *Haselton* [18] die ungebundenen Bereiche verschiedener Laborblätter unter Verwendung der BET-Methode bestimmt und mit den gemessenen spezifischen Streukoeffizienten von den gleichen Blättern in diesem Bereich verglichen. Es ergab sich ein linearer Zusammenhang.

Neuere Ansätze zur Ermittlung der RBA liefern *Hieta et al.* [27] sowie *Batchelor* und *He* [28].

Wie bereits erwähnt, ist es notwendig den Streukoeffizienten eines vollständig ungebundenen Blatts (im Weiteren als S_0 bezeichnet) zu bestimmen, um daraus die relative Bindefläche (RBA) zu berechnen. *Batchelor* und *He* [28] sind der Ansicht, dass durch Mahlung bzw. Nasspressung die Faser-Querschnittsform verändert wird, was einen Einfluss auf S_0 bewirkt. Um dieses Problem zu beheben, entwickelten sie eine Methode zur korrekten Messung von Streukoeffizienten und der Papierdichte um damit Veränderungen in der Faser-Querschnittsform zu korrigieren.

Hieta et al. [27] verwenden eine Bildanalyse um den gebundenen Bereich von Fasern auf Cellophan zu ermitteln, nachdem ein z-Festigkeits-Test durchgeführt wurde. Sie berichten, dass es eine lineare Beziehung zwischen der Papierdichte ρ_{ap} (apparent density) von verschiedenen chemischen Zellstoffen und dem Anteil der Bindungsfläche, welche durch die Bildanalyse bestimmt wurde, gibt³.

Stratton [3] weist darüber hinaus hin, dass bei der Extrapolation der linearen Beziehung zwischen Lichtstreuungskoeffizienten und der Papierdichte auf null die Papierdichte bei 1620 kg/m^3 liegt. Dies ist sehr nahe der Dichte von Zellulose, welche 1530 kg/m^3 beträgt. *Koubaa* und *Koran* [2] nehmen nun an, dass die Zellulosedichte der Dichte in einem völlig gebundenen Blatt entspricht. So ist es damit möglich, die spezifische Bindefestigkeit (SBS) der verschiedenen Faserstoffe mittels Daten der Papierdichte ρ_{ap} und der inneren Bindekraft (IBS) nach Gleichung 2.5 zu bestimmen.

$$SBS = IBS \cdot \frac{1530}{\rho_{ap}} \quad (\text{Gl. 2.5})$$

³ auch conformability index genannt

2.3 Papiereigenschaften

Einige Papiereigenschaften, die für diese Arbeit von Bedeutung sind, werden im Folgenden kurz beschrieben.

2.3.1 Blatt-Formation

Die Blatt-Formation gibt Auskunft darüber, wie die Fasern in einem Blatt Papier verteilt sind. Man kann diese Formation im Gegenlicht sehr gut erkennen durch eine „Flockigkeit“ des Papiers. Je höher die Qualität eines Papiers, desto regelmäßiger und dichter sind die Fasern verteilt [29].

Man kann die Formation auch mit Hilfe von entsprechenden Apparaturen messen, für die Anforderungen dieser Arbeit reichte die visuelle Beurteilung allerdings aus.

2.3.2 Dicke

Die Papierdicke (z_{PD}) bezeichnet die Blattstärke eines Papierblattes. Sie ist definiert als der senkrechte Abstand zwischen den beiden Oberflächen des Papiers. Die Papierdicke beeinflusst unter anderem die Biegesteifigkeit [30].

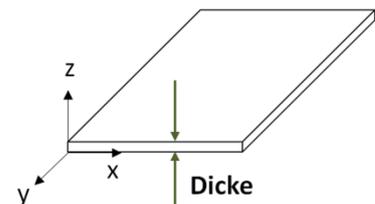


Abb. 2.9: Papierdicke

Die Messung der Dicke erfolgte mit einem Lehmann Dickenmessgerät (LDAL – 03) nach DIN EN ISO 534. Das zu messende Papier wird dabei unter einen Stahlbolzen gelegt. Während des Messvorganges fährt dieser Bolzen nach unten und drückt das Papier auf eine entgegengesetzte Stahlplatte. Der dabei ermittelte Abstand zwischen Stahlplatte und Bolzen ergibt die Papierdicke.

2.3.3 Papierdichte

Die Papierdichte wird über Berechnung der flächenbezogenen Masse und der Messung der Papierdicke ermittelt.

Die flächenbezogene Masse wird durch Wiegen einer ausgestanzten Scheibe von 100 cm² nach DIN EN ISO 536 ermittelt.

$$W = \frac{m_{100\text{cm}^2}}{A_{100\text{cm}^2}} \quad (\text{Gl. 2.6})$$

Es kann nun die Papierdichte berechnet werden:

$$\rho_{ap} = \frac{W}{z_{PD}} \quad (\text{Gl. 2.7})$$

2.3.4 Schrumpfung

Als Schrumpfung wird die Differenz zwischen der Dimension vor und nach der Trocknung bezeichnet. Man kann das Papier frei an der Luft schrumpfen lassen oder die Schrumpfung behindern. Zu einer Schrumpfungsbehinderung kommt es wenn externe Kräfte das Papier während der Trocknung festhalten [31]. In der Praxis wird aufgrund der herrschenden Züge in einer Papiermaschine das Papier an der Schrumpfung behindert. Durch diese Behinderung erfahren die Fasern eine Vorspannung, was in höheren Festigkeiten in x- und y-Richtung des Papiers resultiert [32]. In Abb. 2.10 (a) sieht man Fasern, welche frei an der Luft schrumpfen konnten und in (b) Fasern die durch externe Kräfte an der Schrumpfung behindert wurden.

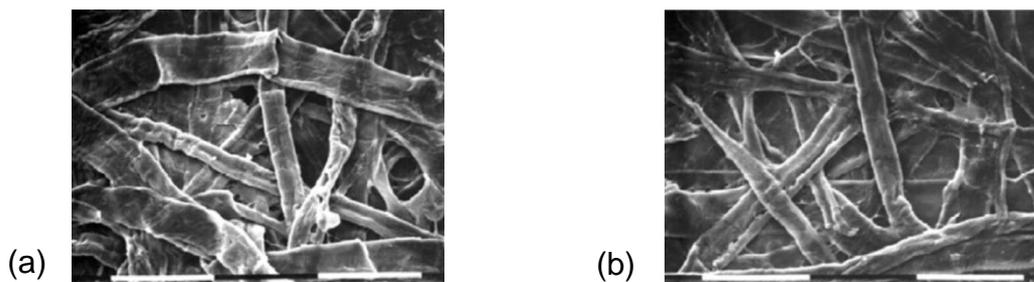


Abb. 2.10: Trocknung der Fasern (a) frei an der Luft; (b) schrumpfungsbehindert [31]

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Das Ziel der vorliegenden Diplomarbeit besteht darin durch Messung von Bindekraft und Bindefläche auf die spezifische Bindefestigkeit schließen zu können.

Zu diesem Zweck werden vergautschte Laborblätter hergestellt, welche unterschiedliche Bindekräfte und Bindeflächen ergeben. Durch das Vergautschen entstehen Laborblätter, welche zwischen den Lagen keine Verfilzung erfahren. Es wird somit die reine Kraft gemessen, die durch Bindung der Oberflächen entsteht. Die Bindekraft wird auf Grundlage von z-Festigkeits-Messungen ermittelt. Eine Veränderung dieser wird durch Zugabe von Additiven erreicht. Die experimentelle Bestimmung der Bindefläche erfolgt über Lichtstreuungsmessung, der Papierdichte und über eine neue Methode, welche auf der Ermittlung der Bindefläche anhand gefärbter Laborblätter beruht. Durch unterschiedliche Papierdichten wird eine Variation der Bindefläche erreicht.

Resultierend aus der Definition der spezifischen Bindefestigkeit in Laborblättern (Gl. 3.1) wurde die Arbeit in zwei Bereiche unterteilt. Demnach widmet sich ein Teil der Arbeit der Untersuchung der Bindekraft, während sich ein zweiter Teil mit der Messung der Bindefläche beschäftigt.

$$\text{spezifische Bindefestigkeit (SBS)} = \frac{\text{Bindekraft}}{\text{Bindefläche}} \quad (\text{Gl.3.1})$$

Für sämtliche Untersuchungen wurde ein ungebleichter Sulfatzellstoff der Monopol-X Zellstoffsorte von der Firma Mondi verwendet.⁴

⁴ Monopol ist der Handelsname des ungebleichten Langfaser Sulfatzellstoff, welcher am Standort Frantschach produziert wird. Das Rohmaterial besteht zu 100% aus europäischen Nadelbäumen wie Fichte und Kiefer [42].

3.1 Mehrlagenblattbildung

3.1.1 Mehrlagenblattbildung in der Praxis

Mehrlagige Papiere werden durch die Produktion getrennter Lagen und anschließender Kombination zu einer Bahn erzeugt [33]. Das Vergautschen beginnt mit dem Zusammenfügen der beiden Lagen. Durch den Wassertransport zwischen den Lagen werden einzelne kleine Fasern von der einen in die andere gebracht und verbinden auf diese Weise beide Lagen. Da die Oberseite des Blattes mehr Fasern und Feinstoffe enthält, werden bevorzugt die Oberseiten miteinander vergautscht [34]. Die Bindung zwischen den Lagen ist für die Eigenschaften des Endproduktes wichtig. Kritische Parameter für die Spaltfestigkeit bei dem Zusammenfügen verschiedener Lagen ist der Trockengehalt [33]. Die Schichten werden auf der Papiermaschine bei einem Trockengehalt von etwa 5 -15% miteinander vergautscht. Die Spaltfestigkeit wird verbessert, wenn beim Nasspressen die Kontaktflächen zwischen den Schichten groß sind. Eine hohe Verformbarkeit der nassen Faser und ein geringer Feststoffgehalt der Bahn vorm Eingang in die Pressenpartie tragen ebenfalls dazu bei [10].

Unterschiedliche Designkonzepte zur Mehrlagenbildung sind möglich. Zum Beispiel kann nach *Karlsson* [33] die erste Lage auf einem Langsieb gebildet werden, die zweite Lage mittels separatem Stoffauflauf und einem weiteren Langsieb (Abb. 3.1) [35].

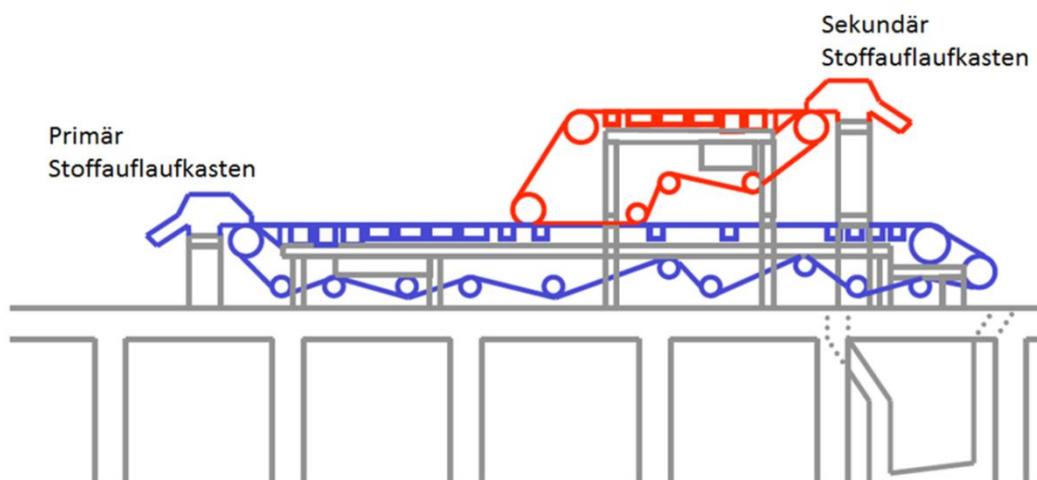


Abb. 3.1: Zweilagige Papierbahn, durch zwei separate Stoffaufläufe [35]

3.1.2 Mehrlagenblattbildung im Labor

Der ungebleichte Sulfatzellstoff wird mit einer PFI-Mühle nach ISO 5264-2:2011-02 gemahlen. Der gemahlene Zellstoff wird danach in ein Verteilergerät gefüllt und verdünnt.

Von der hergestellten Zellstoffsuspension wird nun genau so viel entnommen, um ein Blatt mit gewünschtem Gewicht auf dem Rapid Köthen Blattbildner nach ISO 5269-2:2004 zu formen.

In die Füllkammer wird automatisch Wasser eingespritzt, bei Erreichen der 2 Liter Markierung erfolgt die Zugabe der Suspension. Nach Erreichen der 7 Liter Markierung wird per Hand die Verwirbelung aktiviert. Nach ein paar Sekunden wird auf Beruhigung und danach auf Entwässerung weiter geschaltet. Am Ende des Entwässerungsvorganges bleibt das Laborblatt am Sieb zurück. Das gebildete Laborblatt wird nun auf einen Trägerkarton übertragen. Dazu rollt man mit der Gautschrolle (3 kg) viermal über den Trägerkarton, welcher auf dem Laborblatt aufliegt. Das Laborblatt wird danach vom Sieb abgeschlagen

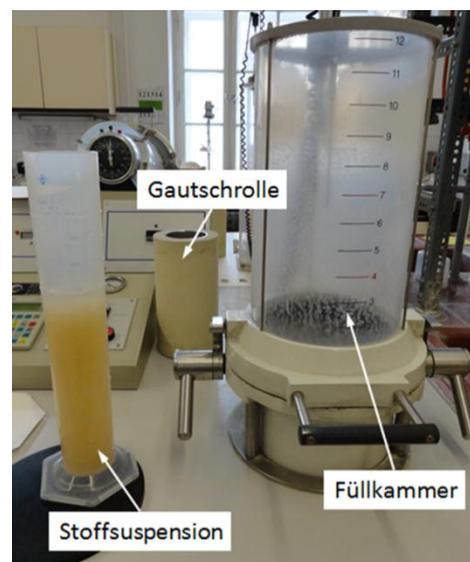


Abb. 3.2: Füllkammer

Diesen Vorgang wiederholt man, um zwei gleiche Laborblätter zu erhalten. Anschließend werden diese beiden Laborblätter jeweils mit der Siebseite⁵ zusammengefügt.

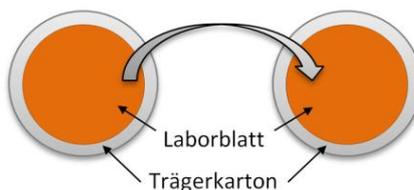


Abb. 3.3: Vergautschung Zweier Laborblätter

⁵ Als Siebseite wird jene Seite des Papiers bezeichnet, die bei der Blattbildung auf dem Sieb aufliegt.

Vergautschungsprozess für Laborblätter

Nachdem die Blätter vom Sieb abgeschlagen und übereinandergelegt wurden, um ein 2-lagiges Blatt zu erstellen, werden diese Blätter miteinander vergautscht.

Unter dem Vergautschen versteht man, dass mittels Gautschrolle über dieses produzierte Papierpaket (Trägerkarton – Papier - Papier – Trägerkarton) gerollt wird (Abb. 3.4). Bei einem einmaligem vergautschen geschieht das nur einmal über das gesamte Papierpaket. Wird nun zweimal vergautscht, so wird die Rolle nach dem ersten darüber Rollen wieder über das Papierpaket zurück gerollt. Es erfolgt somit ab einer Vergautschungshäufigkeit von mehr als zweimal immer eine Vor- und Rückbewegung der Gautschrolle (Abb. 3.5).

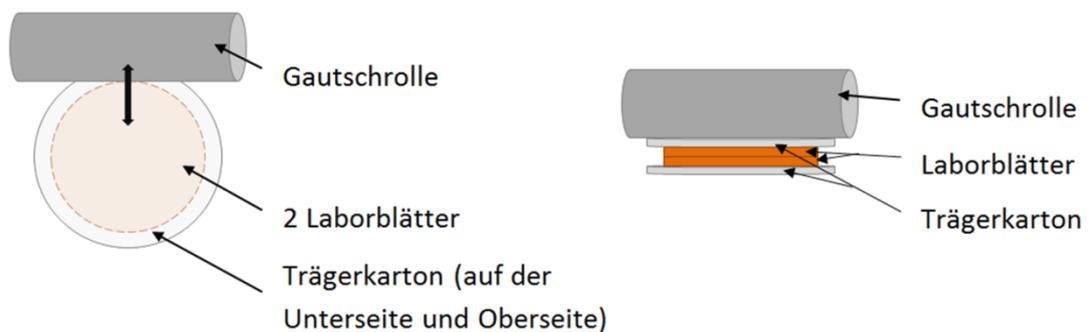


Abb. 3.4: Vergautschungsprozess

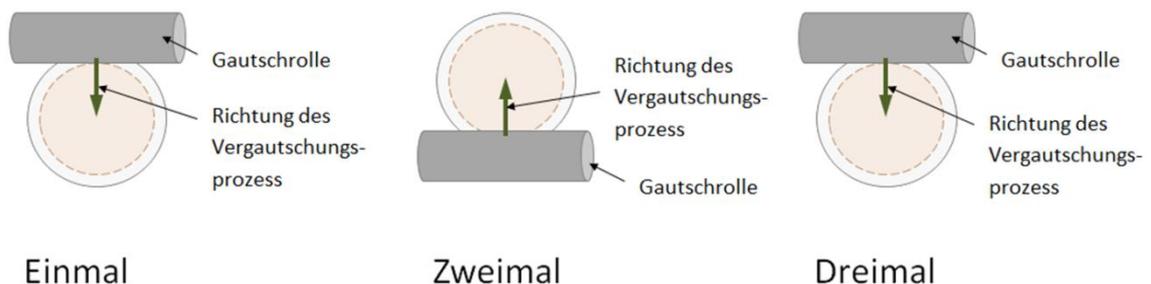


Abb. 3.5: Vergautschungsprozess – Funktionsweise; z.B.: dreimal vergautscht

Vorbereitung des Zellstoffes

Der Herstellungsprozess der Laborblätter war für fast alle Blätter derselbe. Unterschiede ergaben sich unter anderem in der Entwässerungszeit und der Art der Blatttrocknung.

Der getrocknete Sulfatzellstoff wurde jeweils über Nacht in de-ionisiertem Wasser angesetzt. Nach dem Aufschlagen nach ISO 5263-1 wurde der Zellstoff entwässert und auf eine Konsistenz von 10% eingestellt. Es folgte eine Mahlung in einer PFI – Mühle mit 6000 U/min nach ISO 5264-2:2011-02.

Die Laborblätter wurden auf dem Rapid Köthen Blattbildner nach ISO 5269-2:2004 produziert. Die Entwässerungszeit am Sieb betrug für den ersten Versuchsaufbau 15 Sekunden, danach wurde die Entwässerungszeit auf 30 Sekunden angehoben, um den Vergautschungsprozess zu verbessern. Die anschließende Weiterbehandlung variierte.

3.2 z-Festigkeit – Messung

Für die Prüfung der z-Festigkeit wurde das in Abb. 3.6 dargestellte Messgerät der Firma Zwick/Roell verwendet.



Abb. 3.6: Zwick/Roell - Messgerät

Bei der Prüfung der inneren Bindefestigkeit nach der von TAPPI T541 om-05 [6] empfohlenen Methode wird die Probe mit einer senkrecht zur Probenoberfläche wirkenden Kraft beansprucht. Für die Probenvorbereitung werden von den Laborblättern Papierstreifen mit einer Breite von einem Zoll und einer Länge von mindestens 15 cm geschnitten. Ein solcher Streifen wird, wie aus Abb. 3.7 ersichtlich, mit doppelseitigem Klebeband⁶ auf den unteren Probenträger geklebt. Darüber kommt eine zweite Lage eines doppelseitigen Klebebands.

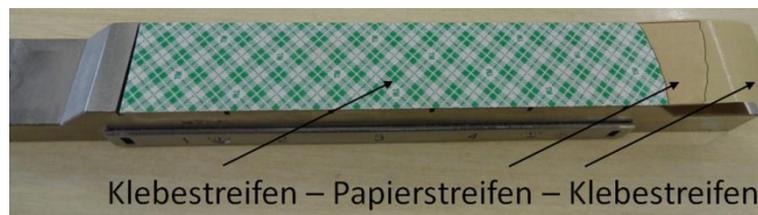


Abb. 3.7: Probenträger

⁶ 3M™ Double Coated Paper Tape 410M, 1Zoll [43]

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Über Probenträger, die um 90° gekreuzt angeordnet sind können so 5 Einzelproben nacheinander geprüft werden. Im Prüfablauf wird zunächst die Probe gegen den zweiten Probenträger verpresst. Es wird eine Pressdruckkraft von 900 N verwendet, die Presszeit beträgt 6 sec. Anschließend wird die Probe in weniger als einer halben Sekunde im Zugversuch getrennt. Die Messgröße ist die Zugkraft, die auf die Probenfläche bezogen wird und so die Zugspannung ergibt [36].



Abb. 3.8: Prüfaufbau

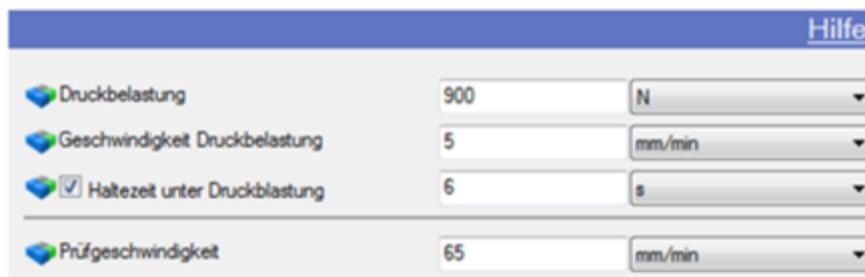


Abb. 3.9: Messeinstellungen [6]

3.3 Ermittlung der Bindefläche

Um die Bindefläche zu ermitteln wurden unterschiedliche Versuche getätigt. Ein Versuch bestand darin die Blätter mittels einer Tiefdruckfarbe einzufärben ein anderer Ansatz war den Lichtstreuungskoeffizienten der Blätter zu messen sowie das Blattvolumen zu ändern.

Im Folgenden sei als erstes der Versuch mit Tiefdruckfarbe dargelegt. Im Anschluss die Auswertungen der Lichtstreuungsmessung und die Variationen der Blattvolumina.

3.3.1 Einsatz von Tiefdruckfarbe zur Ermittlung der Bindefläche

Der Ansatz der hier verfolgt wird ist, dass die Fasern durch die Farbe nur oberflächlich gefärbt werden und durch die Faserbindungen die Farbe nicht an die gebundenen Stellen gelangt, weshalb nach dem z-Festigkeit Versuch die gebundenen Stellen ungefärbt sein sollten und somit sichtbar werden.

Für die Färbung der Blätter wurde eine schwarze Tiefdruckfarbe verwendet. Eine Tiefdruckfarbe setzt sich normalerweise aus Originaldruckfarbe, Verschnitt⁷ und Lösungsmittel zusammen, da die gelieferte Originaldruckfarbe noch nicht druckfertig ist, muss man noch Lösungsmittel und Verschnitt zufügen [37].

Es wurden hierfür unvergautschte und vergautschte Blätter produziert. Die Blätter waren vor der Färbung fertig getrocknet. Für den Versuch wurde eine schwarze Tiefdruckfarbe verwendet. In der ersten Versuchsreihe wurde ein Verhältnis von 10 g Originaltiefdruckfarbe, 10 g Verschnitt und 80 ml Toluol (Lösungsmittel) verwendet. Bei der zweiten Versuchsreihe wurde das Verhältnis auf 1 g Originaltiefdruckfarbe und 99 ml Toluol (Lösungsmittel) geändert.

Die Probelblätter wurden für jeweils 1 min. in den Farbansatz getaucht, danach auf Löschkarton abgelegt und abgetupft. Anschließend wurden sie im Klimaraum klimatisiert.

⁷ Die Farbkonzentration wird mit Verschnitt eingestellt. Verschnitt besteht aus Harz und Lösemittel. Daher wird die Tiefdruckfarbe nicht dünnflüssiger, wenn man Verschnitt zusetzt: die Farbkonzentration wird aber herabgesetzt, die Farbe wird heller [35].

3.3.2 Färbung mit normalen Farbansatz

Für die erste Färbung wurden Blätter mit $50 \text{ g}/\text{m}^2$ und $40 \text{ g}/\text{m}^2$ produziert. Jeweils zwei gleich schwere Blätter wurden übereinanderlegen und im Blattrockner 10 min getrocknet.

Als Referenz wurden Blätter mit $100 \text{ g}/\text{m}^2$ und $80 \text{ g}/\text{m}^2$ gefertigt, welche dieselben Trockenzeiten hatten.

Es wurde folgender Farbansatz verwendet: 10 g Originaltiefdruckfarbe, 10 g Verschnitt und 80 ml Toluol (Lösungsmittel).

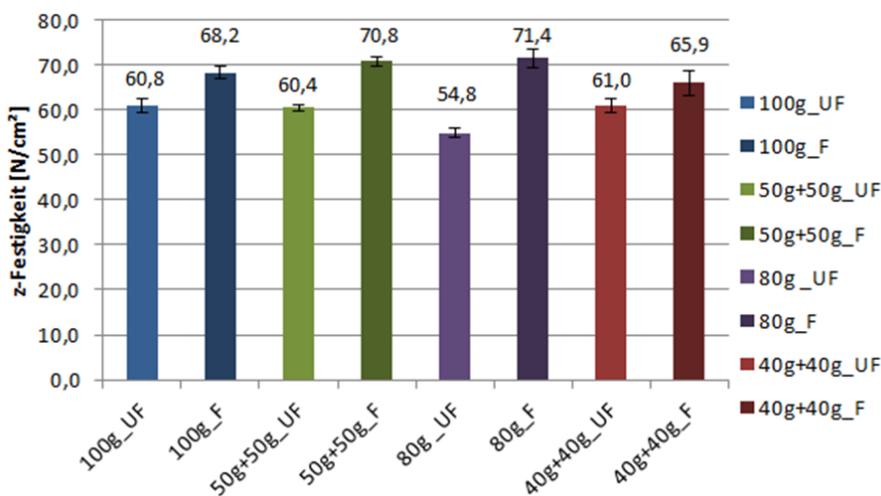
Die produzierten Blätter wurden nach Tab. 3.1 gefärbt und danach wie vorhin beschrieben behandelt. Zum Vergleich wurde die Hälfte der produzierten Blätter nicht gefärbt.

Tab. 3.1: Färbung 1

Benennung	Färbung	Färbezeit
$100 \text{ g}/\text{m}^2$	Farbansatz 1	1 min.
$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$		
$80 \text{ g}/\text{m}^2$		
$2 \cdot 40 \text{ g}/\text{m}^2$		

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Der Vergleich in Abb. 3.10 (a) der ungefärbten Blätter (UF) mit den gefärbten Blättern (F) zeigt das durch das Färben die z-Festigkeit gestiegen ist. Schon beim Verwenden der Tiefdruckfarbe fiel auf, das diese eine recht klebrige Eigenschaft aufweist, weshalb man den Anstieg der z-Festigkeit vermutlich der Klebrigkeit der Tiefdruckfarbe zuschreiben kann. Verstärkt wird diese Annahme durch die Ergebnisse des zweiten Farbansatzes, bei dem wesentlich weniger Tiefdruckfarbe zum Einsatz kam. Der Vergleich der ungefärbten Blätter miteinander, sowie der gefärbten Blätter miteinander zeigt keine großen Unterschiede hinsichtlich der z-Festigkeit. Dasselbe Ergebnis für ungefärbte Blätter mit unterschiedlichen Grammaturen liefert auch Abb. 3.28 Seite 47.



(a)

Nr.	Blattdicke [μm]	z-Festigkeit [N/cm²]
100g_UF	146,67	60,8
100g_F	142,00	68,2
50g+50g_UF	141,67	60,4
50g+50g_F	139,00	70,8
80g_UF	122,00	54,8
80g_F	117,33	71,4
40g+40g_UF	116,50	61,0
40g+40g_F	116,33	65,9

(b)

Abb. 3.10: (a) Einfluss des ersten Farbansatzes auf die z-Festigkeit; (b) Messergebnisse des ersten Farbansatzes.

Die gefärbten Blätter wurden schließlich noch mittels Flachbettscanner der Firma Epson und einem Auflicht-Mikroskop (IFM) der Firma Alicona untersucht. Für die bessere Vergleichbarkeit werden die Ergebnisse und Abbildungen dazu nach der Auswertung der zweiten Färbung präsentiert.

3.3.3 Färbung mit schwacher Farbkonzentration

Für den zweiten Färbeversuch wurden Blätter verwendet die auch für den Bindekraftversuch der Reihe 4 eingesetzt wurden. Die Laborblattherstellung erfolgte nach Tab. 3.2.

Als Referenz wurden ebenfalls Blätter mit $100 \text{ g}/\text{m}^2$ gefertigt, welche ebenso mit der Gautschrolle einmal bearbeitet wurden. Die anschließende Trockenzeit wurde ebenfalls nach Tab. 3.2 variiert.

Für die Färbung wurde dieselbe Originaltiefdruckfarbe wie in der ersten Färbung verwendet.

Der Farbansatz für diesen Färbeversuch war: 1 g Originaltiefdruckfarbe und 99 ml Toluol (Lösungsmittel). In diesem Ansatz wurde auf die Zugabe des Verschnittes verzichtet.

Tab. 3.2: Färbung 2

Benennung	Vergautschungsprozess	Trockenzeit	Färbung	Färbezeit
$100 \text{ g}/\text{m}^2$	einmal	0,5 min. Blattrockner - A	Farbansatz 2	1 min.
		1 min. Blattrockner - B		
		2 min. Blattrockner - C		
		4 min. Blattrockner - D		
$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$	einmal	0,5 min. Blattrockner - A	Farbansatz 2	1 min.
		1 min. Blattrockner - B		
		2 min. Blattrockner - C		
		4 min. Blattrockner - D		

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Wie bereits vorhin angedeutet, hat sich die z-Festigkeit zwischen gefärbten (F) und ungefärbten (UF) Blättern geringer geändert (Abb. 3.11), weshalb die Steigerung der z-Festigkeit im vorhergehenden Versuch der klebrigen Tiefdruckfarbe zuzuordnen ist. Zusätzlich wurde kontrolliert ob durch das Lösungsmittel (Toluol) eine Faserquellung stattfindet. Anhand der Ergebnisse aus Abb. 3.11 (b) Abb. 3.12 (b) kann man erkennen, dass es zu unterschieden in der Dichte kommt. Da aber die Dichteschwankungen in den Bereichen der jeweils dazugehörigen Vergleichsblätter-Konfidenzintervalle (95%) liegt ist die Dichteschwankung nicht direkt einer Faserquellung zuzuordnenbar.

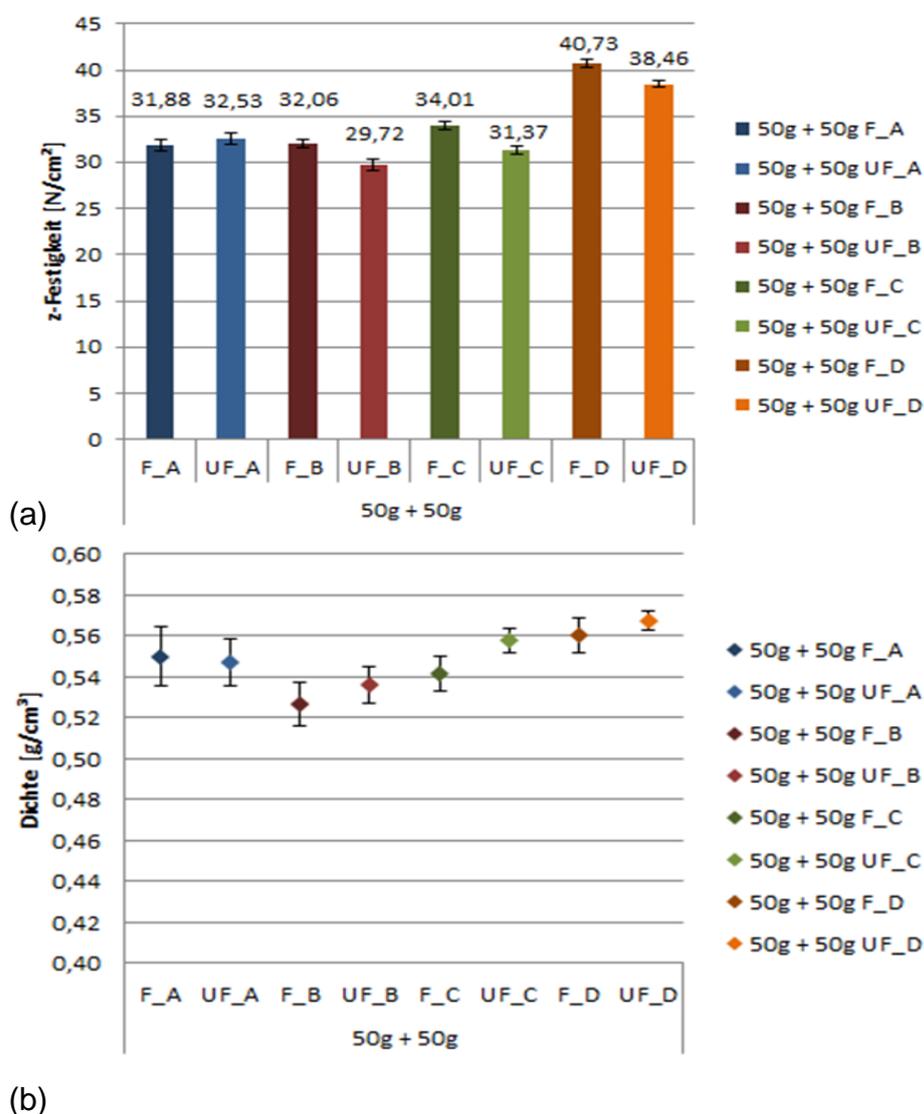


Abb. 3.11: 2-lagige Blätter: (a) Veränderung der z-Festigkeit aufgrund des 2.ten Farbanstriches (b) Dichteänderungen

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Im Gegensatz zu den 2-lagigen Blättern ($2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$) sind die z-Festigkeiten der 1-lagigen Blätter ($100 \text{ g}/\text{m}^2$) von den Trocknungszeiten unbeeinflusst (Abb. 3.12).

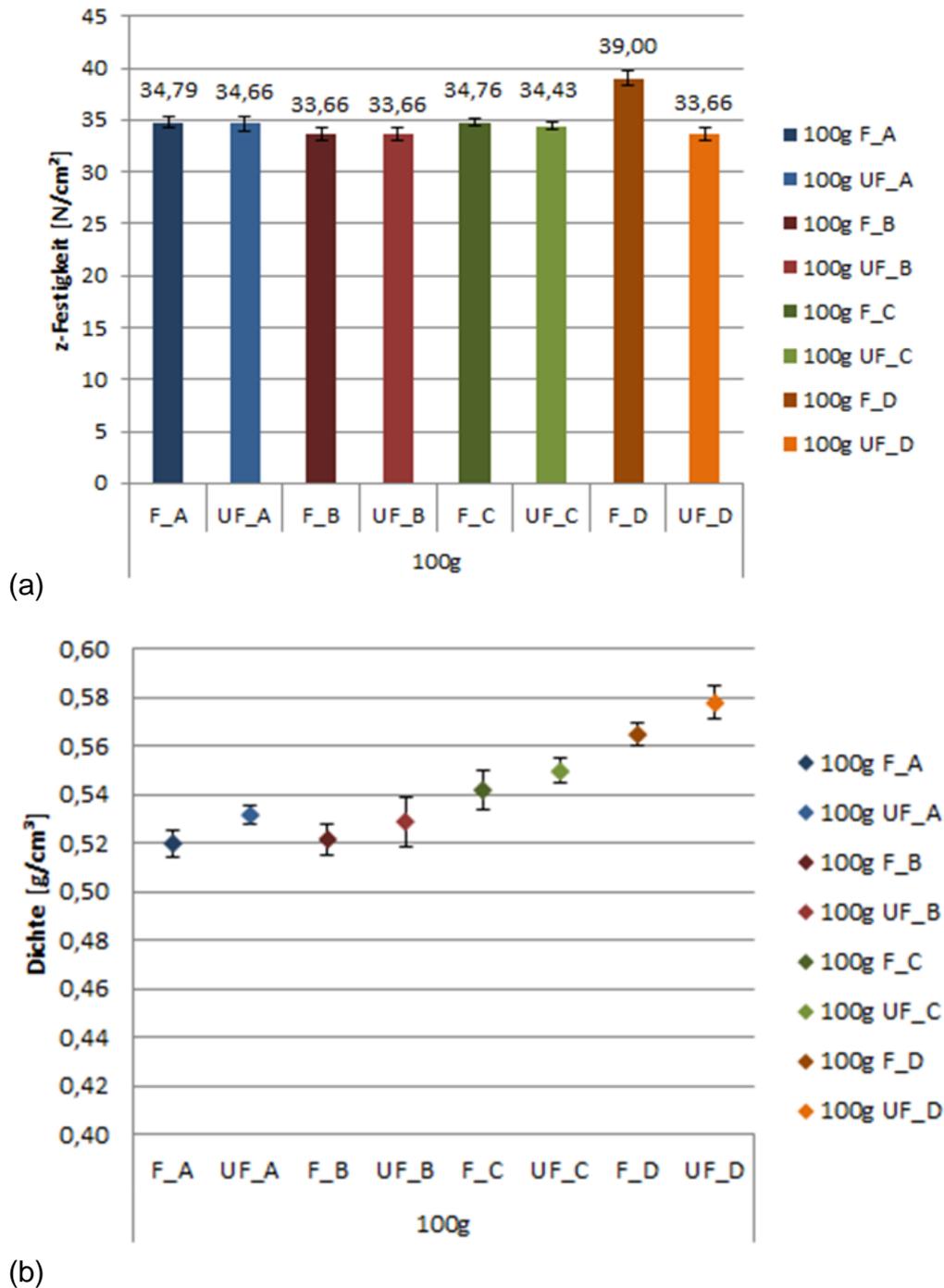


Abb. 3.12: 1-lagige Blätter: (a) Veränderung der z-Festigkeit aufgrund des 2.ten Farbansatzes (b) Dichteänderungen

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

In folgenden Tabellen ist die Zusammenfassung der dazugehörigen Messergebnisse.

Tab. 3.3: Messergebnisse des 2.ten Farbansatzes der $100 \frac{g}{m^2}$ und $2 \cdot 50 \frac{g}{m^2}$ Blätter

		Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	z-Festigkeit [N/cm^2]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
50g + 50g	F_A	192,00	0,5498	31,88	318,75	91,33
	UF_A	190,30	0,5472	32,53	325,22	88,95
	F_B	198,00	0,5268	32,06	320,68	105,10
	UF_B	193,15	0,5362	29,72	297,24	89,63
	F_C	192,50	0,5416	34,01	340,12	113,03
	UF_C	186,00	0,5580	31,37	313,58	107,83
	F_D	183,83	0,5605	40,73	407,26	112,90
	UF_D	182,55	0,5674	38,46	384,46	114,68

(a)

		Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	z-Festigkeit [N/cm^2]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
100g	F_A	200,33	0,5201	34,79	347,75	112,00
	UF_A	196,80	0,5318	34,66	346,75	107,44
	F_B	200,83	0,5217	33,66	336,62	92,85
	UF_B	196,90	0,5291	33,66	336,61	99,65
	F_C	187,83	0,5420	34,76	347,74	99,57
	UF_C	185,40	0,5497	34,43	344,38	100,19
	F_D	179,17	0,5649	39,00	390,06	100,46
	UF_D	177,40	0,5779	33,66	336,61	109,00

(b)

Aufgrund der Ergebnisse der Färbungen kann man sehen, dass die verwendete Farbe einen Einfluss auf die z-Festigkeit hat. Es wurden z-Festigkeitssteigerungen von 8% bis 30% im ersten Farbansatz und 6% bis 16% beim zweiten Farbansatz erzielt, welche der verwendeten Tiefdruck Farbe zuzuschreiben sind, da diese eine recht klebrige Eigenschaft aufwies.

Da sich in Abb. 3.12 (a) die z-Festigkeiten bei kurzer Zeit im Blattrockner kaum veränderten, bei vier Minuten es jedoch zu einem sichtbarer Anstieg kommt hat die Hitze im Blattrockner eventuell auch einen Einfluss auf die Farbe.

3.3.4 Analyse mittels Scanner

Im ersten Anlauf wurden die Blätter, welche mit dem ersten Farbansatz gefärbt wurden mit einem Epson Flachbettscanner mit 1600 dpi gescannt. Die helleren Stellen der gescannten Bilder waren leider nicht wie erhofft die vor dem Zerreißen die gebundenen Flächen, sondern Lichtreflexionen durch den Scanvorgang. Dies wurde dadurch bestätigt, in dem die Originaltestfläche dreimal um jeweils 90° weitergedreht gescannt wurde. Wären die hellen Stellen die gebundenen Flächen gewesen, so müsste man 4 Bilder bekommen, an denen die gleichen Stellen jeweils um 90° gedreht, hell erscheinen.



Abb. 3.13: Epson Flachbettscanner

Für den schnelleren Vergleich wurden die gedrehten Scans per Bildbearbeitungsprogramm auf die Ausgangsposition zurückgedreht.

Die im Folgenden Abgebildeten Scan (Abb. 3.14) kann man somit direkt vergleichen und wie man sieht sind die hellen Stellen auf allen 4 Bildern immer anders angeordnet, weshalb mittels normalem Scannen die Bindeflächen nicht sichtbar gemacht werden können.

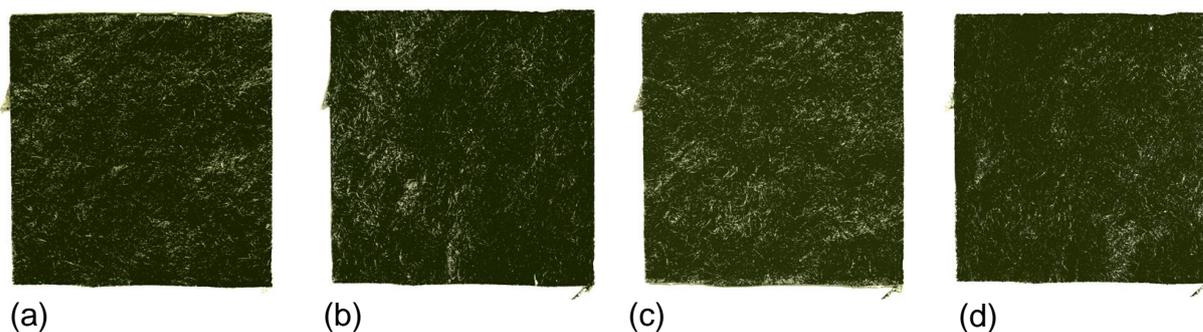


Abb. 3.14: Scanaufnahmen (a) Original; (b) Blatt um 90° im Uhrzeiger gedreht; (c) Blatt um 180° gedreht; (d) Blatt um 270° im Uhrzeiger gedreht

3.3.5 Analyse mittels Infinite-Focus-Mikroskop (IFM)

Da die Scan Ergebnisse nicht das gewünschte Resultat ergaben erfolgte die Auswertung und der Vergleich der Färbungen noch mittels Auflicht-Mikroskop (IFM).

Durch den Scanner, welcher eine gerichtete Beleuchtung aufweist bekam man nur Schatten und Glanzstellen als Ergebnis (siehe dazu Abb. 3.14). Das Auflicht-Mikroskop mit Ringlicht besitzt im Gegensatz dazu eine diffuse Beleuchtung, weshalb keine Schatten und Glanzstellen zu sehen sein sollten. Zum Einsatz kam das 5 x Objektiv welches noch mit einem Ringlicht versehen wurde.

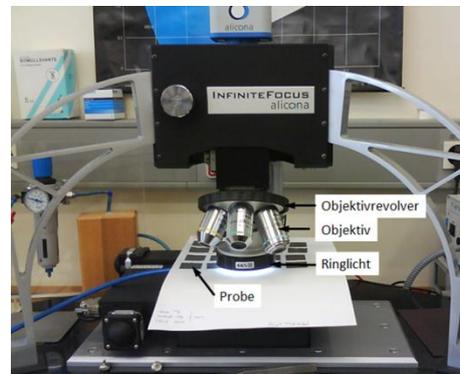


Abb. 3.15: Auflicht-Mikroskop

In den ersten beiden Abbildungen (Abb. 3.16 und Abb. 3.17) wurden die ungetesteten Blätteroberflächen welche mittels ersten Farbansatz (hohe Farbkonzentration) gefärbt wurden im Mikroskop gescannt. Es wurde eine Fläche von 4x4mm gescannt. Das Mikroskop fertigt selbständig entsprechend kleine Detailbilder an, welche am Ende zusammengesetzt die gewünschte Fläche ergibt. Die Rasterung wurde in den Ausschnittbildern skizziert (jeweils in den Abbildungen (a)). Für die Auswertung analysiert man die Detailbilder (siehe Abbildungen (b)), da diese eine bessere Auflösung haben.

Wie man in den Abb. 3.16 und Abb. 3.17 sehen kann sind die Blattoberflächen vollflächig gefärbt, die Fasern haben die Farbe gut angenommen.

Die darauf folgenden zwei Abbildungen (Abb. 3.18 und Abb. 3.19) sind die gescannten Bilder der Blätter nach dem z-Festigkeitsversuch. Es wurde der Bereich gescannt in dem das Blatt gerissen ist. Die in diesen Bildern sichtbaren helleren Bereiche sollen nun die Stellen zeigen an denen die Fasern gebunden waren, da an diese Stellen beim Färben kein Farbstoff kommen sollte. Die Abb. 3.20 zeigt die Bilder vom zweiten Farbansatz in der Rissebene nach dem z-Festigkeitsversuch. Wie man sehen kann war die Farbmischung deutlich schwächer, die Bilder ähneln sehr den Bildern (Abb. 3.21) in denen kein Farbstoff verwendet wurde. Zum direkten Vergleich wurde in Abb. 3.22 die unterschiedlichen Bilder nebeneinandergestellt.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

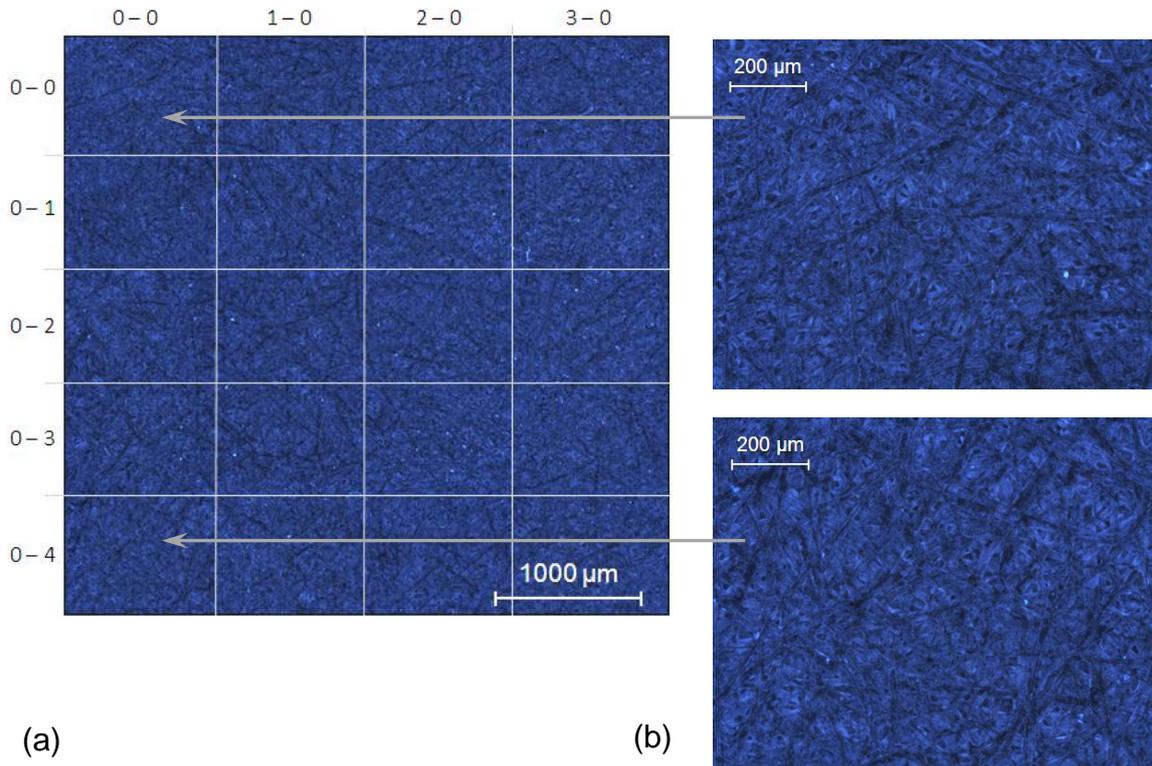


Abb. 3.16: IFM Aufnahme der Oberfläche eines mittels ersten Farbansatz gefärbten $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

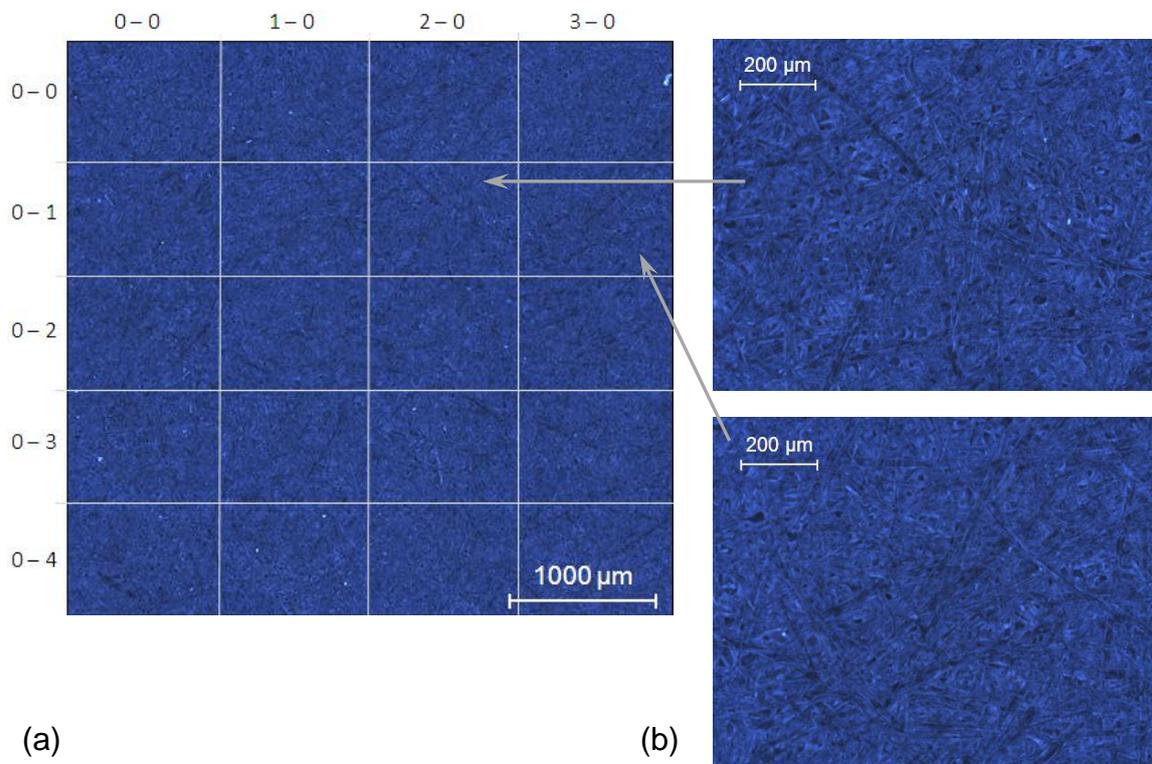


Abb. 3.17: IFM Aufnahme der Oberfläche eines mittels ersten Farbansatz gefärbten 100 g/m^2 Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

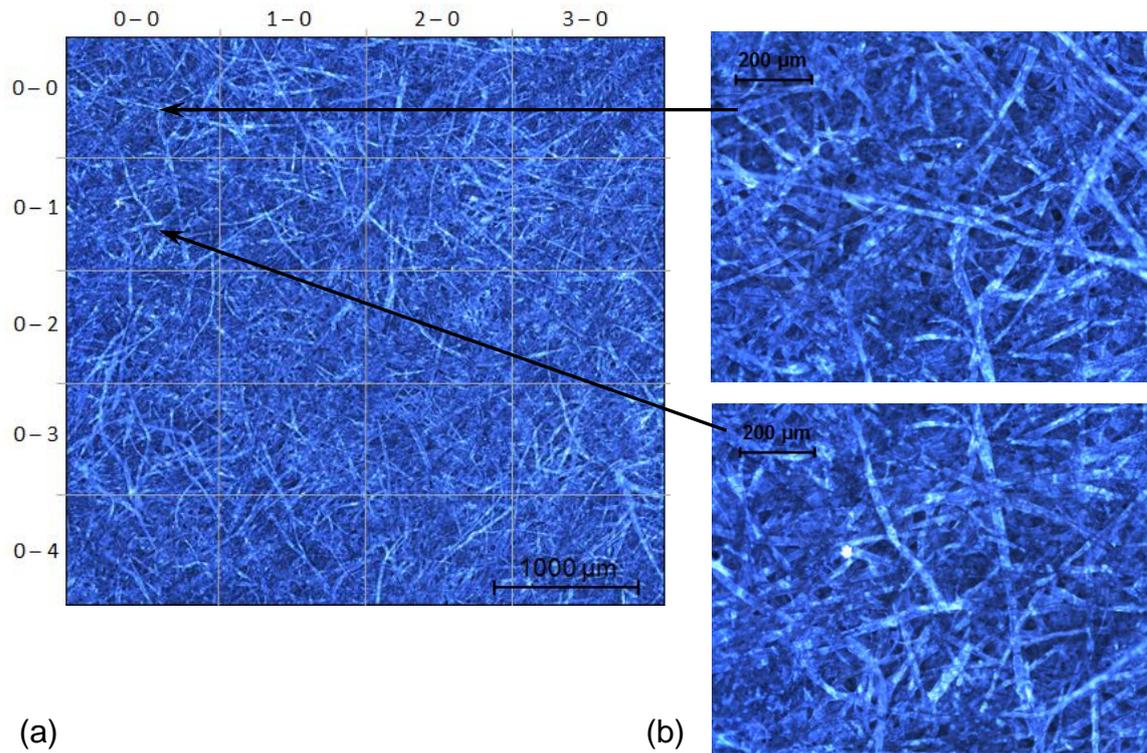


Abb. 3.18: IFM Aufnahme eines mittels ersten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen $2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

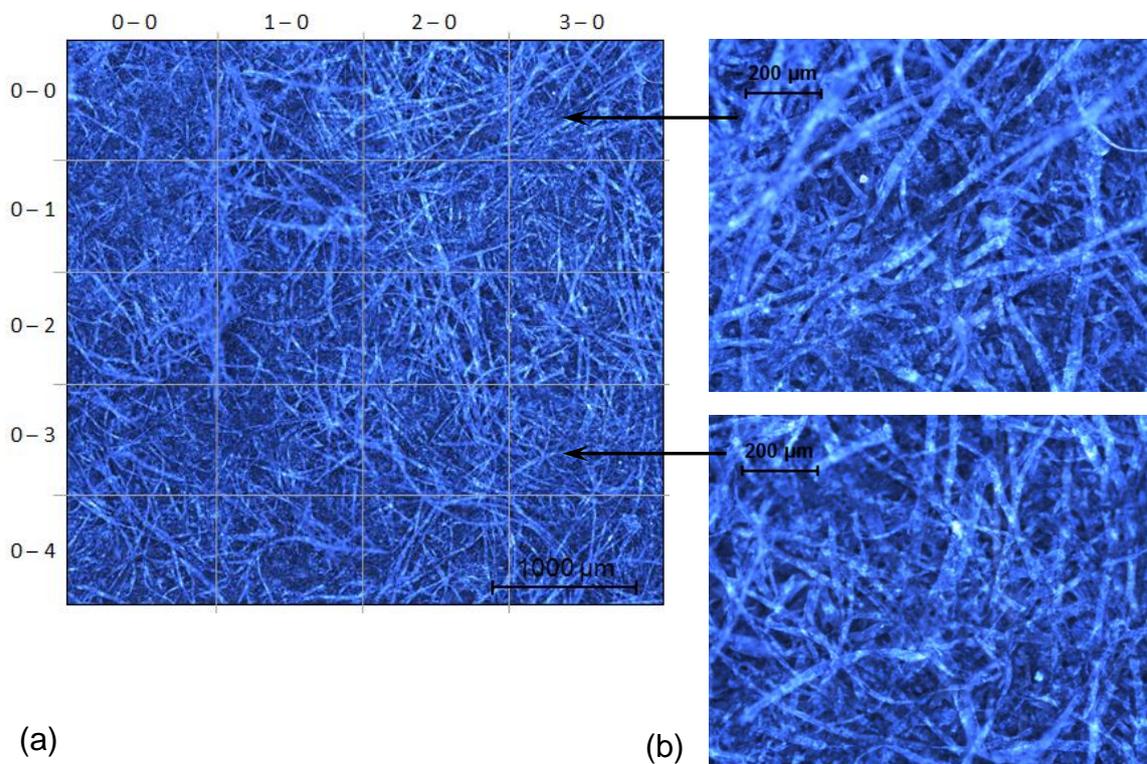


Abb. 3.19: IFM Aufnahme eines mittels ersten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen $100 \text{ g}/\text{m}^2$ Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

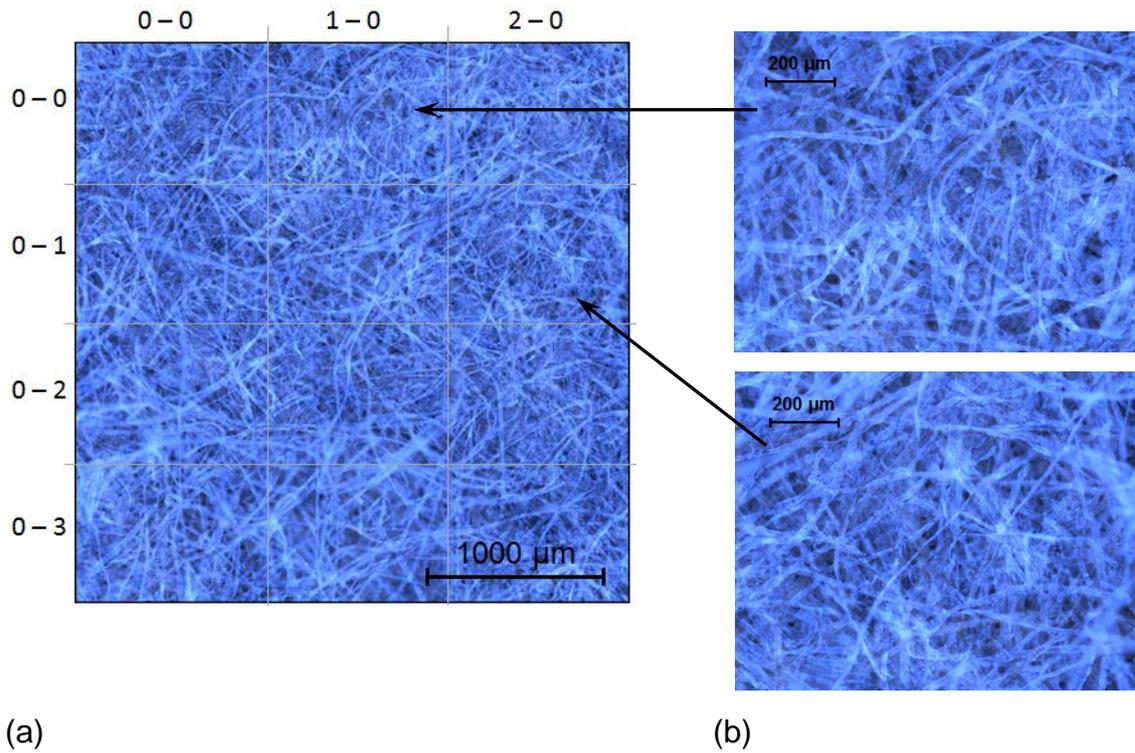


Abb. 3.20: IFM Aufnahme eines mittels zweiten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blattes. (a) 3x3mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

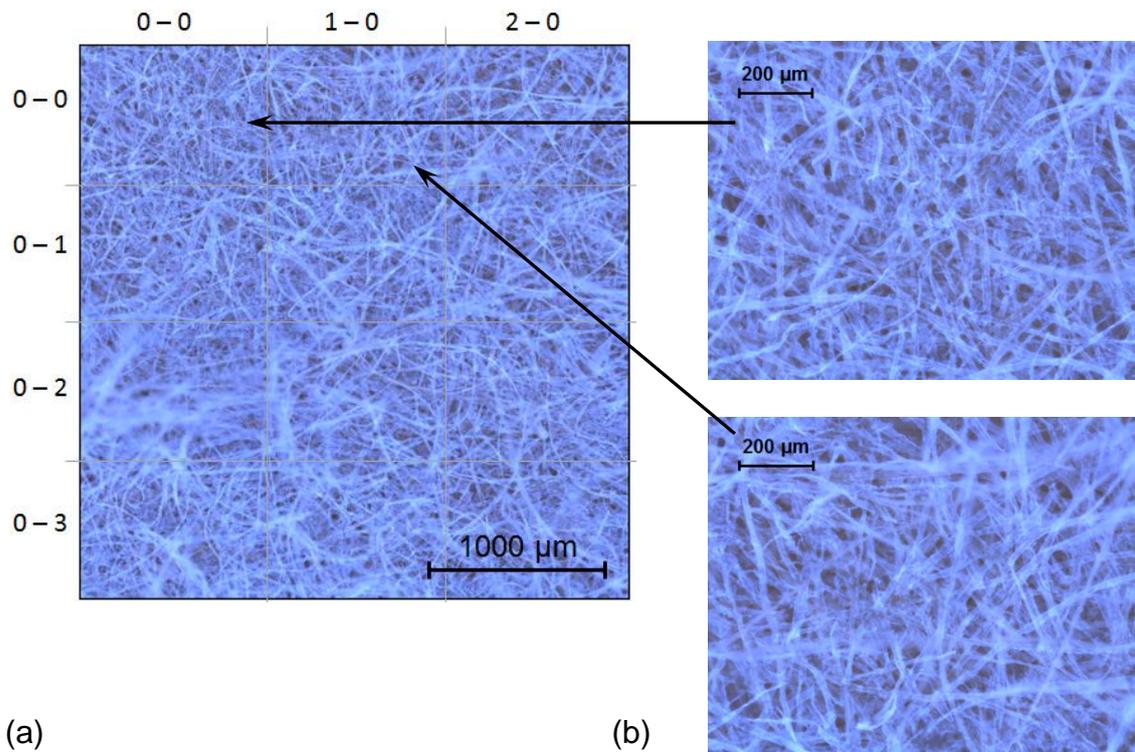
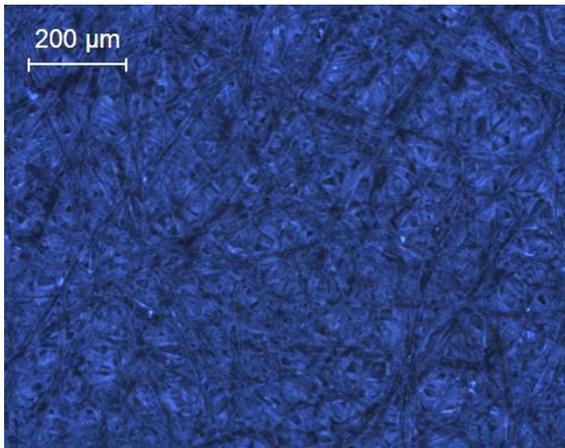


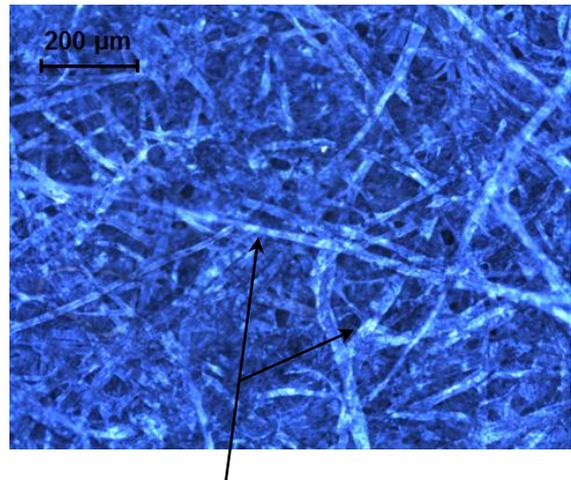
Abb. 3.21: IFM Aufnahme eines Probeblattes ungefärbt (Nr. 5-A) und in z-Richtung gerissenen $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blattes. (a) 3x3mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Im direkten Vergleich kann man nun gut sehen, dass das Bild in (b) deutlich hellere Stellen besitzt als die beiden anderen aus den Rissebenen ((c) und (d)). In Bild (b) wurden ein paar der hellen Stellen markiert. Diese Flächen sollen die Bereiche darstellen an denen die Fasern miteinander verbunden waren und deswegen kein Farbstoff an diese Stellen kam.

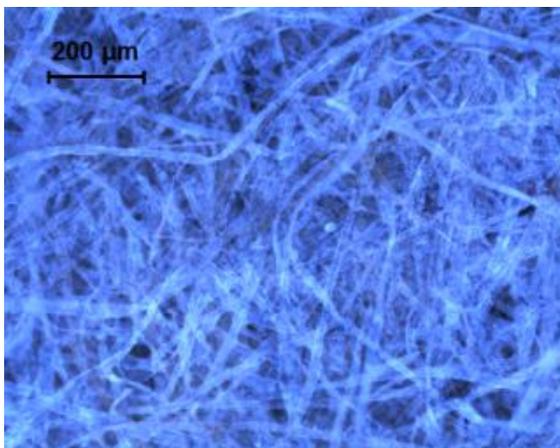


(a) 0-4 Raster Feld

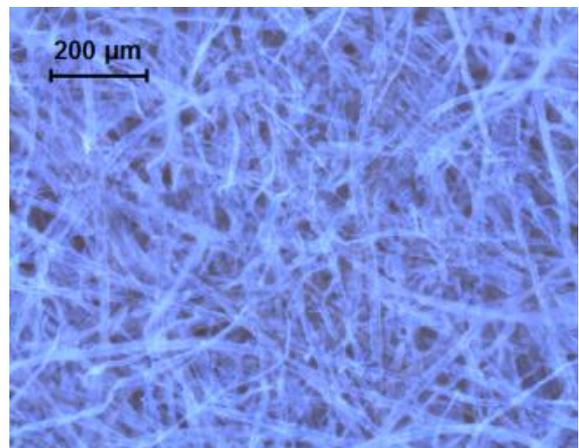


Gebundene Flächen

(b) 0-0 Raster Feld



(c) 1-0 Raster Feld



(d) 0-0 Raster Feld

Abb. 3.22: Direkter Vergleich der $2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ Blättern: (a) Blattoberfläche, 1.ter Farbansatz; (b) Rissebene, 1.ter Farbansatz; (c) Rissebene, 2.ter Farbansatz; (d) Rissebene, ungefärbtes Blatt.

Ableitend aus den in Abb. 3.22 gezeigten Bildern kann man sehen, dass in Bild (b) die Bindeflächen teilweise sichtbar sind. Hier wurde eine hohe Farbkonzentration verwendet. Im Bild (c), bei dem die Farbkonzentration geringer war, sind die Bindeflächen kaum sichtbar.

Für eine genauere Überprüfung müssten die exakt gegenüberliegende Stellen ebenfalls gescannt werden, um diese beiden Bilder übereinanderlegen zu können, um festzustellen, ob die Bindeflächen übereinstimmen.

Die Schwierigkeit, die sich nun durch Ermittlung der Bindeflächen für gefärbte Blätter ergibt, ist die genaue Berechnung der Bindefläche, da es keine scharfe Abgrenzung zwischen den hellen Stellen, welche die Bindefläche darstellen, und den dunkleren Stellen gibt. Eine qualitative Auswertung wäre somit kompliziert.

Des Weiteren hatte die verwendete Farbe einen Einfluss auf die z-Festigkeiten, deswegen müsste man um diese Werte mit ungefärbten Blättern vergleichen zu können den Effekt des Einflusses herausrechnen.

3.3.6 Lichtstreuungskoeffizient und Variationen der Blattvolumina

Von den Blättern, die nach dem Versuchsaufbau Reihe 4, 5, 6 und 7 (Tab. 3.10 Seite 53, Tab. 3.11 Seite 53, Tab. 3.12 Seite 57 und Tab. 3.14 Seite 61) gefertigt wurden, ist der Lichtstreuungskoeffizient gemessen worden. Dabei wurde der Lichtstreuungskoeffizient gegen die Dichte aufgetragen. Die Veränderung der Papierdichte wurde durch den Druck des Blattrockners (~95 kPa) und der Verweilzeit im Blattrockner erreicht, bzw. durch freie Trocknung an der Luft zwischen den Trägerkartons im Klimaraum.

Anhand der Messergebnisse aus Abb. 3.23 (b) und (c) wird ersichtlich, dass der Streukoeffizient mit steigender Dichte und Erhöhung der Trocknungszeit im Blattrockner tendenziell absinkt. Die große Streuung bei den Messergebnissen der Lichtstreuung ist aufgrund der zu geringen Menge an Probeblätter.

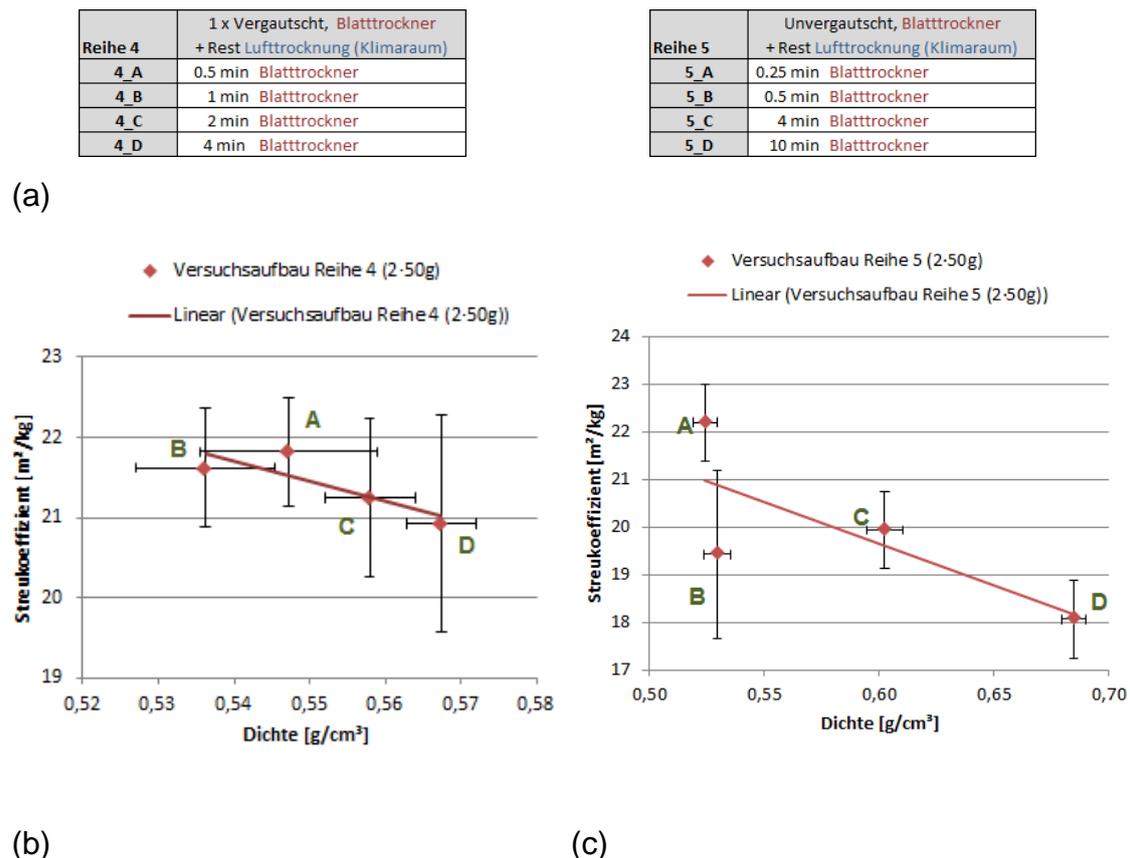


Abb. 3.23: Auswirkungen der unterschiedlichen Trocknungszeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten: (b) geringe Änderung der Trocknungszeit; (c) große Änderung der Trocknungszeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 5

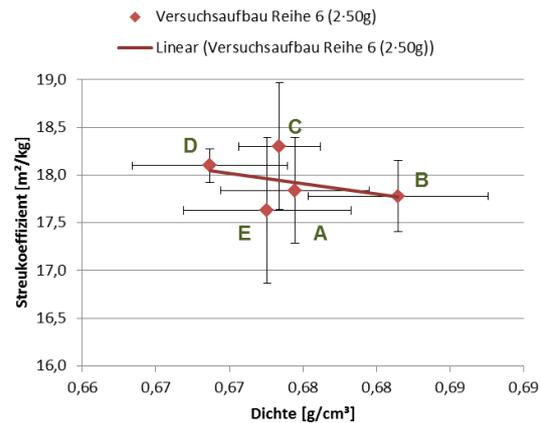
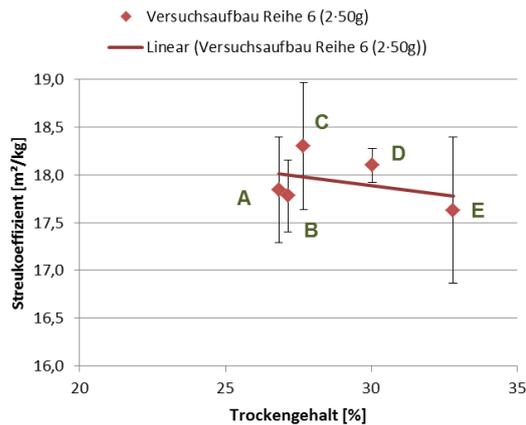
3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Beim Versuchsaufbau Reihe 6 sinkt der Lichtstreuungskoeffizient durch Variation des Trockengehaltes vor dem Vergautschen ebenfalls ab. Aus Abb. 3.24 kann man erkennen, dass die Auswirkungen marginal sind.

Würde man den Messpunkt E, welcher eine sehr große Streuung besitzt heraus nehmen, so wäre der Trend des Abfallens weg. Durch die kaum variierenden Dichte verändert sich die Lichtstreuung ebenfalls nicht, dies ist ein Ergebnis was man erwartet.

Reihe 6	Unvergautscht, Löschkarton (Klimaraum), 4xVergautscht, 10 min Blattdrockner
6_A	5 min Löschkarton (Klimaraum)
6_B	10 min Löschkarton (Klimaraum)
6_C	15 min Löschkarton (Klimaraum)
6_D	30 min Löschkarton (Klimaraum)
6_E	60 min Löschkarton (Klimaraum)

(a)



(b)

(c)

Abb. 3.24: Einfluss unterschiedlicher Vortrocknungszeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten in Abhängigkeit (b) Trockengehalt; (c) Papierdichte; (a) Versuchsaufbau Reihe 6

Die Ergebnisse der Lichtstreuungskoeffizienten der unterschiedlichen Versuchsaufbau Reihen werden nachfolgend miteinander verglichen.

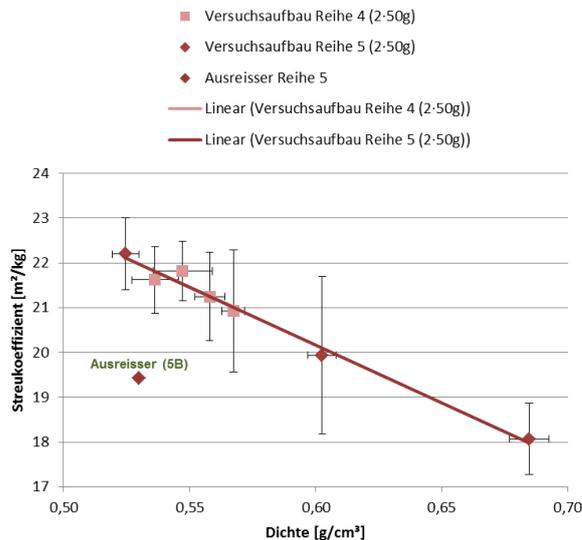
3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Aus der Abb. 3.25 wird sichtbar dass der Versuchsaufbau Reihe 5, bei dem die Trockenzeiten stark verändert wurden, die größere Veränderung in Lichtstreuungskoeffizienten bei Variation der Dichte aufweist. Beim Versuchsaufbau Reihe 4 konnte auf Grund der kürzeren Variation der Trocknungszeiten nicht so eine starke Veränderung festgestellt werden. Entfernt man den Ausreißer, Messpunkt 5B aus der Auswertung, so sind die Linearisierungen der Versuchsreihen 4 und 5 deckungsgleich.

Reihe 4	1 x Vergautscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
4_A	0,5 min Blattrockner
4_B	1 min Blattrockner
4_C	2 min Blattrockner
4_D	4 min Blattrockner

Reihe 5	Unvergautscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
5_A	0,25 min Blattrockner
5_B	0,5 min Blattrockner
5_C	4 min Blattrockner
5_D	10 min Blattrockner

(a)



	Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	Streukoeffizient [m^2/kg]
4_A	190,30	0,547193	21,82
4_B	193,15	0,536242	21,62
4_C	186,00	0,557963	21,25
4_D	182,55	0,567383	20,93
5_A	198,47	0,524592	22,2
5_B	196,13	0,529946	19,43
5_C	176,60	0,602620	19,94
5_D	148,27	0,684754	18,07

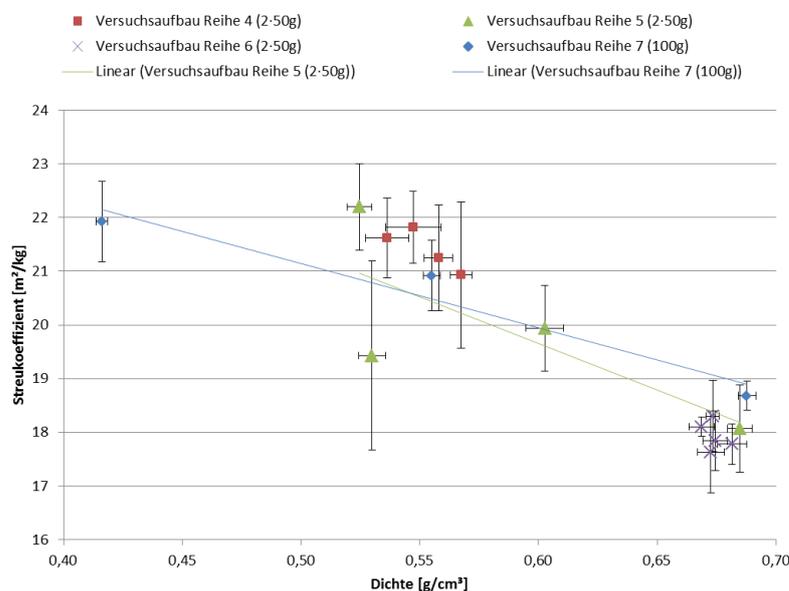
(b)

(c)

Abb. 3.25: (b) Einfluss der Trockenzeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten und (c) dazugehörige Messergebnisse; (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 5

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Anhand des Vergleichs des Versuchsaufbaues Reihe 5 und Reihe 7 (siehe in Abb. 3.26 (a)) kann man sehen, dass der Lichtstreuungskoeffizienten zwischen 1-lagigen und 2-lagigen Laborblättern nicht sehr unterschiedlich ist. Bei kürzeren Trocknungszeiten ergeben 1-lagige Blätter einen höheren Lichtstreuungskoeffizienten als 2-lagige Blätter. Je länger die Zeit im Blattrockner, desto geringer ist der Unterschied zwischen den 1- und 2-lagigen Blättern. Die Auswirkungen eines erhöhten Trocken gehaltes vor dem Vergautschen (Versuchsaufbau Reihe 6) haben weder einen Einfluss auf die Dichte, noch auf den Lichtstreuungskoeffizienten.



	Dicke [μm]	Dichte [g/cm³]	Streukoeffizient [m²/kg]
4_A	190,30	0,547193	21,82
4_B	193,15	0,536242	21,62
4_C	186,00	0,557963	21,25
4_D	182,55	0,567383	20,93
5_A	198,47	0,524592	22,2
5_B	196,13	0,529946	19,43
5_C	176,60	0,602620	19,94
5_D	148,27	0,684754	18,07
6_A	147,30	0,674463	17,84
6_B	148,50	0,681472	17,78
6_C	147,30	0,673415	18,30
6_D	149,10	0,668682	18,10
6_E	149,10	0,672579	17,63
7_A	254,15	0,416160	21,93
7_B	191,65	0,555055	20,92
7_C	151,13	0,687877	18,68

(a)

(b)

Abb. 3.26: Vergleich des Versuchsaufbaues Reihe 4 bis 7: (a) Lichtstreuungskoeffizienten; (b) Messergebnisse

Es ergibt sich ein guter Zusammenhang zwischen Lichtstreuungskoeffizienten und der Dichte. Beide Messwerte dürften daher brauchbare Näherungswerte für die Bindefläche im Blatt sein.

3.4 Versuche zur Modifikation der Bindefläche

3.4.1 Variation der Grammaturen

In der ersten Versuchsreihe galt es eine Grammatur zu ermitteln, ab welcher man reproduzierbar, vergautschte Laborblätter produzieren kann.

Es wurden 2 Laborblätter mit jeweils 50 g/m^2 , 40 g/m^2 , 30 g/m^2 , 25 g/m^2 und 20 g/m^2 produziert und anschließend mit einer Gautschrolle viermal vergautscht (Abb. 3.4 und Abb. 3.5). Es entstanden dadurch 2-lagige Blätter. Die anschließende Trockenzeit betrug 10 Minuten im Blattrockner bei 92°C .

Als Referenz wurden unvergautschte Blätter mit 100 g/m^2 , 80 g/m^2 , 60 g/m^2 , 50 g/m^2 und 40 g/m^2 gefertigt, welche ebenfalls 10 Minuten im Blattrockner bei 92°C getrocknet wurden (Tab. 3.4). Die Entwässerungszeit am Sieb betrug 15 sec.

Tab. 3.4: Versuchsaufbau Reihe 1

Vergautschte Blätter	Referenzblätter	Vergautschungsprozess	Trocknung
$2 \cdot 20 \text{ g/m}^2$	40 g/m^2	viermal	10 min. Blattrockner
$2 \cdot 25 \text{ g/m}^2$	50 g/m^2		
$2 \cdot 30 \text{ g/m}^2$	60 g/m^2		
$2 \cdot 40 \text{ g/m}^2$	80 g/m^2		
$2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$	100 g/m^2		

Wie man an den folgenden Bildern (Abb. 3.27) erkennen kann, nahm die Zerstörung der Formation bei den leichteren Grammaturen zu. Erst die vergautschten Blätter mit $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ brachten reproduzierbare Ergebnisse. Aufgrund dessen wurden für die folgenden Untersuchungen Blätter mit 100 g/m^2 in Summe produziert. Nach *Koubaa* und *Koran* [2] empfiehlt es sich ebenfalls 100 g/m^2 zu wählen, da ab diesem Flächengewicht konstante Werte für die innere Bindekraft (IBS) zu erwarten sind.

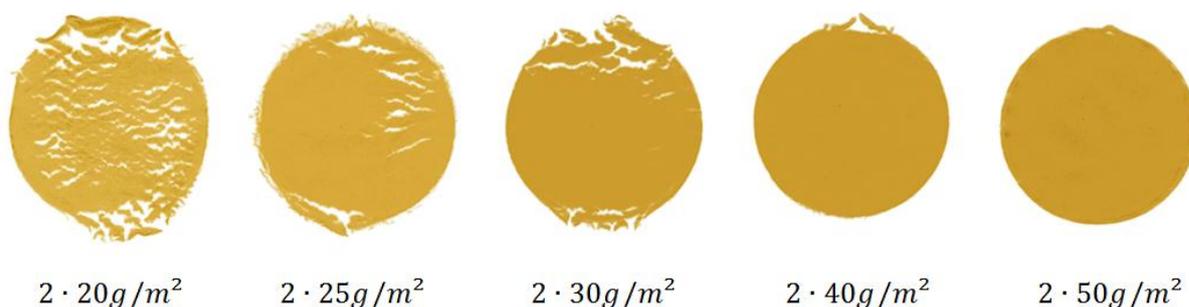


Abb. 3.27: Laborblätter unterschiedlicher Grammatur

Nur von den $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$, $2 \cdot 40 \text{ g/m}^2$, $2 \cdot 30 \text{ g/m}^2$ vergautschten Probeblättern war es möglich Teststreifen für z-Festigkeit Versuche herauszuschneiden.

Anhand des Versuches wurde auch getestet ob die Grammatur einen Einfluss auf die z-Festigkeit hat. Es wurden die vergautschten Blätter und die unvergautschten Referenzblätter getestet. Dadurch konnte auch untersucht werden, inwiefern die Vergautschung einen Einfluss auf die z-Festigkeit hat, indem die Vergautschten Blätter mit den Referenzblättern verglichen wurden. Das Ergebnis dazu sieht man in Abb. 3.28.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Wie man anhand Abb. 3.28 sehen kann, gibt es keinen wesentlichen Einfluss durch die Grammatur. Ebenso ist kaum ein Unterschied zwischen vergautschten und unvergautschten Blättern sichtbar. Messungen von *Girlanda* und *Fellers* sowie *Anderesson* und *Fellers* [38, 39] mit Zellstoff und thermomechanischem Holzstoff (TMP) ergaben für Grammaturen ab 60 g/m^2 ebenfalls nahezu konstante Werte.

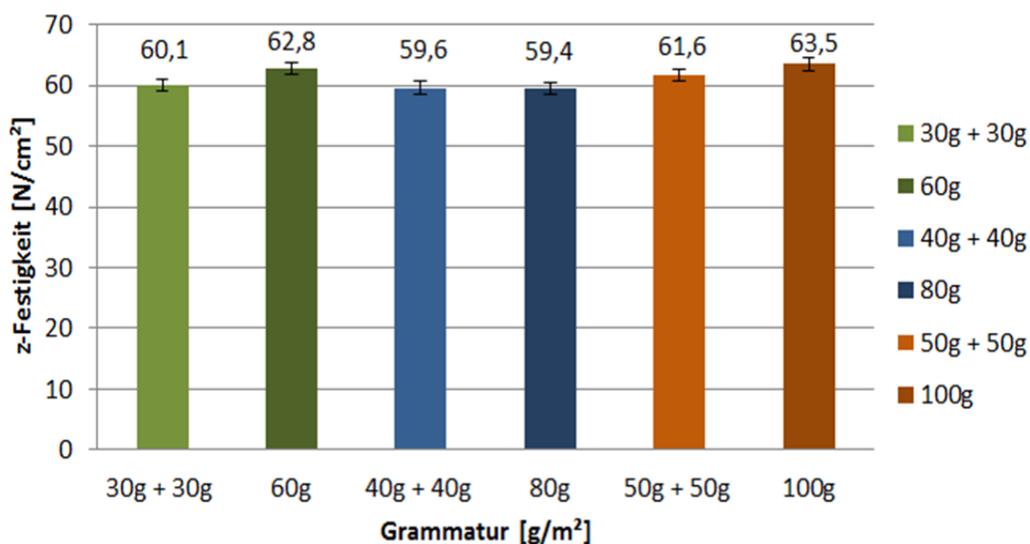


Abb. 3.28: Einfluss der Grammatur und der Vergautschung auf die z-Festigkeit

Tab. 3.5: Messergebnisse für z-Festigkeit

	Dicke [μm]	Konfidenzintervall Dicke	z-Festigkeit [N/cm²]	Konfidenzintervall z-Festigkeit	z-Festigkeit [kPa]
30g + 30g	89,00	1,38590	60,1	1,01573	601,0
60g	93,60	1,32931	62,8	1,04799	628,5
40g + 40g	112,60	1,92036	59,6	1,00768	595,6
80g	117,60	1,32931	59,4	1,16904	594,0
50g + 50g	143,40	2,20005	61,6	1,59561	616,0
100g	145,20	1,99878	63,5	1,49664	634,8

Schlussfolgernd ergab sich, dass vergautschte Blätter ab $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ reproduzierbare Ergebnisse brachten. Durch die Verwendung unterschiedlicher Grammaturen konnte kein wesentlicher Einfluss auf die z-Festigkeit nachgewiesen werden.

3.4.2 Variation des Vergautschungsvorgangs und der anschließenden Trocknung

Um den Einfluss des Vergautschen und der Trocknung zu testen wurden Blätter mit $2 \cdot 50 \frac{g}{m^2}$ produziert. Die Entwässerungszeit für alle Blätter wurde auf 30 Sekunden angehoben um den Vergautschungsprozess zu verbessern.

Nach dem Abschlagen wurde eine Hälfte der Versuchsblätter zweimal vergautscht, die andere Hälfte der Versuchsblätter wurde nur übereinander gelegt.

Von beiden produzierten zweilagigen Blätterstapeln wurde nun wiederum ein Teil 10 Minuten im Blatttrockner bei 92 °C getrocknet, während der andere Teil frei an der Luft im Klimaraum trocknen konnte. Zur Übersicht siehe Tab. 3.6.

Tab. 3.6: Versuchsaufbau Reihe 2

Benennung	Vergautschungsprozess	Trocknung
$2 \cdot 50 \frac{g}{m^2}$	unvergautscht	frei an der Luft
		10 min. Blatttrockner
$2 \cdot 50 \frac{g}{m^2}$	zweimal vergautscht	frei an der Luft
		10 min. Blatttrockner

Es ergaben sich durch die zwei unterschiedlichen Trocknungsarten große Unterschiede in den Blattdicken sowie in der z-Festigkeit. Die Proben im Blattbildungstrockner (Bauart Rapid-Köthen) wurden bei einer Temperatur von 92 °C und einem Druck von ~95 kPa getrocknet. Die Blätter im Klimaraum unter dem ISO-Normklima (Temperatur von 23°C und eine Luftfeuchtigkeit von 50%).

Durch den Druck im Blattbildungstrockner wurde das Blatt verdichtet und seine Dicke reduziert. Dafür wurde seine Festigkeit in z-Richtung erhöht. Die Auswirkungen kann man in Abb. 3.29 sehen.

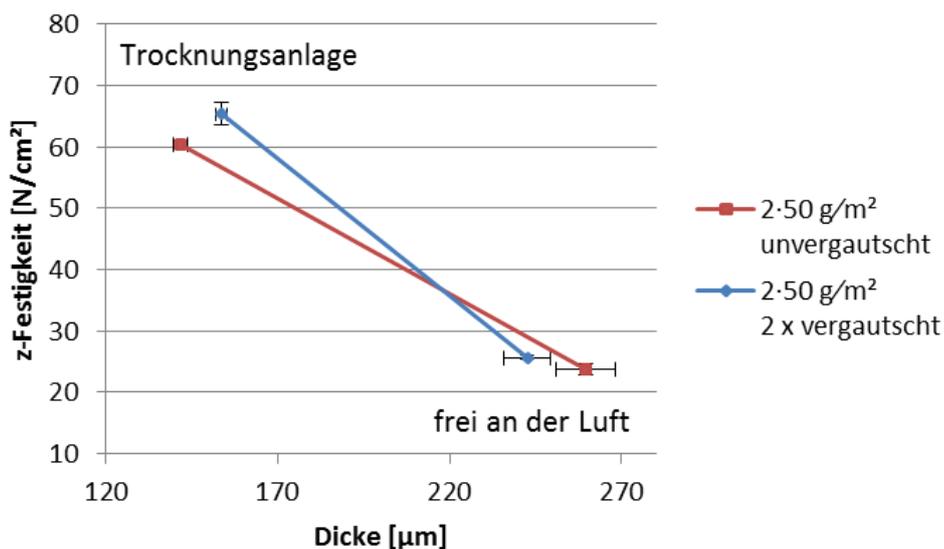


Abb. 3.29: Vergleich von Trocknungsarten

Tab. 3.7: Messergebnisse zu Trocknungsarten

		Blattdicke [µm]	Konfidenzintervall Dicke	z-Festigkeit Mittelwert [N/cm²]	Konfidenzintervall z-Festigkeit	z-Festigkeit [kPa]
2·50 g/m² unvergautsch	frei an der Luft	259,60	8,65	23,80	0,96	238,16
	Trocknungs- anlage	141,67	1,94	60,43	0,76	604,18
2·50 g/m² 2 x vergautsch	frei an der Luft	242,60	6,92	25,60	0,35	255,90
	Trocknungs- anlage	153,60	1,71	65,35	1,80	653,47

Durch den Vergautschungsvorgang ergab sich kaum ein Einfluss auf die z-Festigkeit. Die Auswirkungen der unterschiedlichen Trocknungsmethoden waren wesentlich bedeutender.

3.4.3 Variation des Vergautschungsvorganges

Parallel zum Versuchsaufbau Reihe 2 wurde ein Versuch gestartet, der den Einfluss des Vergautschungsvorganges auf die Bindekraft untersucht.

Es wurden wieder jeweils zwei $50 \frac{g}{m^2}$ Blätter zusammengefügt, wobei der Vorgang des Vergautschens variiert wurde. Siehe dazu Tab. 3.8., welche die Unterschiede der einzelnen Versuchspunkte auflistet. Sämtliche Blätter wurden im Anschluss im Trockenschrank für ca. 1 Stunde vorgetrocknet und im Anschluss frei an der Luft im Klimaraum fertig getrocknet.

Tab. 3.8: Versuchsaufbau Reihe 3

Benennung	Vergautschungsprozess	Vortrocknung	Trocknung
3 A	Unvergautscht	~1 Stunde	Frei an der Luft
3 B	Mit 500g 30 sec. beschwert, gewendet und nochmal 30 sec. beschwert		
3 C	einmal vergautscht		
3 D	zweimal vergautscht		
3 E	viermal vergautscht		
3 F	sechsmal vergautscht		

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Durch die Vergautschungshäufigkeit ist die Dichte minimal gestiegen (Abb. 3.31 und Abb. 3.32). Die z-Festigkeit steigt mit der Dichte annähernd linear an, während die Zugfestigkeit der Probeblätter abnahm.

Aus Abb. 3.30 kann man erkennen, dass die Erhöhung der Vergautschungsvorgänge zu einer Zerstörung der Laborblätter führt. Die Methode hat die Qualität der Messergebnisse beeinflusst. Ergebnisse und Werte siehe dazu Tab. 3.9.

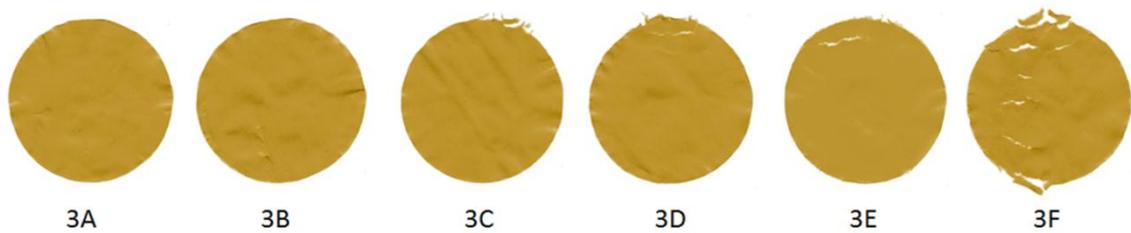


Abb. 3.30: Vergautschte Blätter

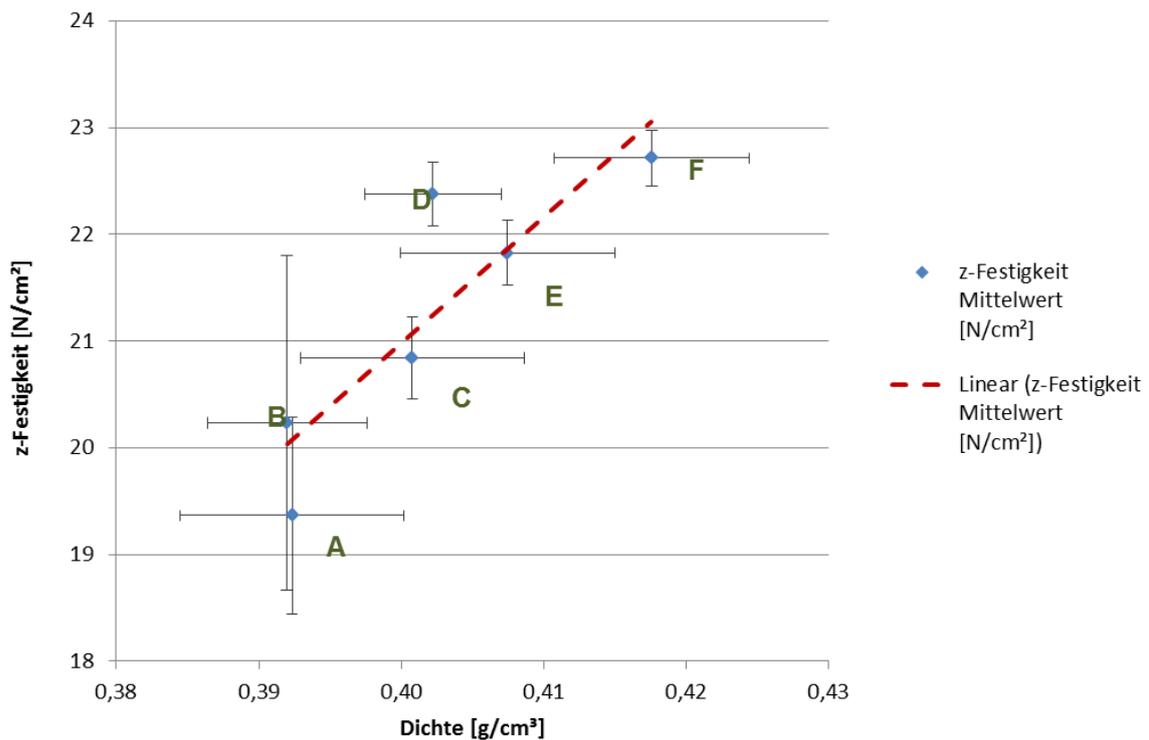


Abb. 3.31: Auswirkung der Vergautschungshäufigkeit auf z-Festigkeit

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

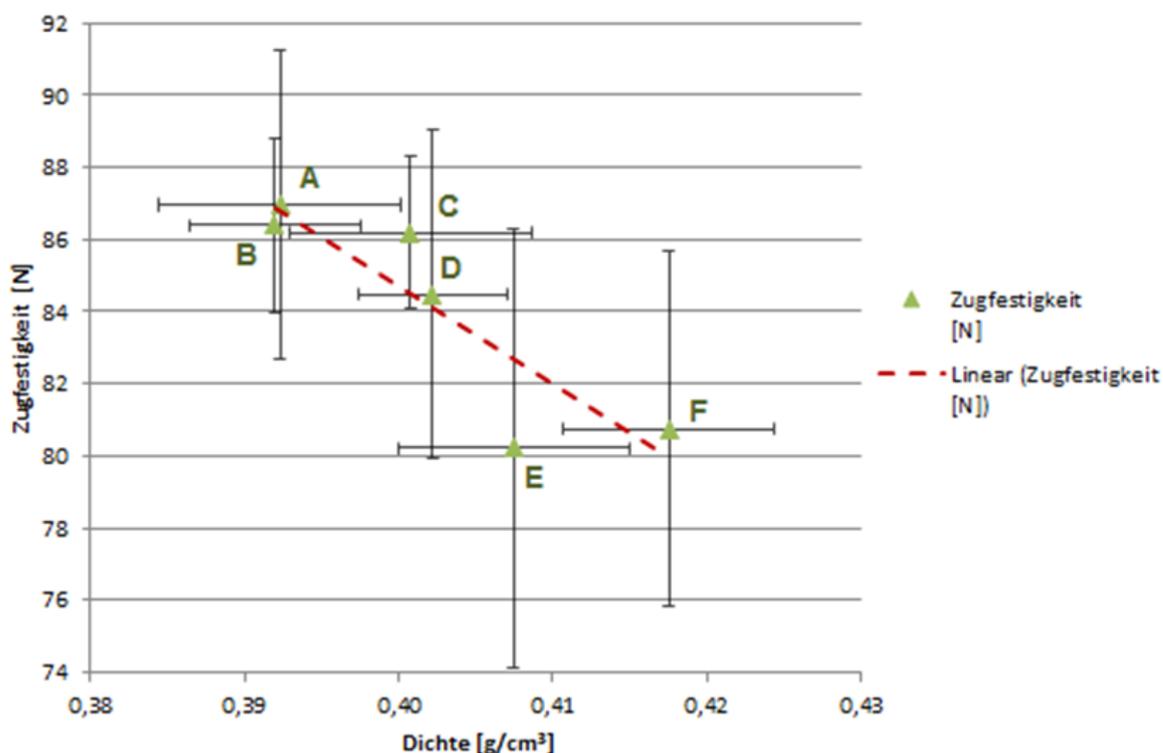


Abb. 3.32: Auswirkung der Vergautschungshäufigkeit auf Zugfestigkeit

Tab. 3.9: Messwerte der Vergautschungshäufigkeit

Probe	Dicke [μm]	Dichte [g/cm³]	z-Festigkeit Mittelwert [N/cm²]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
3_A	263,20	0,39234	19,37	193,62	86,97
3_B	258,80	0,39199	20,23	202,32	86,39
3_C	257,63	0,40077	20,84	208,55	86,20
3_D	253,80	0,40223	22,38	223,87	84,49
3_E	247,87	0,40747	21,83	218,32	80,22
3_F	240,94	0,41757	22,72	227,11	80,73

Folgernd ergab sich, dass durch eine höhere Anzahl an Vergautschungsvorgängen die z-Festigkeit in geringem Masse gesteigert werden konnte. Aufgrund der Vergautschungshäufigkeit kam es jedoch zu einer Beschädigung der Laborblätter wodurch deren Zugfestigkeit reduziert wurde.

3.4.4 Variation der Zeit im Blattrockner

Um die Beschädigung der Blätter auszuschließen und eine stärkere Änderung der z-Festigkeit zu erzielen, wurde in den zwei folgenden Versuchen (Versuchsaufbau wird in Tab. 3.10 und Tab. 3.11 beschrieben) getestet, wie sich die unterschiedlichen Trockenzeiten im Rapid-Köthen Blattrockner auf einmal vergautschte Blätter und unvergautschte Blätter auswirkt.

Die dafür produzierten Blätter ($50 \text{ g}/\text{m}^2$) wurden wieder zusammengefügt und einmal vergautscht bzw. im zweiten Fall nur übereinandergelegt. Die anschließende Trockenzeit im Blattrockner wurde variiert.

Tab. 3.10: Versuchsaufbau Reihe 4

Benennung	Vergautschungsprozess	Trockenzeit
4 A	$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ einmal	0,5 min. Blattrockner
4 B		1 min. Blattrockner
4 C		2 min. Blattrockner
4 D		4 min. Blattrockner

Tab. 3.11: Versuchsaufbau Reihe 5

Benennung	Vergautschungsprozess	Trockenzeit
5 A	$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ unvergautscht	0,25 min. Blattrockner
5 B		0,5 min. Blattrockner
5 C		4 min. Blattrockner
5 D		10 min. Blattrockner

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

In beiden Fällen ergab sich eine Steigerung der Festigkeiten. Sowohl die z-Festigkeit als auch die Zugfestigkeit wurde erhöht. Im ersten Versuch war die Steigerung der z-Festigkeit jedoch nicht so stark wie im zweiten Versuch. Abb. 3.33 (a) und Abb. 3.34 (a) geben die Auswertungen der z-Festigkeit und Abb. 3.33 (b) und Abb. 3.34 (b) der Zugfestigkeit wieder.

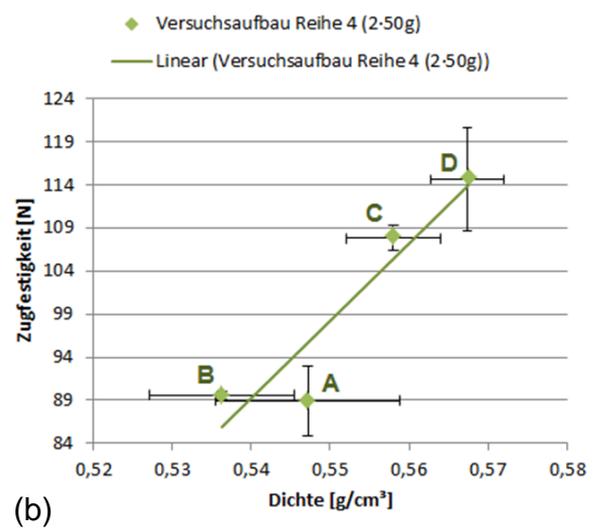
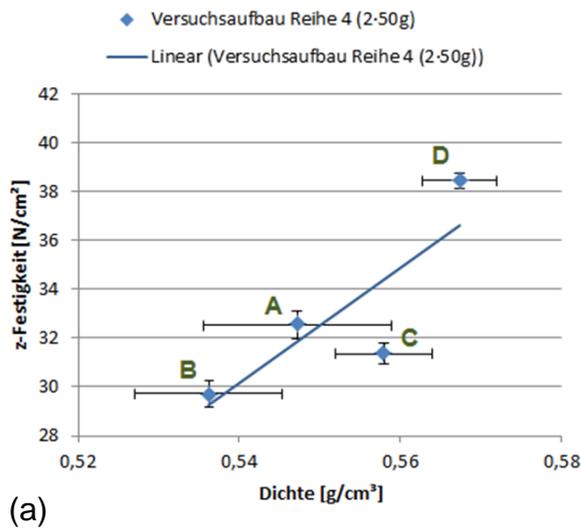


Abb. 3.33: Auswirkungen durch geringe Veränderung der Trocknungszeit (einmal vergautscht): (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit

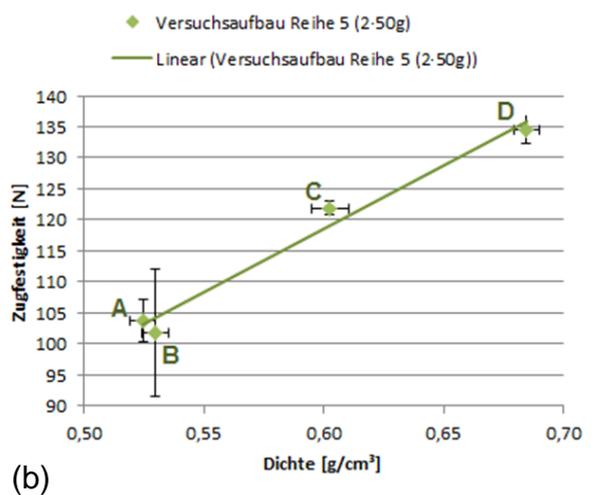
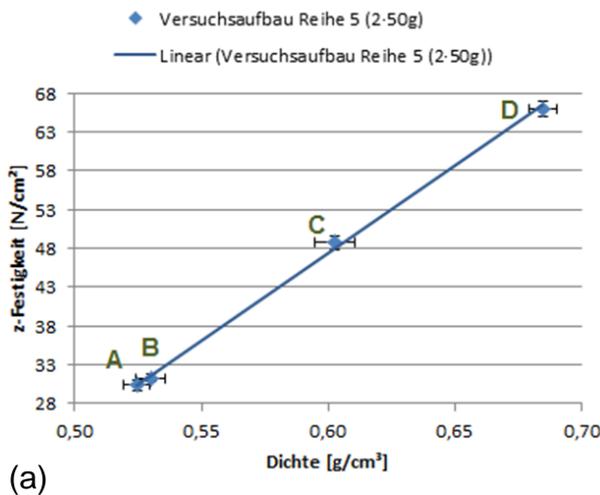


Abb. 3.34: Auswirkungen durch starke Veränderung der Trocknungszeit (unvergauscht): (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

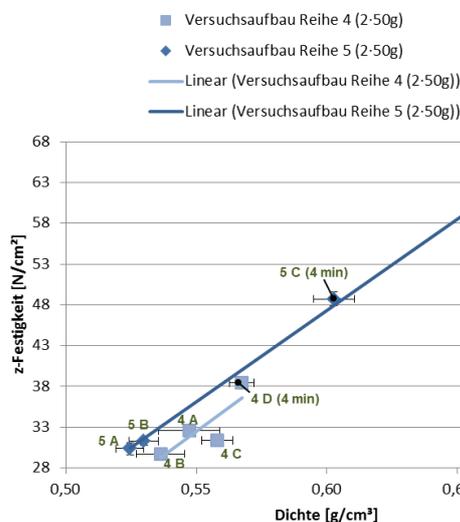
Wie man im Versuch bei geringer Veränderung der Trocknungszeit sehen kann, ist die Steigerung für die z-Festigkeit und Zugfestigkeit relativ ähnlich.

In beiden Fällen etwas weniger als 30%. Im zweiten Fall, - eine starke Veränderung der Trocknungszeiten -, erfuhr die z-Festigkeit jedoch eine wesentlich stärkere Steigerung als die Zugfestigkeit. Während die z-Festigkeit über 100% anstieg, war die Steigerung der Zugfestigkeit wieder um die 30%. Durch den Druck im Blattbildungstrockner wurde das Blatt verdichtet, was man ebenfalls aus den Abbildungen Abb. 3.33 und Abb. 3.34 entnehmen kann. Für den besseren Vergleich der zwei Versuche sind die Messergebnisse der zwei Festigkeitsuntersuchungen in jeweils einem Diagramm zusammengefasst dargestellt (Abb. 3.35 (b) und (c), die dazugehörigen Messergebnisse in Abb. 3.36 (a) und (b)).

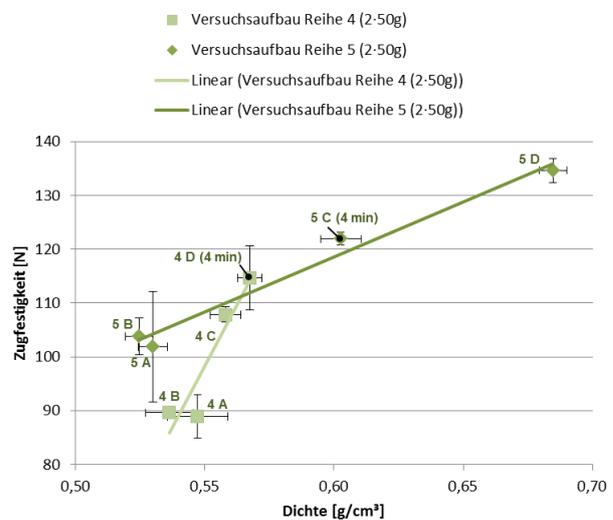
Reihe 4	1 x Vergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
4_A	0,5 min Blatttrockner
4_B	1 min Blatttrockner
4_C	2 min Blatttrockner
4_D	4 min Blatttrockner

Reihe 5	Unvergauscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
5_A	0,25 min Blatttrockner
5_B	0,5 min Blatttrockner
5_C	4 min Blatttrockner
5_D	10 min Blatttrockner

(a)



(b)



(c)

Abb. 3.35: Einfluss der Trocknungszeiten auf die (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit, sowie (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 5

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	z-Festigkeit [N/cm^2]
4_A	190,30	0,547193	32,53
4_B	193,15	0,536242	29,72
4_C	186,00	0,557963	31,37
4_D	182,55	0,567383	38,46
5_A	198,47	0,524592	30,34
5_B	196,13	0,529946	31,27
5_C	176,60	0,602620	48,70
5_D	148,27	0,684754	65,96

(a)

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	Zugfestigkeit [N]
4_A	190,30	0,547193	88,95
4_B	193,15	0,536242	89,63
4_C	186,00	0,557963	107,83
4_D	182,55	0,567383	114,68
5_A	198,47	0,524592	103,83
5_B	196,13	0,529946	101,87
5_C	176,60	0,602620	121,90
5_D	148,27	0,684754	134,63

(b)

Abb. 3.36: Messergebnisse vom Einfluss der Trocknungszeiten für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit

Ableitend daraus erzielten die Trocknungsmethoden einen starken Einfluss auf Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Das Vergautschen hatte ebenfalls eine Auswirkung auf die Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Das erhaltene Ergebnis ist jedoch anders als erwartet. Durch das Vergautschen wäre eher eine Erhöhung der Festigkeiten, als eine Erniedrigung, wie es in der Versuchsreihe der Fall war, erwartet worden. Eine Erklärung dieses Verhaltens konnte nicht gefunden werden. Ein Vermischen von unterschiedlicher Trocknungsmethoden und Vergautschungshäufigkeiten sollte jedoch vermieden werden.

3.4.5 Variation des Trockengehaltes vor der Vergautschung

Als weiterer Ansatz wurde ein Versuch gestartet, bei dem untersucht wurde, ob durch Erhöhung des Trockengehaltes die Probeblätter besser vergautschbar sind, indem die Beschädigung durch das Vergautschen beseitigt wird.

Die Blätter ($50 \text{ g}/\text{m}^2$) wurden nach dem Abschlagen mittels Löschkarton vorgetrocknet. Auf jedes Blatt wurde nach dem Abschlagen ein Löschkarton gelegt. Diese Blätter wurden anschließend in den Klimaraum gebracht. Es wurden unterschiedliche Kontaktzeiten zwischen Papier und Löschkarton getestet (Tab. 3.12). Jeweils zwei Blätter wurden gleich lange mit dem Löschkarton in Kontakt gelassen. Nach dem Kontakt wurden jene Blätter mit den gleichen Kontaktzeiten zusammengefügt und viermal vergautscht. Die anschließende Trockenzeit betrug 10 Minuten im Blattdrockner bei 92°C . Zusätzlich wurden Trockengehaltsmessungen bei unterschiedlichen Kontaktzeiten durchgeführt. Ergebnisse sind aus der Abb. 3.37 ersichtlich.

Tab. 3.12: Versuchsaufbau Reihe 6

Benennung	Kontaktzeit mit Löschkarton	Vergautschungsprozess	Trockenzeit
6 A	5 min.	$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ viermal	10 min. Blatt- trockner
6 B	10 min.		
6 C	15 min.		
6 D	30 min.		
6 E	60 min.		

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

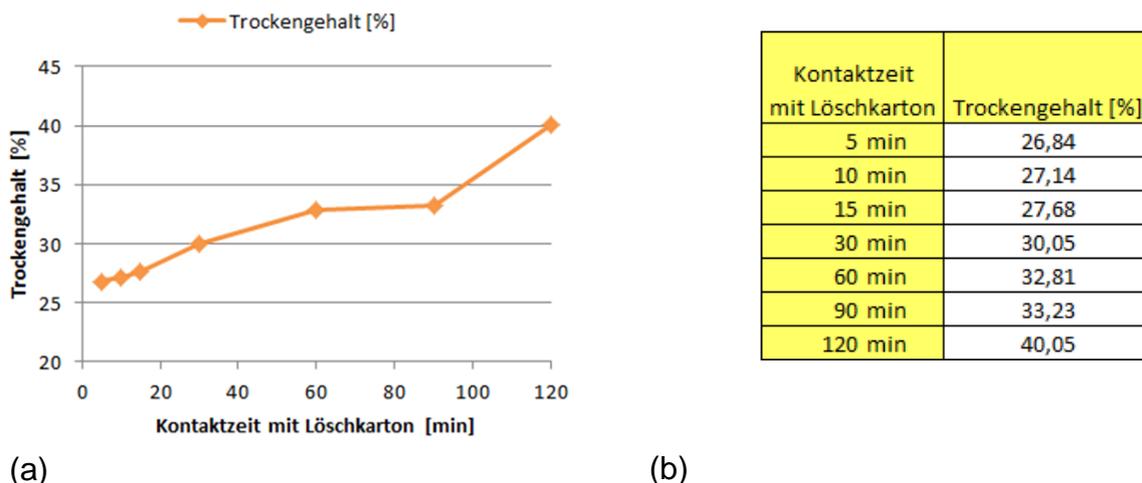


Abb. 3.37: (a) Trockengehaltskurve; (b) Trockengehaltsmessung

Durch die Vortrocknung mittels Löschkarton war es möglich die Blätter ohne Zerstörung zu vergautschen. Durch höheren Trockengehalt beim Vergautschen sinkt die z-Festigkeit ab, während die Dichte nahezu unverändert bleibt (Abb. 3.38). Da in dem Versuch keine Messung mit Null Minuten Löschkarton, vierfach vergautscht und anschließender zehnmütigen Blatttrocknung erfolgte, wurde dafür aus dem Versuchsaufbau Reihe 1 das Messergebnis der $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Laborblätter, welche dieser Messung nahe kämen im z-Festigkeits-Diagramm als sogenannter Nullpunkt miteingezeichnet.

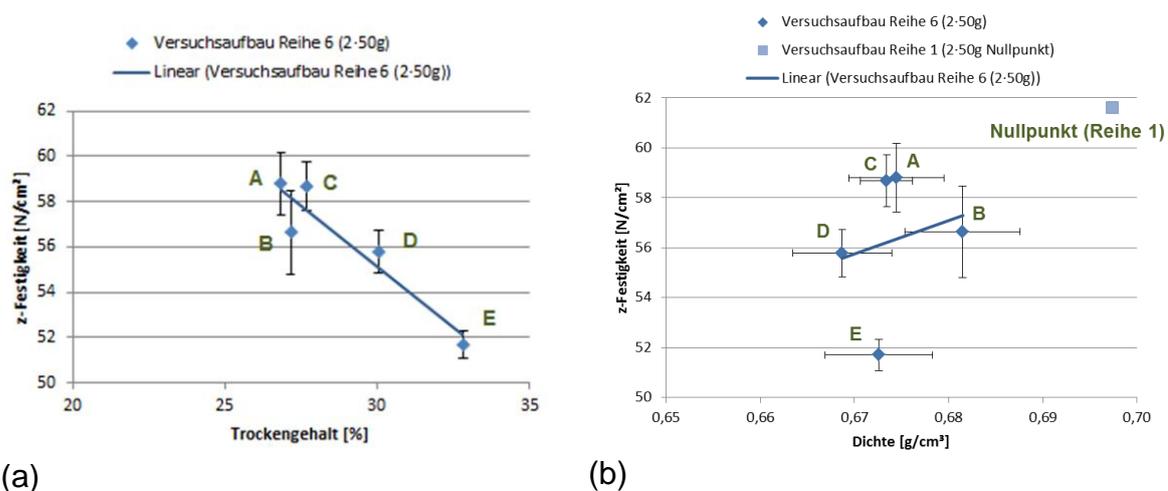


Abb. 3.38: Einfluss unterschiedlicher Trocknungszeiten auf die z-Festigkeit in Abhängigkeit (a) Trockengehalt; (b) Papierdichte

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Die Auswirkungen der Variation des Trockengehaltes vor dem Vergautschen auf die Zugfestigkeit ist gering (Abb. 3.39). Einen Überblick über die Messwerte der Reihe 6 gibt Tab. 3.13.

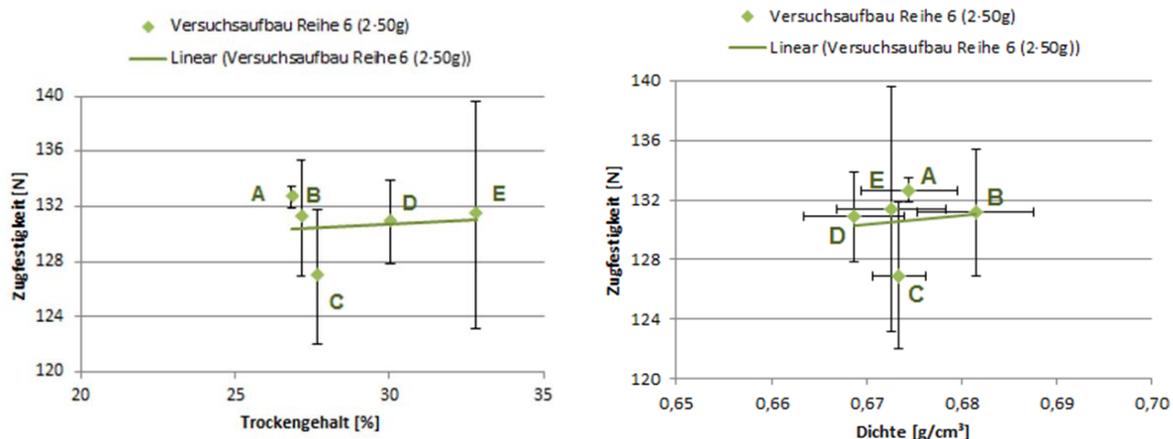


Abb. 3.39: Einfluss unterschiedlicher Trocknungszeiten auf die Zugfestigkeit in Abhängigkeit (a) Trockengehalt; (b) Papierdichte

Tab. 3.13: Messwerte der Versuchsanordnung Reihe 6

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	z-Festigkeit [N/cm^2]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
6_A	147,3	0,674463	58,790	587,855	132,667
6_B	148,5	0,681472	56,640	566,408	131,167
6_C	147,3	0,673415	58,680	586,691	126,933
6_D	149,1	0,668682	55,788	557,724	130,867
6_E	149,1	0,672579	51,700	517,101	131,400

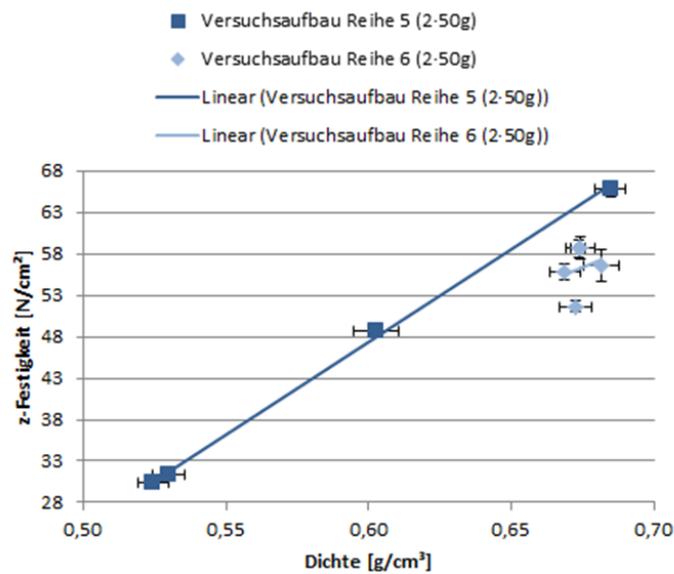
Dieser Versuch ist eine sinnvolle Methode um die Bindungsfläche zu verändern, ohne anderen Parameter, wie Dichte oder Zugfestigkeit, zu variieren. Es änderte sich nur die Kontaktfläche zwischen den zwei Blättern.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

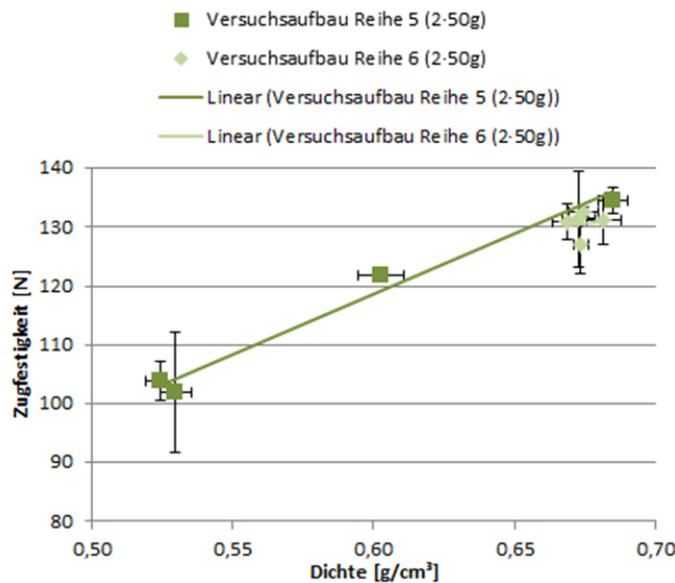
Zum Vergleich wurden die Daten auch den Ergebnissen der Blätter aus dem Versuchsaufbau Reihe 5 gegenüber gestellt (Abb. 3.40). Dieser Vergleich zeigt, dass die Zeit im Blattrockner einen größeren Einfluss auf die z-Festigkeit und Zugfestigkeit hat als der Trockengehalt.

Reihe 5	Unvergautsch, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)	Reihe 6	Unvergautsch, Löschkarton (Klimaraum), 4xVergautsch, 10 min Blattrockner
5_A	0,25 min Blattrockner	6_A	5 min Löschkarton (Klimaraum)
5_B	0,5 min Blattrockner	6_B	10 min Löschkarton (Klimaraum)
5_C	4 min Blattrockner	6_C	15 min Löschkarton (Klimaraum)
5_D	10 min Blattrockner	6_D	30 min Löschkarton (Klimaraum)
		6_E	60 min Löschkarton (Klimaraum)

(a)



(b)



(c)

Abb. 3.40: (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 6; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit ;

3.4.6 Variation der Zeit im Blattrockner ohne vorhergehende Vergautschung

Aus dem Versuchsaufbau Reihe 1 resultierte, dass die Grammaturnummer kaum einen Einfluss auf die z-Festigkeit hat, um festzustellen, ob es einen Unterschied zwischen 1-lagig und 2-lagig gefertigten Blättern durch unterschiedliche Trocknungszeiten gibt, wurden Referenzblätter mit $100 \text{ g}/\text{m}^2$ und ähnlicher Modifikation der Trocknungszeiten wie für Versuchsaufbau Reihe 5 gefertigt (Tab. 3.14). Die Fertigrocknung fand wieder im Klimaraum statt.

Durch die Referenzblätter sollte auch geprüft werden, wie groß der Unterschied zwischen den 2-lagigen ($2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$) und den 1-lagigen ($100 \text{ g}/\text{m}^2$) Blättern hinsichtlich Dichte, z-Festigkeit und Zugfestigkeit ist.

Tab. 3.14: Versuchsaufbau Reihe 7

Benennung	Vergautschungsprozess	Trocknung
7 A	$100 \text{ g}/\text{m}^2$ unvergautscht	frei an der Luft
7 B		0,5 min. Blattrockner
7 C		10 min. Blattrockner

Laut den Diagrammen (Abb. 3.41 (b) und (c)) ist auch für diesen Versuch ersichtlich, dass durch Abwandlung der Trockenzeiten eine starke Änderung der Festigkeiten und Dichte erfolgt. Die verhältnismäßige Erhöhung der z-Festigkeit ist wieder um einiges stärker als die der Zugfestigkeit. Messergebnisse der Reihe sind in Tab. 3.15 aufgelistet.

Tab. 3.15: Messergebnisse des Versuchsaufbaues Reihe 7

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm ³]	z-Festigkeit [N/cm ²]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
7_A	254,154	0,416160	24,336	243,198	93,636
7_B	191,646	0,555055	37,960	379,533	103,655
7_C	151,125	0,687877	64,833	648,305	131,809

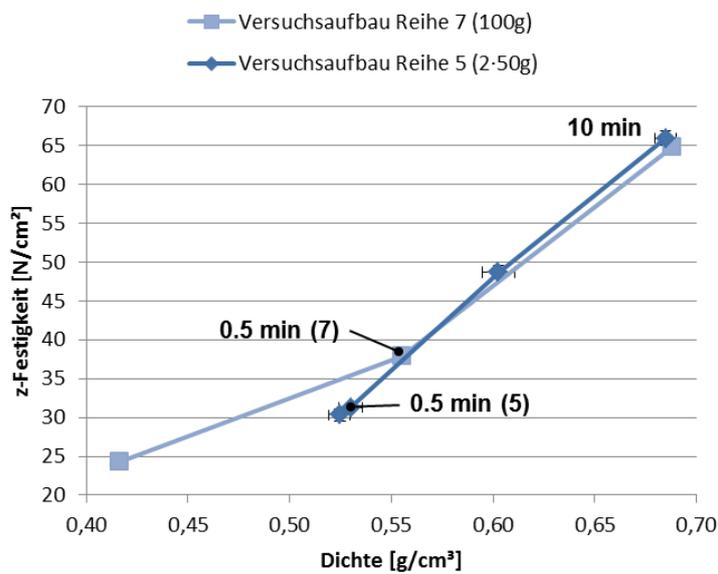
Der grafische Vergleich der Probeblätter aus dem Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 7 sieht man in Abb. 3.41 (b) und (c). Man kann erkennen, dass die Festigkeitsunterschiede zwischen 1-lagigen und 2-lagigen Laborblättern nicht stark ausgeprägt sind. Bei kürzeren Zeiten im Blatttrockner ergeben 2-lagige Blätter geringere z-Festigkeiten und Zugfestigkeiten als bei 1-lagigen Blättern. Je länger die Zeit im Blatttrockner desto kleiner ist der Unterschied zwischen 1- und 2-lagigen Blättern.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Reihe 5	Unvergauscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
5_A	0.25 min Blattrockner
5_B	0.5 min Blattrockner
5_C	4 min Blattrockner
5_D	10 min Blattrockner

Reihe 7	Blattrockner + Rest Lufttrocknung
7_A	- Blattrockner
7_B	0.5 min Blattrockner
7_C	10 min Blattrockner

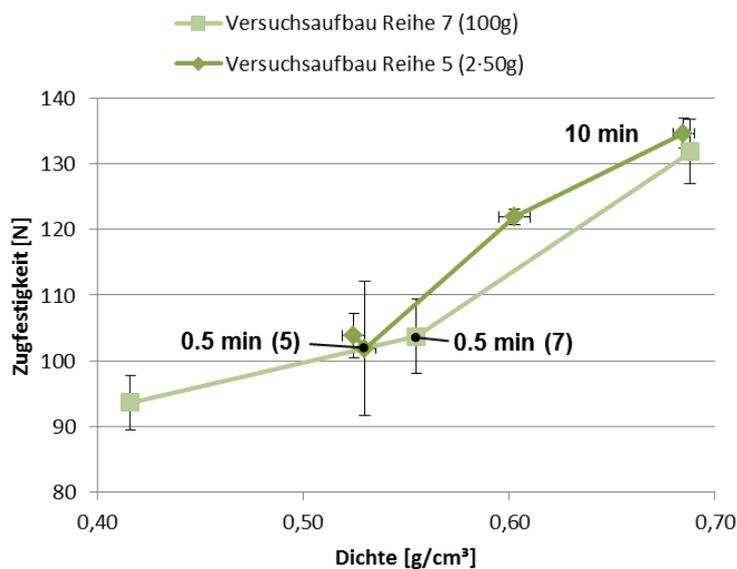
(a)



(b)

	Dichte [g/cm³]		z-Festigkeit [N/cm²]	
	Nr. 5	Nr. 7	Nr. 5	Nr. 7
0,5 min	0,529946	0,555055	31,27	37,96
10 min	0,684754	0,687877	65,96	64,83

(d)



(c)

(e)

	Dichte [g/cm³]		Zugfestigkeit [N]	
	Nr. 5	Nr. 7	Nr. 5	Nr. 7
0,5 min	0,529946	0,555055	101,87	103,65
10 min	0,684754	0,687877	134,63	131,81

Abb. 3.41: (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 7; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit (d) und (e) Messergebnisse

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Aus dem Diagramm für die z-Festigkeit kann man zu dem Schluss kommen, dass für voluminöse Papiere eine gute Vernetzung zwischen den Lagen wichtig ist, weswegen die z-Festigkeit der 100 g/m^2 Blätter für kurze Trocknungszeiten höher ist, als für die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$. Bei einem, durch lange Trocknungszeiten im Blatttrockner gut verfestigten Blatt, erscheint der Einfluss der Vernetzung unwichtig.

Bei der Zugfestigkeit haben die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blätter höhere Werte. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die 2-lagigen Blätter ein Verhalten ähnlich zwei einzelner Blätter zu je 50 g/m^2 aufweisen, und daher in Summe höhere Zugfestigkeiten ergeben. Das 50 g/m^2 Blätter eine höhere Zugfestigkeit aufweisen wird mittels der Arbeiten von *l'Anson et al* [40] und Abb. 3.42 bestätigt. Die gemessenen Zugproben erweckten ebenfalls den Eindruck, als ob sie in den Lagen einzeln gerissen sind.

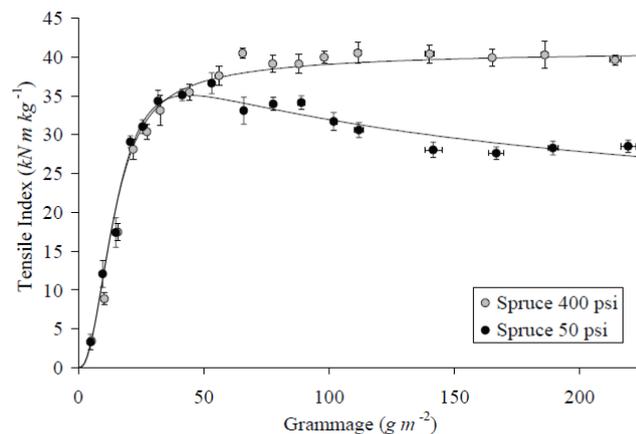


Abb. 3.42: Wirkung von Druck auf die Zugfestigkeit gegenüber der Grammatur von Fichte-Laborblättern [40]

3.5 Untersuchung der Bindungsebene bei 2-lagigem Papier durch Einfärbung des Zellstoffs mittels Basazol*C Blau

Um zu untersuchen ob die 2-lagigen Blätter im z-Festigkeits-Test in der Vergautungsebene versagen wurde eine Blatthälfte mit Basazol* C Blau eingefärbt.

Für diese Versuchsreihe wurde ein gemahlener Zellstoff (PFI-Mühle 6000 U/Min) mittels Basazol* C Blau eingefärbt. Einer bestimmten Zellstoffmenge (30g otro) wurde 1% Basazol* C Blau zugegeben. Diese Mischung wurde eine Stunde mit Hilfe eines Metallrührers gut durchmischt. Im Anschluss wurde der Stoff sehr gründlich per Hand über einem Sieb gewaschen, bis das Waschwasser keine sichtbare Färbung mehr aufwies. Zusätzlich zu den gefärbten Blättern wurde ein normal gemahlener Stoff vorbereitet und ebenfalls gewaschen. Der Waschprozess dauerte jeweils über eine Stunde.

Es erfolgte eine Laborblattbildung auf dem Rapid Köthen Blattbildner nach ISO 5269-2:2004. Ein jeweils gefärbtes Blatt mit $50 \text{ g}/\text{m}^2$ und ein ungefärbtes Blatt mit $50 \text{ g}/\text{m}^2$ wurden zusammengefügt und entsprechend Tab. 3.16 weiterverarbeitet.

Tab. 3.16: Versuchsaufbau Reihe 9

Benennung	Farbe bei den 2 Blättern	Gewaschen	Vergautungsprozess	Trocknung
9 A	1 Ja 1 Nein	Ja	$2 \cdot 50 \text{ g}/\text{m}^2$ unvergautscht	Frei an der Luft
9 B				0,5 min. Blatttrockner
9 C				10 min. Blatttrockner

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Wie man Anhand Abb. 3.43 sehen kann erfolgte die Trennung der Lagen nahezu in den Vergautschungsebenen. Dadurch das sich auf der Hälfte des gefärbten Blattes wenig vom ungefärbten befindet und umgekehrt vom gefärbten Blatt wenig auf dem ungefärbten zu sehen ist, muss die Trennung in der Blätter in der Vergautschungsebene erfolgt sein.

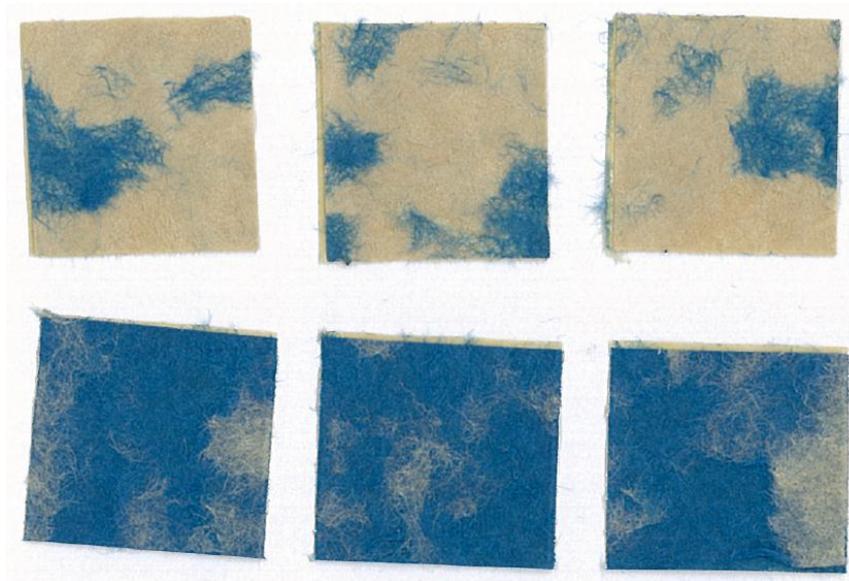


Abb. 3.43: Ergebnis der z-Festigkeitsmessung von halb gefärbten Blättern

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Zur Überprüfung des Einfluss von dem verwendeten Farbstoff auf die Festigkeit des Papiers wurden zusätzlich noch Blätter mit $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ (2-lagige Blätter) und 100 g/m^2 (1-lagige Blätter) eines ausgewaschenen Stoffes entsprechend Tab. 3.17 erstellt.

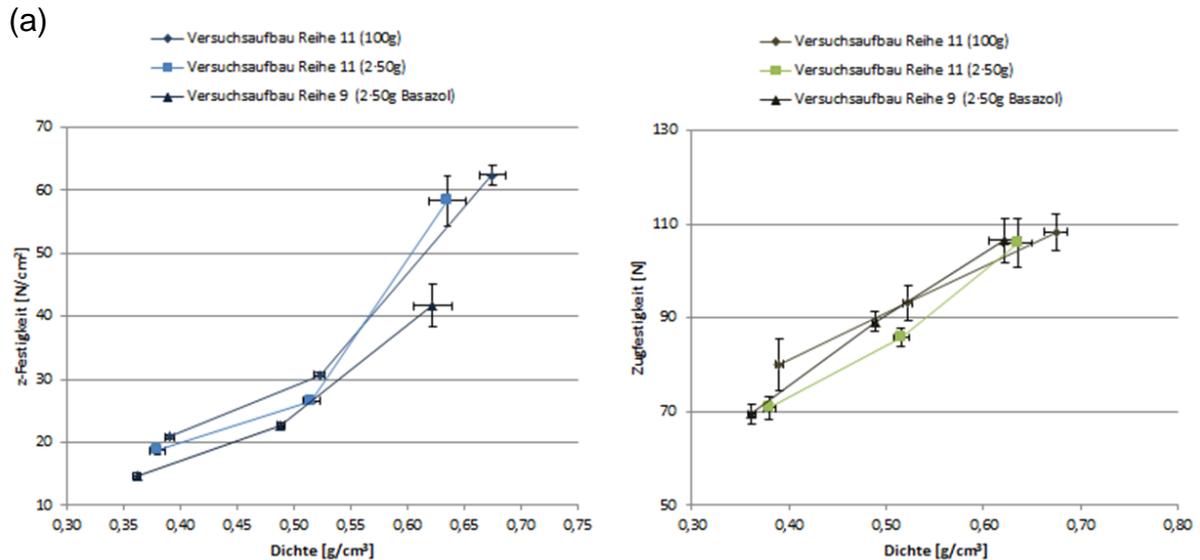
Tab. 3.17: Versuchsaufbau Reihe 11 für $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ und 100 g/m^2

Benennung	Farbe bei den 2 Blättern	Gewaschen	Vergautschungsprozess	Trocknung
11 A	1 Nein 1 Nein	Ja	$2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ und 100 g/m^2 unvergautscht	Frei an der Luft
11 B				0,5 min. Blattrockner
11 C				10 min. Blattrockner

Aus Abb. 3.44 wird ersichtlich, dass die Zugabe der Farbe zu einer geringen Reduktion der z-Festigkeit und Dichte, führt. Dieser Einfluss kann bei der Zugfestigkeit nicht in demselben Ausmaß festgestellt werden.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Reihe 9	Unvergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung	Reihe 11_50	Unvergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)	Reihe 11_100	Unvergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
9_A	- Blatttrockner	11_50_A	- Blatttrockner	11_100_A	- Blatttrockner
9_B	0,5 min Blatttrockner	11_50_B	0,5 min Blatttrockner	11_100_B	0,5 min Blatttrockner
9_C	10 min Blatttrockner	11_50_C	10 min Blatttrockner	11_100_C	10 min Blatttrockner



(b)

	Dichte [g/cm³]	z-Festigkeit [N/cm²]
11_100_A	0,39030127	20,92
11_100_B	0,52247507	30,69
11_100_C	0,67461486	62,39
11_50_A	0,379821	18,71
11_50_B	0,515548	26,62
11_50_C	0,635114	58,30
9_A	0,361734	14,7
9_B	0,488346	22,7
9_C	0,621985	41,7

(e)

	Dichte [g/cm³]	Zugfestigkeit [N]
11_100_A	0,39030127	80,03
11_100_B	0,52247507	93,18
11_100_C	0,67461486	108,32
11_50_A	0,379821	70,80
11_50_B	0,515548	85,85
11_50_C	0,635114	106,00
9_A	0,361734	69,46
9_B	0,488346	89,09
9_C	0,621985	106,55

Abb. 3.44: 1-lagig und 2-lagige Blätter im Vergleich zu mit Basazol gefärbten 2-lagigen Blätter. (a) Versuchsaufbau Reihe 9, Reihe 11_50 und Reihe 11_100⁸; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit und der Messwerte der Blätter für (d) z-Festigkeit; (e) Zugfestigkeit

Die Färbung mittels Basazol hat folglich einen geringen Einfluss auf die z-Festigkeiten. Sie bedingt eine Reduktion der z-Festigkeiten. Bei den Zugfestigkeiten ist die scheinbar nicht der Fall.

⁸ Die 100 bei Versuchsaufbau Reihe 11 steht für 1-lagig produzierte 100 g/m² Blätter, die 50 für die 2-lagigen 2 · 50 g/m² Blätter.

3.5.1 Schlussfolgerungen

Anhand der Ergebnisse der Färbungen kann man sehen, dass die verwendete Farbe einen Einfluss auf die z-Festigkeit hat. Es wurden z-Festigkeitssteigerungen erzielt, welche der verwendeten Tiefdruck Farbe zuzuschreiben sind, da diese eine recht klebrige Eigenschaft aufwies.

Der Versuch durch gefärbte Blätter die Bindefläche mittels Scanner sichtbar zu machen erbrachte kein Ergebnis, die Analyse durch ein Auflicht-Mikroskop (IFM) von gefärbten Blättern mit hoher Farbkonzentration erzielten teilweise sichtbare Bindeflächen. Bei geringer Farbkonzentration sind die Bindeflächen kaum sichtbar.

Die Schwierigkeit die sich nun durch Ermittlung der Bindeflächen für gefärbte Blätter ergibt, ist die genaue Berechnung der Bindefläche, da es keine scharfe Abgrenzung zwischen den hellen Stellen, welche die Bindefläche darstellen, und den dunkleren Stellen gibt. Eine qualitative Auswertung wäre somit kompliziert.

Des Weiteren hatte die verwendete Farbe einen Einfluss auf die z-Festigkeiten, deswegen müsste man um diese Werte mit ungefärbten Blättern vergleichen zu können den Effekt des Einflusses herausrechnen.

Für die Ermittlung der Bindekraft von vergautschten Laborblättern sollte die flächenbezogene Masse ein Maximum aufweisen. Zuverlässig reproduzierbare Ergebnisse wurden mit gewählten flächenbezogenen Massen von 50 g/m² je Blatthälfte erreicht. Unterhalb dieses Gewichtes kam es durch den Vergautschungsprozess zu einer Zerstörung der Blätter. Durch die Verwendung unterschiedlicher Grammaturen konnte kein wesentlicher Einfluss auf die z-Festigkeit nachgewiesen werden.

Durch eine höhere Anzahl an Vergautschungsvorgängen konnte die z-Festigkeit in geringem Masse gesteigert werden. Aufgrund der Vergautschungshäufigkeit kam es jedoch zu einer Beschädigung der Laborblätter wodurch deren Zugfestigkeit reduziert wurde. Die Auswirkungen der unterschiedlichen Trocknungsmethoden waren wesentlich bedeutender.

Die unterschiedlichen Trocknungsmethoden erzielten den stärksten Einfluss auf Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Das Vergautschen hatte ebenfalls eine Auswirkung auf die Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Ein Vermischen von unterschiedlicher Trocknungsmethoden und Vergautschungshäufigkeiten sollte jedoch vermieden werden.

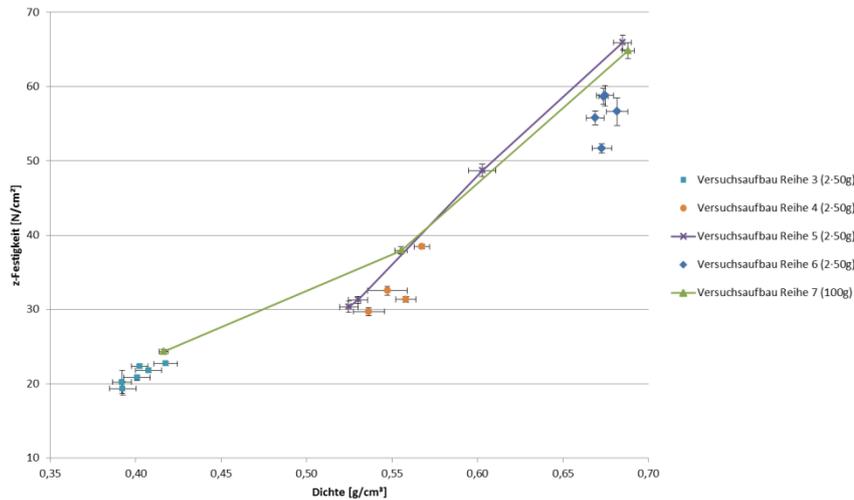
Blätter, die nach dem Abschlagen vom Sieb mit Hilfe eines Löschkartons vorgetrocknet wurden, konnten durch den höheren Trockengehalt zerstörungsfrei vergautscht werden. Dieser Versuch ergab eine sinnvolle Methode um die Bindungsfläche zu verändern, ohne anderen Parameter, wie Dichte oder Zugfestigkeit, zu variieren. Es änderte sich nur die Kontaktfläche zwischen den zwei Blättern.

Beim Vergleich von 1-lagigen und 2-lagigen Laborblättern kommt man zu dem Schluss, dass für voluminöse Papiere eine gute Vernetzung zwischen den Lagen wichtig ist, weswegen die z-Festigkeit der 100 g/m^2 Blätter für kurze Trocknungszeiten höher ist, als für die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$. Bei einem, durch lange Trocknungszeiten im Blattrockner gut verfestigten Blatt, erscheint der Einfluss der Vernetzung unwichtig.

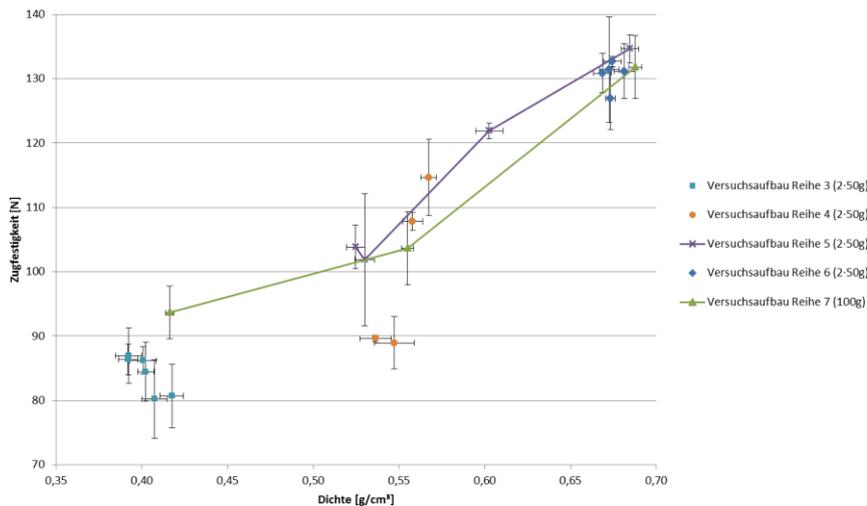
Bei der Zugfestigkeit haben die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blätter höhere Werte. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die 2-lagigen Blätter ein Verhalten ähnlich zwei einzelner Blätter zu je 50 g/m^2 aufweisen, und daher in Summe höhere Zugfestigkeiten ergeben. Die gemessenen Zugproben erweckten ebenfalls den Eindruck, als ob sie in den Lagen einzeln gerissen sind.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Eine Zusammenfassung der Messergebnisse der Versuchsaufbau Reihe 3 bis Reihe 7 liefert Abb. 3.45 für die z-Festigkeiten (a) und Zugfestigkeiten (b) gegenüber der Dichte, welche die vorhin beschriebenen Schlussfolgerungen darstellt.



(a)



(b)

Reihe 3	Unvergautscht, Trockenschrank (~1h 15min)+Lufttrocknung (Klimaraum)	Reihe 4	1 x Vergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)	Reihe 5	Unvergautscht, Blatttrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
3_A	Unvergautscht,	4_A	0.5 min Blatttrockner	5_A	0.25 min Blatttrockner
3_B	500g beschwert 30sec/Seite	4_B	1 min Blatttrockner	5_B	0.5 min Blatttrockner
3_C	1x Vergautscht,	4_C	2 min Blatttrockner	5_C	4 min Blatttrockner
3_D	2x Vergautscht,	4_D	4 min Blatttrockner	5_D	10 min Blatttrockner
3_E	4x Vergautscht,				
3_F	6x Vergautscht,				

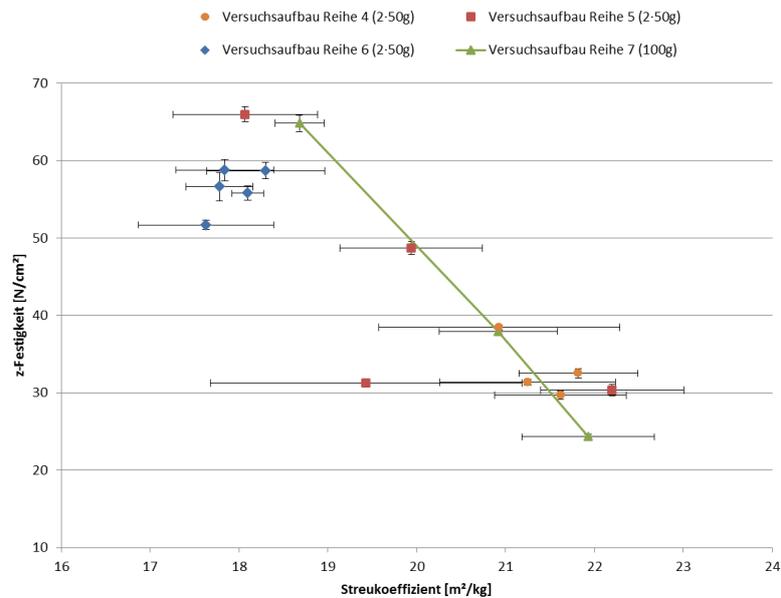
Reihe 6	Unvergautscht, Löschkarton (Klimaraum), 4xVergautscht, 10 min Blatttrockner	Reihe 7	Blatttrockner + Rest Lufttrocknung
6_A	5 min Löschkarton (Klimaraum)	7_A	- Blatttrockner
6_B	10 min Löschkarton (Klimaraum)	7_B	0.5 min Blatttrockner
6_C	15 min Löschkarton (Klimaraum)	7_C	10 min Blatttrockner
6_D	30 min Löschkarton (Klimaraum)		
6_E	60 min Löschkarton (Klimaraum)		

(c)

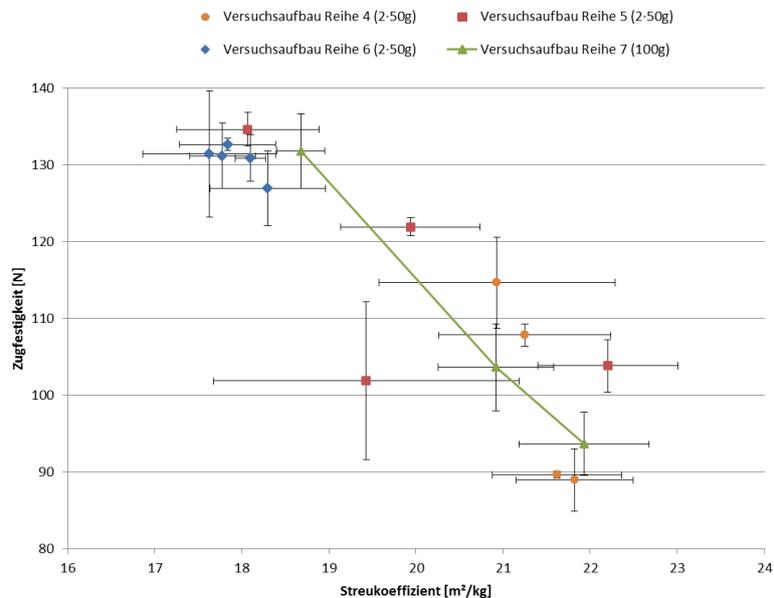
Abb. 3.45: Zusammenfassung der Messwerte gegenüber der Dichte für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit; (c) Versuchsaufbau Reihen 3 - 7

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Beim Vergleich der z-Festigkeit gegenüber dem Lichtstreuungskoeffizienten Abb. 3.46 (a), sowie der Zugfestigkeit gegenüber dem Lichtstreuungskoeffizienten Abb. 3.46 (b) ergibt sich ein ähnlicher Zusammenhang wie in der Abbildung zuvor (Abb. 3.45). Aufgrund der geringen Anzahl an Probenblätter ist allerdings die Streuung sehr breit.



(a)



(b)

Abb. 3.46: Zusammenfassung der Messwerte gegenüber dem Lichtstreuungskoeffizienten für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit

3.6 Versuche zur Modifikation der Bindestärke

3.6.1 Verwendete Zusatzstoffe

Es wurde kationisch Stärke und Carboxymethylcellulose (CMC) (Niklacell CM90), welche anionisch geladen ist, eingesetzt. Beide Stoffe waren in Pulverform vorrätig.

Stärke kann im Wesentlichen aus drei verschiedenen Pflanzen: Mais, Kartoffel und Weizen stammen. Sie ist ein wichtiges Festigkeitsmittel, da sie gute Trockenfestigkeiten ergibt. Durch Zugabe von Kationisierungsreagenzien (Amine) werden kationische Gruppen in das Stärkemolekül eingebaut. Diese Amine besitzen einen basischen Charakter und sind dadurch in wässrigen Lösungen kationisch. Diese kationische Stärken ziehen substantiv auf die anionisch geladenen Fasern und Füllstoffe auf.

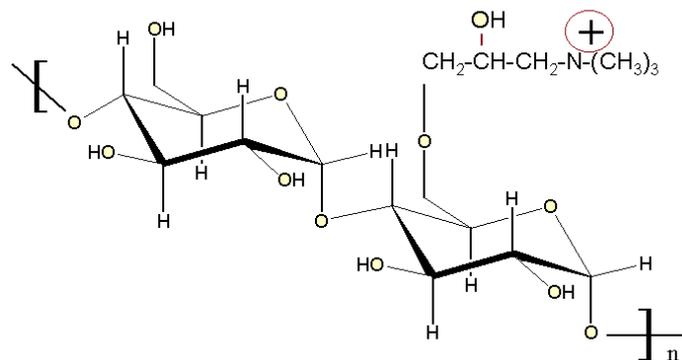


Abb. 3.47: Strukturformel für kationische Stärke [41]

Carboxymethylcellulose (CMC) ist ein Glycosering mit einer Methyl-Carbonsäure Funktion und daher in wässriger Lösung anionisch.

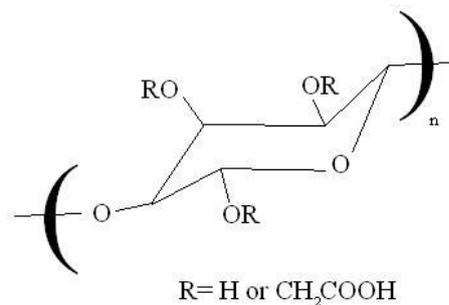


Abb. 3.48: Strukturformel für CMC [42]

3.6.2 Lösungsansätze

Die pulverförmige Stärke musste vor der Verwendung gekocht werden. Dazu wurden ca. 80 g der Stärke in 1 l Wasser unter ständigem Rühren gekocht. Nachdem die Stärke fertig gekocht war, wurde sie auf ca. 40 g/l verdünnt und musste noch abkühlen. Schließlich wurde für die spätere Zugabe zum Zellstoff noch der genaue Trockengehalt der Lösung bestimmt.

Carboxymethylcellulose (CMC) wurde in de-ionisiertem Wasser bei einer Konzentration von 1 g/l dispergiert. Die Lösung wurde mindestens zwölf Stunden gründlich aufgelöst bevor sie verwendet wurde. Nach dem Auflösen ergab die Lösung eine klare Flüssigkeit.

3.6.3 Diskussion der Versuche und Messergebnisse

Effekte bei Zugabe kationischer Stärke

Der verwendeten otro Zellstoffmenge wurde 1% kationische Stärke atro beigemischt. Diese Zusammensetzung wurde vor der Blattbildung 30 Minuten im Verteiler gerührt. Den genaueren Versuchsaufbau kann man aus Tab. 3.18 entnehmen. Es wurden 1-lagige Blätter mit $100 \frac{g}{m^2}$ gefertigt. Mit diesem Versuch soll geprüft werden, ob durch kationische Stärke Zugabe eine Festigkeitssteigerung erfolgen kann.

Tab. 3.18: Versuchsaufbau Reihe 10

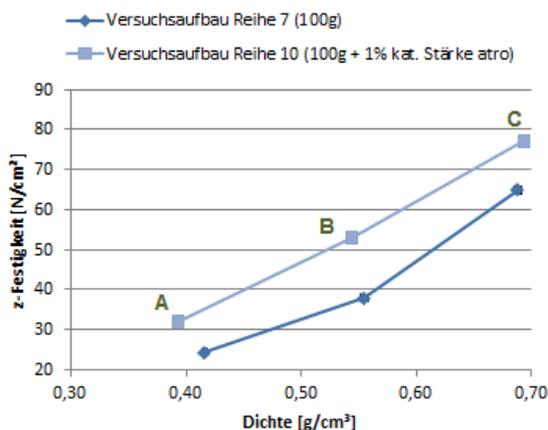
Benennung	Stärkedosierung	Vergautschungsprozess	Trocknung
10 A	1% atro Stärke auf die verwendete otro Zellstoffmenge	unvergautscht	frei an der Luft
10 B			0,5 min. Blatttrockner
10 C			10 min. Blatttrockner

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

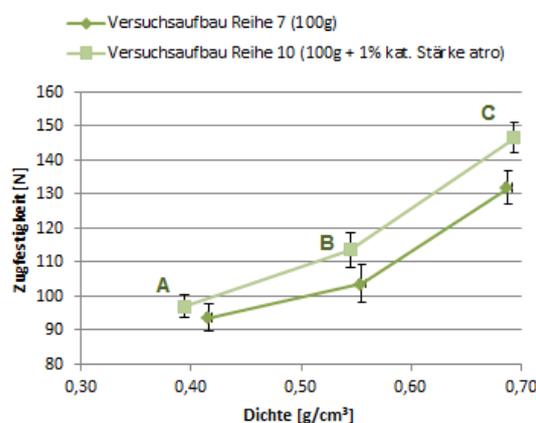
Reihe 7	Blattrockner + Rest Lufttrocknung
7_A	- Blattrockner
7_B	0.5 min Blattrockner
7_C	10 min Blattrockner

Reihe 10	Blattrockner + Rest Lufttrocknung
10_1%_A	- Blattrockner
10_1%_B	0.5 min Blattrockner
10_1%_C	10 min Blattrockner

(a)



(b)



(c)

Abb. 3.49: Vergleich von 1-lagigen Blättern mit und ohne Stärke Zugabe in ihrer (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 7 und 10

Wie man anhand den Abb. 3.49 (a) und (b) sehen kann, ergab sich durch Zugabe kationischer Stärke eine Steigerung der z-Festigkeit sowie der Zugfestigkeit bei gleicher Dichte. Dieser Effekt resultiert aus einer stärkeren Faser-Faser Bindung. Zu diesem Ergebnis kam auch Singh [43] bei seinen Analysen. Die zugehörigen Messergebnisse sind in Tab. 3.19 angeführt.

Tab. 3.19: Messergebnisse zum Vergleich, Versuchsaufbau Reihen 7 und 10

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm³]	z-Festigkeit [N/cm²]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit t [N]
7_A	254,15	0,416160	24,34	243,20	93,64
7_B	191,65	0,555055	37,96	379,53	103,65
7_C	151,13	0,687877	64,83	648,31	131,81
10_1%_A	270,91	0,394168	32,17	321,68	97,01
10_1%_B	194,41	0,544752	53,09	530,82	113,58
10_1%_C	145,39	0,693740	77,04	770,22	146,45

Zugabe von CMC und Stärke zu je einer Blatthälfte

Den gemahlene Zellstoffen (PFI-Mühle 6000 U/Min) wurde vor der Herstellung der 2-lagigen Blätter ($2 \cdot 50 \frac{g}{m^2}$) jeweils ein anderer Zusatzstoff beigemischt. Der einen Hälfte der Zellstoffmenge wurde CMC und der anderen kationische Stärke zugegeben. Die Dosierung der Zusatzstoffe kann man aus Tab. 3.20 entnehmen, sowie den weiteren Versuchsaufbau der Tab. 3.21.

Tab. 3.20: Verwendung und Dosierung der Zusatzstoffe

Benennung	Blatt	Stärke-dosierung atro Menge Stärke auf otro Menge Zellstoff	CMC-dosierung atro Menge CMC auf otro Menge Zellstoff
12 A	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%
12 B	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%
12 C	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%

Tab. 3.21: Versuchsaufbau Reihe 12

Benennung	Vergautschungsprozess	Trocknung
12 A	unvergautscht	frei an der Luft
12 B		0,5 min. Blattrockner
12 C		10 min. Blattrockner

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Vergleicht man nun die Ergebnisse des Versuches mit Zugabe der Zusatzstoffe (Versuchsaufbau Reihe 12) mit den 2-lagigen Blättern, welche ohne Zusatzstoffe (Versuchsaufbau Reihe 5) hergestellt wurden, so kann man anhand Abb. 3.50 erkennen, dass die z-Festigkeit im Vergleich zur Zugfestigkeit eine etwas geringere Erhöhung der Festigkeit erfährt. Aus Tab. 3.22, welche die Messergebnisse beinhaltet, kann man die Festigkeitssteigerungen der einzelnen Punkte entnehmen.

Reihe 5	Unvergautscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
5_A	0.25 min Blattrockner
5_B	0.5 min Blattrockner
5_C	4 min Blattrockner
5_D	10 min Blattrockner

Reihe 12	Unvergautscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)
12_A	- Blattrockner
12_B	0.5 min Blattrockner
12_C	10 min Blattrockner

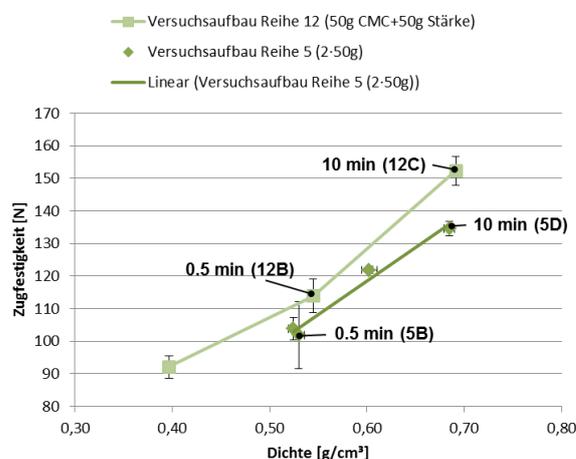
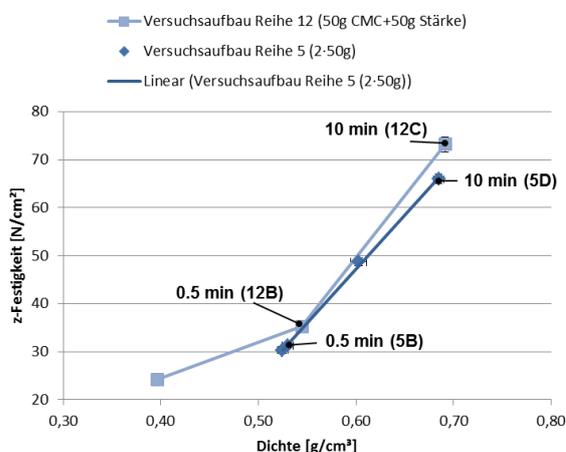


Abb. 3.50: Vergleich von 2-lagigen Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe für (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 12

Tab. 3.22: Messergebnisse zum Vergleich, Versuchsaufbau Reihen 5 und 12

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm³]	z-Festigkeit [N/cm²]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
5_A	198,47	0,524592	30,34	303,39	103,83
5_B	196,13	0,529946	31,27	312,60	101,87
5_C	176,60	0,602620	48,70	486,72	121,90
5_D	148,27	0,684754	65,96	659,59	134,63
12_A	263,583	0,396733	24,19	241,902	92,04
12_B	195,111	0,544664	35,26	352,485	113,89
12_C	149,250	0,691334	73,18	731,758	152,39

Durch Beimengung von Carboxymethylcellulose in einer Blatthälfte und kationische Stärke in der anderen Blatthälfte wurde eine starke Erhöhung der z-Festigkeit erwartet.

Dies trat jedoch nicht ein, was damit begründet werden kann, dass keine Retention der Carboxymethylcellulose auf die Fasern stattfand. Laut *Alén* [44] benötigt man eine kationische Komponente um die anionische Carboxymethylcellulose auf die Faser zu Retentieren.

Des Weiteren hat eventuell auch der Trockengehalt der beiden Blatthälften einen Einfluss auf den Mechanismus der Verbindung der Blätter. Durch längere Entwässerungszeiten der Laborblätter am Blattbildner konnte der Trockengehalt gesteigert werden.

Eine andere Möglichkeit für dieses Ergebnis ist, dass durch die positiv und negativ geladenen Blätter es beim z-Festigkeitsversuch nicht in der Vergautschungsebene zur Trennung kam, sondern in einer der Blatthälften. Die durchgeführte Dickenmessung der Probenhälften nach dem z-Festigkeitsversuch lieferten gute Ergebnisse bezüglich dieser These. Die Dicken der beiden Blatthälften waren unterschiedlich. Die Ergebnisse streuten zwischen 15 und 24 %.

Beim Versuch zwei Blätter unterschiedlicher Ladung miteinander zu verbinden, sollten daher auch Tests mit Blättern die jeweils nur eine der Chemikalie aufweisen durchgeführt werden. Damit können die einzelnen Auswirkungen der chemischen Behandlung auf die z-Festigkeit nachgewiesen werden. Bedingt eine der Chemikalien eine wesentlich schlechtere z-Festigkeit, so wird dieses Blatt jeweils die Schwachstelle sein und in dieser Blatthälfte reißen.

Vortrocknung und Zugabe von Zusatzstoffen

Um die Auswirkungen der Zusatzstoffe auf Laborblätter zu messen, welche mittels Löschkarton vorgetrocknet wurden, erfolgte auch eine Versuchsaufbau Reihe mit entsprechend produzierten Laborblättern, bei denen nur eine Vortrocknung durchgeführt wurde.

Für die nur vorgetrockneten Laborblätter wurde den einzelnen Blätter ($50 \text{ g}/\text{m}^2$) nach dem Abschlagen ein Löschkarton aufgelegt. Diese Blätter wurden anschließend in den Klimaraum gebracht. Die Kontaktzeiten zwischen Papier und Löschkarton waren immer 30 Minuten. Nach dem Kontakt wurden jeweils zwei $50 \text{ g}/\text{m}^2$ Blätter übereinandergelegt. Die anschließende Trockenzeit wurde variiert. Der Genauere Versuchsaufbau kann Tab. 3.23 entnommen werden.

Den mit Zusatzstoffen modifizierten und vorgetrockneten Laborblättern wurden wie bei Versuchsaufbau Reihe 12 vor der Blattbildung jeweils einem Zellstoffverteiler CMC bzw. kationische Stärke zugefügt. Die Dosierung kann Tab. 3.24 entnommen werden. Nach einer Einwirkzeit von 30 Minuten wurden die Laborblätter nach dem Versuchsaufbau Tab. 3.23 gefertigt.

Tab. 3.23: Versuchsaufbau Reihe 8

Benennung	Kontaktzeit mit Löschkarton	Vergautschungsprozess	Trocknung
8 A	30 min.	unvergautscht	frei an der Luft
8 B			0,5 min. Blatttrockner
8 C			10 min. Blatttrockner

Tab. 3.24: Verwendung und Dosierung der Zusatzstoffe

Benennung	Blatt	Stärke-dosierung atro Menge Stärke auf otro Menge Zellstoff	CMC-dosierung atro Menge CMC auf otro Menge Zellstoff
8 A	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%
8 B	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%
8 C	50 g/m ²	1%	-
	50 g/m ²	-	1%

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Beim Vergleich der Ergebnisse der zwei vorhin beschriebenen Versuche kann man anhand Abb. 3.51 erkennen, dass auch in diesem Fall durch Zugabe von Zusatzstoffen eine Erhöhung der beiden Festigkeiten stattfindet. Bei der Trocknung der chemisch behandelten Blätter, frei an der Luft kam es zu abweichenden Ergebnissen. Diese sind darauf zurückzuführen, dass die kationisch und anionisch behandelten Laborblätter sich während des Trocknungsprozesses nicht miteinander verbunden haben, vermutlich durch den erhöhten Trockengehalt welcher durch die Vortrocknung mit dem Löschkarton erzielt wurde.

Die meisten Blätter welche frei an der Luft getrocknet wurden, waren aufgrund dessen unbrauchbar, mit Blättern die eine Verbindung hatten, konnten Tests durchgeführt werden, weshalb ein paar Ergebnisse zustande kamen.

Tab. 3.25 beinhaltet die Messergebnisse der Blätter mit reiner Vortrocknung und der Blätter mit Vortrocknung und Zusatzstoffe.

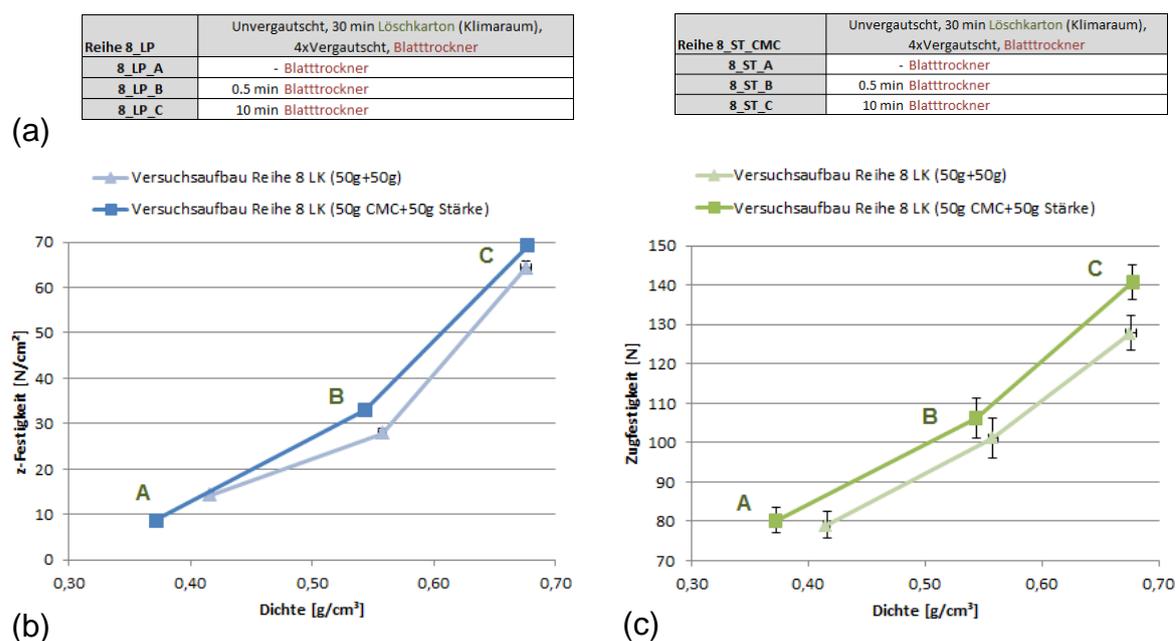


Abb. 3.51: Vergleich von 2-lagigen vorgetrockneten Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe⁹ für (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 8 Löschkarton und Reihe 8 Stärke + CMC

⁹ Die Bezeichnung 8_LP steht für die Blätter mit Vortrocknung, 8_ST für die Blätter mit Vortrocknung und Zugabe von Zusatzstoffen.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Tab. 3.25: Messergebnisse zum Vergleich von vorgetrockneten Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe

	Dicke [μm]	Dichte [g/cm^3]	z-Festigkeit [N/cm^2]	z-Festigkeit [kPa]	Zugfestigkeit [N]
8_LP_A	243,50	0,41573	14,28	142,95	79,10
8_LP_B	180,72	0,55781	27,93	279,31	101,15
8_LP_C	146,00	0,67590	64,37	643,55	127,75
8_ST_A	267,94	0,37217	8,80	88,10	80,24
8_ST_B	184,67	0,54376	33,02	330,19	106,19
8_ST_C	144,75	0,67773	69,27	692,72	140,88

Dieser Versuch liefert ähnliche Ergebnisse wie der Versuchsaufbau Reihe 12. Es gelten hier vermutlich dieselben Zusammenhänge. Bei der Messung der Dicke von den Blatthälften nach dem z-Festigkeitsversuch, ergaben sich jedoch nur für die lange Trocknungszeit starke Unterschiede der Dicke der einzelnen Blatthälften, welche annähernd 15% waren.

3.7 Analyse von Trocknung frei an der Luft und Schrumpfungsbehindert mittels Elastizitätsmodul

Aufgrund der unterschiedlichen Trocknungsmethoden, frei an der Luft und mittels Blatttrockner, welcher eine schrumpfungsbehinderte Trocknung verursacht, soll der Elastizitätsmodul (E-Modul) ermittelt werden. Wie in Kapitel 2.3.4 (Seite 19) bereits erwähnt erfahren die Fasern durch diese Behinderung eine Vorspannung, was in höheren Festigkeiten in x- und y-Richtung des Papiers und somit zu anderen Elastizitäten führt [32]. Ob dies für die z-Richtung auch der Fall ist sollte mittels der Analysen der Elastizitätsmodule überprüft werden.

Der E-Modul eines Papiers beschreibt den linearen Zusammenhang zwischen Spannung und Dehnung. Da Papier hygroskopisch ist, verändert sich der E-Modul durch Feuchteeintrag oder Trocknung erheblich [45]. Für diese Untersuchung wurden die Messwerte von einigen ausgewählten Versuchsaufbau Reihen (5,7 und 8) aus den einzelnen z-Festigkeitsversuchen gemittelt. Genauere Informationen zu den Versuchsaufbau Reihen entnimmt man Tab. 3.11 Seite 53, Tab. 3.14 Seite 61 und Tab. 3.23 Seite 79.

Für die Versuchsaufbau Reihen ergaben sich Diagramme in denen die Zugkraft über die Wegänderung in Zugbelastung aufgetragen wurde (Abb. 3.52, Abb. 3.53 und Abb. 3.55). Für die Betrachtung des E-Moduls wurde dabei die Steigung der Kurven verglichen.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

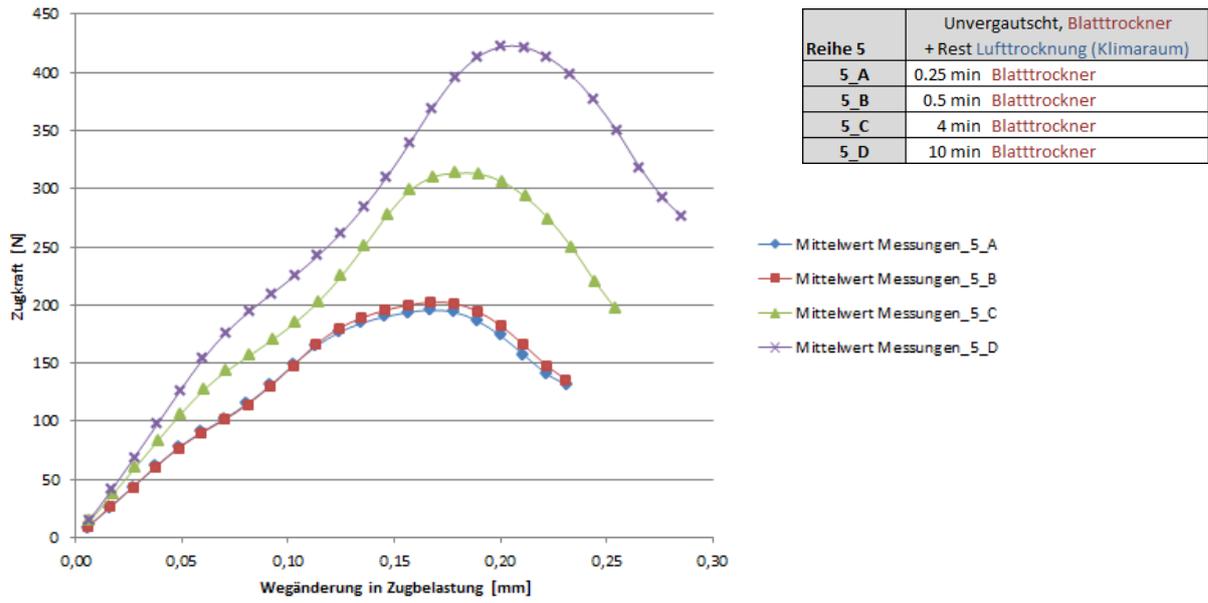


Abb. 3.52: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 5

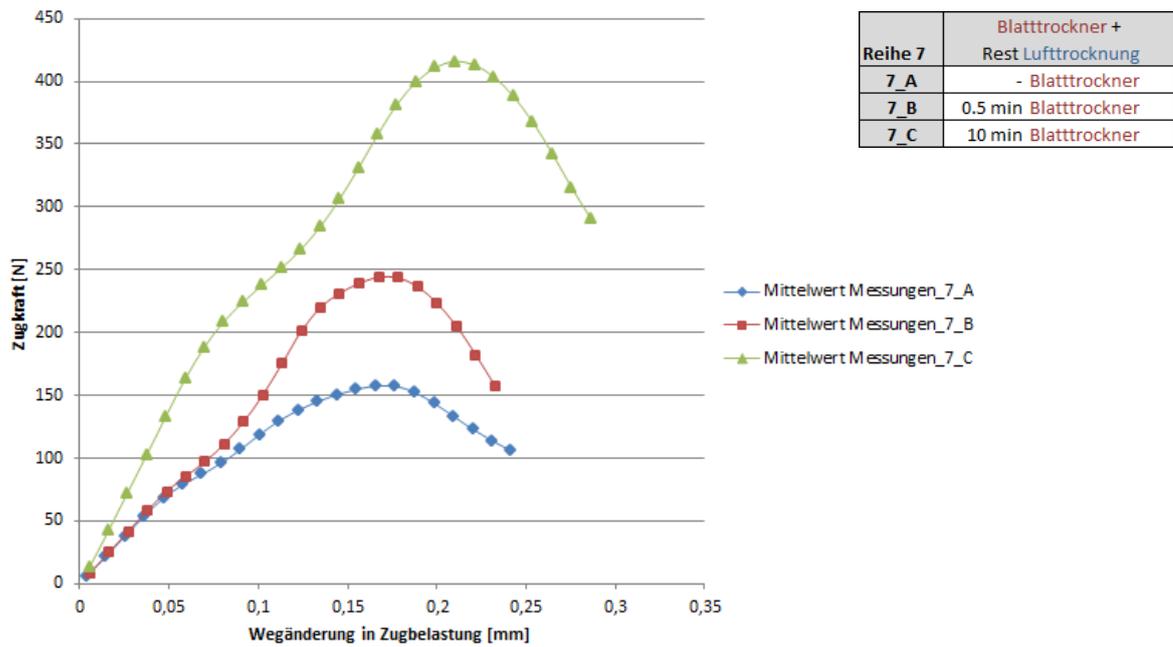


Abb. 3.53: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 7

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Wie man nun anhand der Kurven aus Abb. 3.52 und Abb. 3.53 sehen kann ergeben verschiedene Trocknungsmethoden Unterschiede in der Steigung am Beginn der Messdiagramme. Je länger die Zeit der Laborblätter im Blattrockner war, desto steiler sind die Messkurven an ihren Anfängen. Des Weiteren ist zu sehen, dass bei den Kurven nach einer Phase der Abflachung eine zweite Steigung folgt. Diese ist wie bereits die Anfangssteigung für die unterschiedlichen Trocknungszeiten nicht gleich. Bei Gegenüberstellung der zwei Versuche (Abb. 3.54) zeigt sich, dass die Steigungen am Beginn der Messung für die jeweilig gleichen Zeiten im Blattrockner annähernd gleich sind.

Reihe 5	Unvergautscht, Blattrockner + Rest Lufttrocknung (Klimaraum)	Reihe 7	Blattrockner + Rest Lufttrocknung
5_A	0.25 min Blattrockner	7_A	- Blattrockner
5_B	0.5 min Blattrockner	7_B	0.5 min Blattrockner
5_C	4 min Blattrockner	7_C	10 min Blattrockner
5_D	10 min Blattrockner		

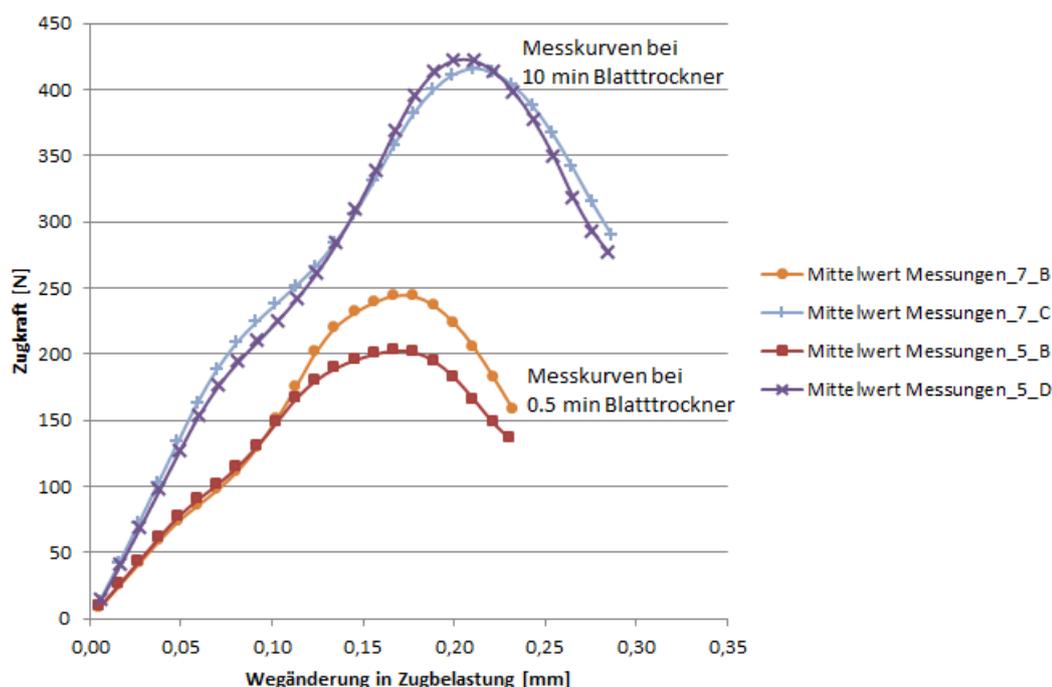


Abb. 3.54: Vergleich der Messkurven für kurze und lange Zeit im Blattrockner

Blätter, welche nur kurze Zeit im Blattrockner verbrachten weisen demnach höhere Dehnungen auf, als jene Blätter die im Blattrockner aufgrund der längeren Trocknungszeit gut verfestigt wurden (siehe Abb. 3.54). Durch die erreichte Vorspannung, bei den Blättern die aufgrund der langen Zeit im Blattrockner schrumpfungsbehindert waren, ergaben sich höhere z-Festigkeiten.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Im Falle des Versuchsaufbaues aus Abb. 3.55 bei dem eine Vortrocknung durch einen Löschkarton stattfand, ist die Steigung am Beginn für alle drei Trocknungsarten gleich. Erst bei der zweiten Steigung zeigen sich Unterschiede.

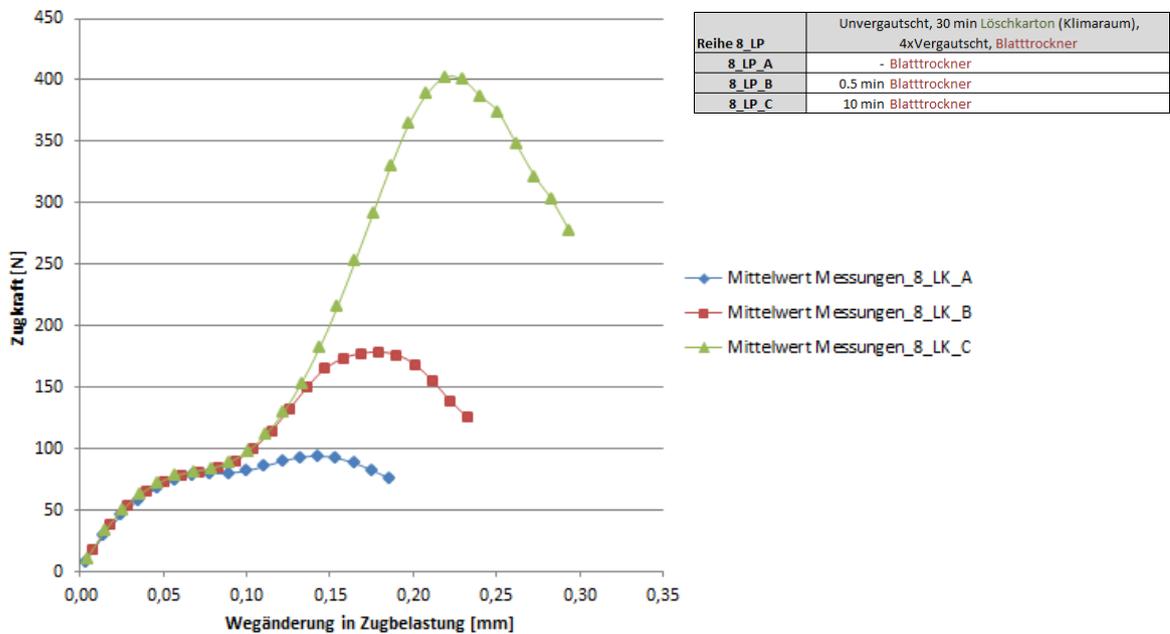


Abb. 3.55: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 8 (Löschkarton)

Die gleichen E-Module am Beginn ließen sich eventuell dadurch erklären, dass durch die Vortrocknung mittels Löschkarton die Blätter bereits einen ausreichend hohen Trockengehalt besaßen, das es in der nachfolgenden Trocknung zu keiner merklich unterschiedlichen Schrumpfung, bzw. Behinderung mehr zwischen den unterschiedlichen Trocknungsmethoden kam.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Aufgrund dessen, dass die z-Festigkeitsversuche zwei Steigungen ergaben, wurde vermutet, dass ein Bereich der Kurve durch das Klebeband kommt. Es wurden deswegen Messungen nur mit dem Klebeband alleine durchgeführt. Dabei wurde eine Lage Klebeband auf den unteren Probeträger geklebt und darauf eine zweite Lage Klebeband. Diese Anordnung wurde in das Messgerät eingespannt und die z-Festigkeit gemessen. Wie sich anhand Abb. 3.56 zeigt besitzt das Klebeband ebenfalls zwei Steigungen.

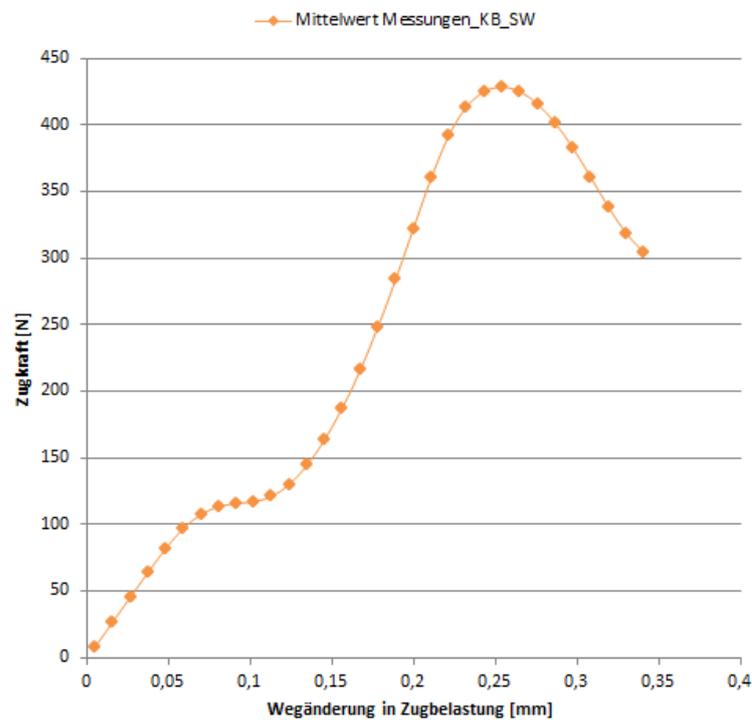


Abb. 3.56: Messungen am Klebeband

Aufgrund dieses Messergebnisses ergab sich noch eine Theorie die diese Kurvenform ermöglichen könnte. Es wäre denkbar, dass diese Kurve aus der Messgerät Mechanik resultiert. Beim Einspannen der Probehalter konnte man zudem spüren, dass die ganze Messapparatur ein leichtes Spiel aufwies.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

In Abb. 3.57 (a) sieht man die komplette Messreihe 4 A. Bei dieser Messreihe wurden die ersten 10 Messungen an einem anderen Tag durchgeführt als die Messungen 11-14.

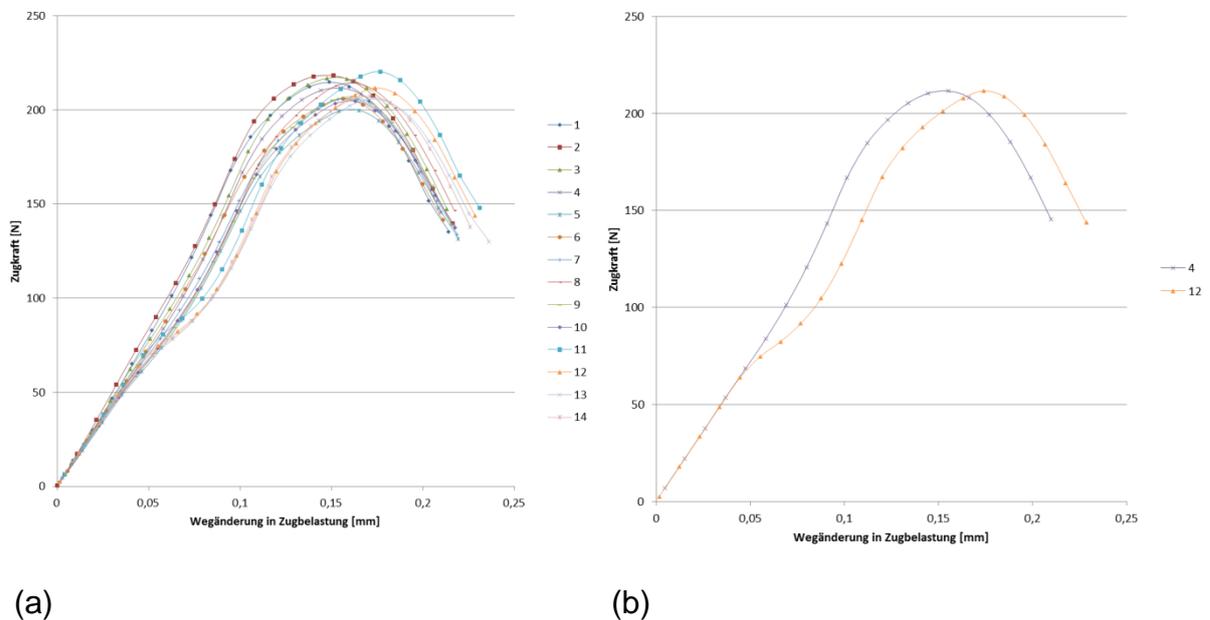


Abb. 3.57: Messkurven der Reihe 4 A (1 mal vergautscht, 0.5 min Blatttrockner, Rest Lufttrocknung); (a) komplette Messreihe; (b) Zwei ausgewählte Messkurven von den zwei verschiedenen Tagen.

Aufgrund dessen, dass die Messkurven an den zwei Tagen stark unterschiedlich waren, ist es wirklich denkbar, dass diese zweite Steigung der Kurven aus der Mechanik des Messgerätes stammt. Um dies zu verdeutlichen wurde aus der Messreihe von den beiden unterschiedlichen Tagen jeweils eine Messkurve herangezogen (Abb. 3.57 (b)). Wie man sehen kann hat die Messkurve vom ersten Tag nur eine Steigung, die Kurve vom zweiten Tag hingegen weist zwei Steigungen auf. Nach einer kurzen Weglänge verläuft diese Kurve jedoch wieder relative Parallel zu der ersten, weshalb in diesem Bereich dem Anschein nach die Versuchsanordnung nachgegeben hat.

3 Ermittlung der spezifischen Bindefestigkeit

Bei der Messung der Klebeband Eigenschaften mittels z-Festigkeitsversuches und anschließender Messung einer Papierprobe, selber Tag selbe Rolle des doppelseitigen Klebebandes, waren die beiden Messkurven, bis zum Punkt des Versagens deckungsgleich (Abb. 3.58). Bei der Papierprobe handelte es sich um ein mit Zusatzstoffen behandeltes Laborblatt, welches mit Löschkarton 30 Minuten vorgetrockneten, viermal vergautschten und 10 Minuten im Blattdrockner getrocknet wurde. Dieser Versuchsaufbau fand in der Vorherigen Arbeit keine Verwendung.

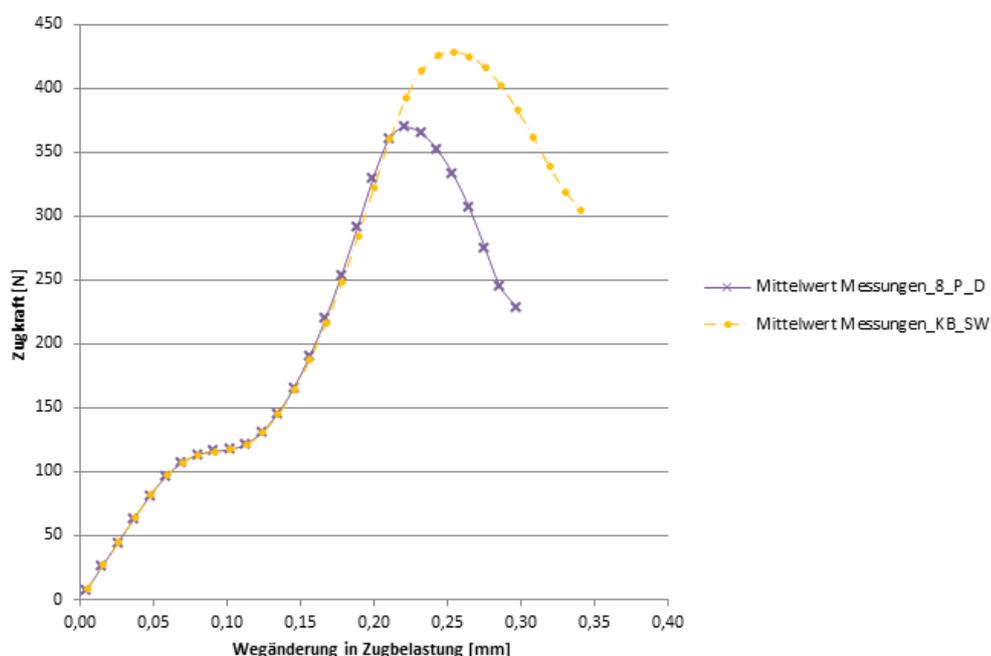


Abb. 3.58: Messkurve des reinen Klebebandes und Messkurve einer Papierprobe

Dieses Ergebnis lässt sich nur dadurch erklären, dass die verwendete Papierprobe im Gegensatz zum Klebeband so steif war, weshalb man bei der Messung der Papierprobe den Dehnungsverlauf des Klebebandes sieht, da das Papier aufgrund seiner Steifigkeit keine sichtbare Dehnung verursachte.

Zusammenfassend kann man nun feststellen, dass durch unterschiedliche Trocknung verschiedene E-Module entstehen. Dennoch ist die Messung des E-Moduls schwierig, da wie es scheint bei der Messung andere Faktoren mit einfließen, als Beispiele seien hier die Mechanik der Messapparatur und die Klebeband Eigenschaften erwähnt. Eine Literaturrecherche über den Einfluss von z-Festigkeitsmessungen bei vorgespannten Blättern würde sich hier noch empfehlen.

4 Zusammenfassung und Ausblick

Bei der labortechnischen Ermittlung von Bindekraft und Bindefläche anhand experimenteller Methoden ist man mit folgenden Herausforderungen konfrontiert.

Die Messung der Bindekraft über z-Festigkeitsversuche unterliegt bereits bei der Probenvorbereitung diversen Schwankungen. Durch die vom Probenvorbereiter manuell durchgeführten Arbeitsschritte, wie dem Aufbringen des Klebebandes, dem Auflegen des Papierteststreifens und der Verpressung mit einer Rolle, kann das Messergebnis prinzipiell beeinflusst werden. Bei den im Rahmen der Diplomarbeit durchgeführten Versuchsreihen konnte jedoch eine gute Reproduzierbarkeit nachgewiesen werden, womit die Einflüsse der nicht automatisierten Probenvorbereitung eher eine untergeordnete Rolle spielen.

Dennoch wäre für eine zuverlässige Reproduzierbarkeit der Messergebnisse eine Messmethode, welche auch die Probenvorbereitung inkludiert, von Vorteil. Für die industrielle Anwendung der z-Festigkeitsmessung im Rahmen der durchgehenden Qualitätskontrolle wäre zudem ein automatisiertes Lösen der Klebeband- und Papierrückstände von den Probenhaltern unumgänglich.

Darüber hinaus wurde durch Untersuchungen am eingesetzten Klebeband festgestellt, dass die Klebekraft für stärker gebundene Papiere bereits an ihre Grenzen stößt. Für die im Zuge dieser Arbeit getätigten Versuche war diese jedoch gerade noch ausreichend.

Zur Überprüfung des Einflusses der Schrumpfung wurden Analysen des Elastizitätsmoduls von Proben mit unterschiedlichen Trocknungszeiten durchgeführt. Dabei konnte jedoch nicht eindeutig festgestellt werden, ob die gemessenen Elastizitäten primär von der Mechanik der Messapparatur oder von dem eingesetzten Klebeband resultieren, oder ob es sich um die Elastizität der getesteten Laborblätter handelt.

Hier sollten noch weitere Literaturrecherchen bezüglich dem Einfluss von z-Festigkeitsmessungen bei vorgespannten Blättern durchgeführt werden.

Zur Messung der Bindefläche ist bis dato keine einfach umzusetzende Methode, welche präzise und schnelle Resultate liefert, verfügbar. Dies wurde durch die in Kapitel 3 dargestellten Messergebnisse des Lichtstreuungskoeffizienten an ausgewählten Versuchsreihen veranschaulicht. Somit bestand eine Zielsetzung der Diplomarbeit darin, durch Färbung fertiger Blätter und im Anschluss durchgeführter z-Festigkeitsprüfungen, die zuvor verbundenen Flächen mittels optischer Methoden wie Flachbettscanner und. Auflicht-Mikroskop zu visualisieren.

Durch die eingesetzte Färbemethode sollte die Farbe jedoch nicht in die Bindestellen eindringen, sondern nur an ungebundenen Stellen auf den Fasern anhaften. Mit dem Flachbettscanner durchgeführte Messungen lieferten zwar unmittelbar Resultate, diese waren jedoch aufgrund optischer Reflexionen nicht verwertbar. Mit dem Auflicht-Mikroskop konnte man Unterschiede zwischen den Aufnahmen von ungefärbten und den gefärbten Blättern erkennen.

Die Schwierigkeit die sich nun durch Ermittlung der Bindeflächen für gefärbte Blätter ergibt, ist die genaue Berechnung der Bindefläche, da es keine scharfe Abgrenzung zwischen den hellen Stellen, welche die Bindefläche darstellen, und den dunkleren Stellen gibt. Eine qualitative Auswertung wäre somit kompliziert.

Für eine genauere Überprüfung müssten außerdem die exakt gegenüberliegende Stellen mitgescannt werden, um diese beiden Bilder übereinanderlegen zu können um festzustellen, ob die Bindeflächen übereinstimmen.

Im Hinblick auf zukünftige Forschungstätigkeiten wäre es daher von Interesse diese Färbeversuche für Blätter unterschiedlicher Bindekraft, mit besonderem Fokus auf die Veränderung der gebundenen Fläche, weiter zu verfolgen. Dabei sollte auch die Farbmischung sowie die Farbe variiert und diese Proben ebenfalls mikroskopischen Untersuchungen unterzogen werden.

Für die Ermittlung der Bindekraft von vergautschten Laborblättern sollte die flächenbezogene Masse ein Maximum aufweisen. Zuverlässig reproduzierbare Ergebnisse wurden mit gewählten flächenbezogenen Massen von 50 g/m^2 je Blatthälfte erreicht. Unterhalb dieses Gewichtes kam es durch den Vergautschungsprozess zu einer Zerstörung der Blätter. Durch die Verwendung unterschiedlicher Grammaturen konnte kein wesentlicher Einfluss auf die z-Festigkeit nachgewiesen werden.

Durch eine höhere Anzahl an Vergautschungsvorgängen konnte die z-Festigkeit in geringem Masse gesteigert werden. Aufgrund der Vergautschungshäufigkeit kam es jedoch zu einer Beschädigung der Laborblätter wodurch deren Zugfestigkeit reduziert wurde.

Die unterschiedliche Trocknungsmethoden erzielten den stärksten Einfluss auf Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Das Vergautschen hatte ebenfalls eine Auswirkung auf die Dichte, Zugfestigkeit und z-Festigkeit. Ein Vermischen von unterschiedlicher Trocknungsmethoden und Vergautschungshäufigkeiten sollte jedoch vermieden werden.

Blätter, die nach dem Abschlagen vom Sieb mit Hilfe eines Löschkartons vorgetrocknet wurden, konnten durch den höheren Trockengehalt zerstörungsfrei vergautscht werden. Dieser Versuch ergab eine sinnvolle Methode um die Bindungsfläche zu verändern, ohne anderen Parameter, wie Dichte oder Zugfestigkeit, zu variieren. Es änderte sich nur die Kontaktfläche zwischen den zwei Blättern. Da bei diesem Versuch keine Messungen mit null Minuten Kontaktzeit mit dem Löschkarton durchgeführt wurden, wäre es von Interesse diesen Punkt in zukünftigen Analysen mitzumessen. Ebenso wäre es interessant noch eine Probe anzufertigen, welche eine wesentlich längere Kontaktzeit mit dem Löschkarton besitzt (z.B. 120 Minuten).

Beim Vergleich von 1-lagigen und 2-lagigen Laborblättern kommt man zu dem Schluss, dass für voluminöse Papiere eine gute Vernetzung zwischen den Lagen wichtig ist, weswegen die z-Festigkeit der 100 g/m^2 Blätter für kurze Trocknungszeiten höher ist, als für die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$. Bei einem, durch lange Trocknungszeiten im Blatttrockner gut verfestigten Blatt, erscheint der Einfluss der Vernetzung unwichtig.

Bei der Zugfestigkeit haben die $2 \cdot 50 \text{ g/m}^2$ Blätter höhere Werte. Dies lässt sich dadurch erklären, dass die 2-lagigen Blätter ein Verhalten ähnlich zwei einzelnen Blättern zu je 50 g/m^2 aufweisen, und daher in Summe höhere Zugfestigkeiten ergeben.

Durch Zugabe kationischer Stärke ergab sich eine Steigerung der z-Festigkeit sowie der Zugfestigkeit bei gleicher Dichte. Dieser Effekt resultiert aus einer stärkeren Faser-Faser Bindung.

Durch Beimengung von Carboxymethylcellulose in einer Blatthälfte und Stärke in der anderen Blatthälfte wurde eine starke Erhöhung der z-Festigkeit erwartet. Dies trat jedoch nicht ein, was damit begründet werden kann, dass keine Retention der Carboxymethylcellulose auf die Fasern stattfand. Des Weiteren hat eventuell auch der Trockengehalt der beiden Blatthälften einen Einfluss auf den Mechanismus der Verbindung der Blätter. Durch längere Entwässerungszeiten der Laborblätter am Blattbildner konnte der Trockengehalt gesteigert werden.

Eine andere Möglichkeit für dieses Ergebnis ist, dass durch die positiv und negativ geladenen Blätter es beim z-Festigkeitsversuch nicht in der Vergautschungsebene zur Trennung kam, sondern in einer der Blatthälften. Die durchgeführte Dickenmessung der Probenhälften nach dem z-Festigkeitsversuch lieferten dazu entsprechende Ergebnisse. Die Ergebnisse streuten zwischen 15 und 24 %.

Beim Versuch zwei Blätter unterschiedlicher Ladung miteinander zu verbinden, sollten daher auch Tests mit Blättern die jeweils nur eine der Chemikalien aufweisen, durchgeführt werden. Damit können die einzelnen Auswirkungen der chemischen Behandlung auf die z-Festigkeiten nachgewiesen werden. Bedingt eine der Chemikalien eine wesentlich schlechtere z-Festigkeit, so wird dieses Blatt jeweils die Schwachstelle sein und in dieser Blatthälfte reißen.

Abkürzungsverzeichnis

DIN	Deutsches Institut für Normung e. V.
EN	Europäische Norm
ISO	Internationale Organisation für Standardisation
SBS	specific bond strength (spezifische Bindefestigkeit)
IBS	internal bond strength (innere Bindekraft)
sec	Sekunden
min	Minuten
CMC	Carboxymethylcellulose
RBA	relative bonded area (relative Bindefläche)
PCT	Peel-Cohesion-Test
DT	Delamination-Test
CBT	Cantilever-Beam-Test
ZDTT	z-Direction-Tensile-Test
ShT	Shear strength test
SCS	Schertrennfestigkeit
SBT	Scott-Bond-Test
°C	Grad Celsius
kPa	Kilo Pascal
TMP	thermomechanischer Holzstoff (thermomechanical pulp)

Abkürzungsverzeichnis

atro	absolut trocken
otro	ofen trocken
E-Modul	Elastizitätsmodul

Abbildungsverzeichnis

Abb. 2.1: (a) Peel-Cohesion-Test [2]; (b) Delamination-Test [2].....	5
Abb. 2.2: Cantilever-Beam-Test	6
Abb. 2.3: Drei möglichen Modi: (a) Modus <i>I</i> , normale Belastung des Bruches; (b) Modus <i>II</i> und (c) Modus <i>III</i> sind Scherbeanspruchungen in verschiedene Richtungen des Bruches [4].	6
Abb. 2.4: Festigkeit in z-Richtung.....	7
Abb. 2.5: Shear strength-Test für (a) einfache (b) doppelte Überlappung [4].....	8
Abb. 2.6: Scott-Bond-Test [2]	9
Abb. 2.7: Schematische Darstellung des Adsorptionsvorganges an einer Oberfläche	11
Abb. 2.8: Schematische Darstellung des Faser-Faser-Kontakts im Zusammenhang mit Lichtstreuung [26]. Alle Bereiche mit einem Abstand $d < \lambda/2$ (λ entspricht der Wellenlänge des Lichtes) erscheinen optisch gebunden.....	16
Abb. 2.9: Papierdicke	18
Abb. 2.10: Trocknung der Fasern (a) frei an der Luft; (b) schrumpfungsbehindert [31]	19
Abb. 3.1: Zweilagige Papierbahn, durch zwei separate Soffaufläufe [35].....	21
Abb. 3.2: Füllkammer	22
Abb. 3.3: Vergautschung Zweier Laborblätter	22
Abb. 3.4: Vergautschungsprozess.....	23
Abb. 3.5: Vergautschungsprozess – Funktionsweise; z.B.: dreimal vergautscht.....	23

Abb. 3.6: Zwick/Roell - Messgerät.....	25
Abb. 3.7: Probenträger	25
Abb. 3.8: Prüfaufbau	26
Abb. 3.9: Messeinstellungen [6]	26
Abb. 3.10: (a) Einfluss des ersten Farbansatzes auf die z-Festigkeit; (b) Messergebnisse des ersten Farbansatzes.....	29
Abb. 3.11: 2-lagige Blätter: (a) Veränderung der z-Festigkeit aufgrund des 2.ten Farbansatzes (b) Dichteänderungen	31
Abb. 3.12: 1-lagige Blätter: (a) Veränderung der z-Festigkeit aufgrund des 2.ten Farbansatzes (b) Dichteänderungen	32
Abb. 3.13: Epson Flachbettscanner	34
Abb. 3.14: Scanaufnahmen (a) Original; (b) Blatt um 90° im Uhrzeiger gedreht; (c) Blatt um 180° gedreht; (d) Blatt um 270° im Uhrzeiger gedreht	34
Abb. 3.15: Auflicht-Mikroskop.....	35
Abb. 3.16: IFM Aufnahme der Oberfläche eines mittels ersten Farbansatz gefärbten 2 · 50gm ² Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte.....	36
Abb. 3.17: IFM Aufnahme der Oberfläche eines mittels ersten Farbansatz gefärbten 100gm ² Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte	36
Abb. 3.18: IFM Aufnahme eines mittels ersten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen 2 · 50gm ² Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte	37
Abb. 3.19: IFM Aufnahme eines mittels ersten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen 100gm ² Blattes. (a) 4x4mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte.....	37

Abb. 3.20: IFM Aufnahme eines mittels zweiten Farbansatz gefärbten und in z-Richtung gerissenen $2 \cdot 50\text{gm}^2$ Blattes. (a) 3x3mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte38

Abb. 3.21: IFM Aufnahme eines Probeblattes ungefärbt (Nr. 5-A) und in z-Richtung gerissenen $2 \cdot 50\text{gm}^2$ Blattes. (a) 3x3mm Ausschnitt; (b) Detailausschnitte38

Abb. 3.22: Direkter Vergleich der $2 \cdot 50\text{gm}^2$ Blättern: (a) Blattoberfläche, 1.ter Farbansatz; (b) Rissebene, 1.ter Farbansatz; (c) Rissebene, 2.ter Farbansatz; (d) Rissebene, ungefärbtes Blatt.39

Abb. 3.23: Auswirkungen der unterschiedlichen Trocknungszeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten: (b) geringe Änderung der Trocknungszeit; (c) große Änderung der Trocknungszeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 541

Abb. 3.24: Einfluss unterschiedlicher Vortrocknungszeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten in Abhängigkeit (b) Trockengehalt; (c) Papierdichte; (a) Versuchsaufbau Reihe 642

Abb. 3.25: : (b) Einfluss der Trocknungszeiten auf den Lichtstreuungskoeffizienten und (c) dazugehörige Messergebnisse; (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 543

Abb. 3.26: Vergleich des Versuchsaufbaues Reihe 4 bis 7: (a) Lichtstreuungskoeffizienten; (b) Messergebnisse.....44

Abb. 3.27: Laborblätter unterschiedlicher Grammaturn46

Abb. 3.28: Einfluss der Grammaturn und der Vergautschung auf die z-Festigkeit47

Abb. 3.29: Vergleich von Trocknungsarten.....49

Abb. 3.30: Vergautschte Blätter.....51

Abb. 3.31: Auswirkung der Vergautschungshäufigkeit auf z-Festigkeit51

Abb. 3.32: Auswirkung der Vergautschungshäufigkeit auf Zugfestigkeit52

Abb. 3.33: Auswirkungen durch geringe Veränderung der Trocknungszeit (einmal vergautscht): (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit54

Abb. 3.34: Auswirkungen durch starke Veränderung der Trocknungszeit (unvergauscht): (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit	54
Abb. 3.35: Einfluss der Trocknungszeiten auf die (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit. sowie (a) Versuchsaufbau Reihe 4 und 5.....	55
Abb. 3.36: Messergebnisse vom Einfluss der Trocknungszeiten für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit.....	56
Abb. 3.37: (a) Trockengehaltskurve; (b) Trockengehaltsmessung	58
Abb. 3.38: Einfluss unterschiedlicher Trocknungszeiten auf die z-Festigkeit in Abhängigkeit (a) Trockengehalt; (b) Papierdichte	58
Abb. 3.39: Einfluss unterschiedlicher Trocknungszeiten auf die Zugfestigkeit in Abhängigkeit (a) Trockengehalt; (b) Papierdichte	59
Abb. 3.40: (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 6; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit ;.....	60
Abb. 3.41: (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 7; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit (d) und (e) Messergebnisse	63
Abb. 3.42: Wirkung von Druck auf die Zugfestigkeit gegenüber der Grammatur von Fichte-Laborblättern [40]	64
Abb. 3.43: Ergebnis der z-Festigkeitsmessung von halb gefärbten Blättern	66
Abb. 3.44: 1-lagig und 2-lagige Blätter im Vergleich zu mit Basazol gefärbten 2-lagigen Blätter. (a) Versuchsaufbau Reihe 9, Reihe 11_50 und Reihe 11_100; Vergleich der (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit und der Messwerte der Blätter für (d) z-Festigkeit; (e) Zugfestigkeit	68
Abb. 3.45: Zusammenfassung der Messwerte gegenüber der Dichte für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit; (c) Versuchsaufbau Reihen 3 - 7	71
Abb. 3.46: Zusammenfassung der Messwerte gegenüber dem Lichtstreuungskoeffizienten für (a) z-Festigkeit; (b) Zugfestigkeit.....	72

Abb. 3.47: Strukturformel für kationische Stärke [41]	73
Abb. 3.48: Strukturformel für CMC [42]	73
Abb. 3.49: Vergleich von 1-lagigen Blättern mit und ohne Stärke Zugabe in ihrer (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 7 und 10	75
Abb. 3.50: Vergleich von 2-lagigen Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe für (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 5 und Reihe 12	77
Abb. 3.51: Vergleich von 2-lagigen vorgetrockneten Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe für (b) z-Festigkeit; (c) Zugfestigkeit; (a) Versuchsaufbau Reihe 8 Löschkarton und Reihe 8 Stärke + CMC	81
Abb. 3.52: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 5	84
Abb. 3.53: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 7	84
Abb. 3.54: Vergleich der Messkurven für kurze und lange Zeit im Blattdrockner	85
Abb. 3.55: Messdiagramm für Versuchsaufbau Reihe 8 (Löschkarton)	86
Abb. 3.56: Messungen am Klebeband	87
Abb. 3.57: Messkurven der Reihe 4 A (1 mal vergautscht, 0.5 min Blattdrockner, Rest Lufttrocknung); (a) komplette Messreihe; (b) Zwei ausgewählte Messkurven von den zwei verschiedenen Tagen	88
Abb. 3.58: Messkurve des reinen Klebebandes und Messkurve einer Papierprobe ..	89

Tabellenverzeichnis

Tab. 2.1: Methoden zur Messung der Bindekraft.....	4
Tab. 3.1: Färbung 1	28
Tab. 3.2: Färbung 2.....	30
Tab. 3.3: Messergebnisse des 2.ten Farbansatzes der 100gm ² und 2 · 50gm ² Blätter	33
Tab. 3.4: Versuchsaufbau Reihe 1	45
Tab. 3.5: Messergebnisse für z-Festigkeit.....	47
Tab. 3.6: Versuchsaufbau Reihe 2	48
Tab. 3.7: Messergebnisse zu Trocknungsarten.....	49
Tab. 3.8: Versuchsaufbau Reihe 3	50
Tab. 3.9: Messwerte der Vergautschungshäufigkeit.....	52
Tab. 3.10: Versuchsaufbau Reihe 4	53
Tab. 3.11: Versuchsaufbau Reihe 5	53
Tab. 3.12: Versuchsaufbau Reihe 6	57
Tab. 3.13: Messwerte der Versuchsanordnung Reihe 6	59
Tab. 3.14: Versuchsaufbau Reihe 7	61
Tab. 3.15: Messergebnisse des Versuchsaufbaues Reihe 7	62
Tab. 3.16: Versuchsaufbau Reihe 9	65
Tab. 3.17: Versuchsaufbau Reihe 11 für 2 · 50gm ² und 100gm ²	67

Tab. 3.18: Versuchsaufbau Reihe 10	74
Tab. 3.19: Messergebnisse zum Vergleich, Versuchsaufbau Reihen 7 und 10	75
Tab. 3.20: Verwendung und Dosierung der Zusatzstoffe	76
Tab. 3.21: Versuchsaufbau Reihe 12	76
Tab. 3.22: Messergebnisse zum Vergleich, Versuchsaufbau Reihen 5 und 12	77
Tab. 3.23: Versuchsaufbau Reihe 8	79
Tab. 3.24: Verwendung und Dosierung der Zusatzstoffe	80
Tab. 3.25: Messergebnisse zum Vergleich von vorgetrockneten Laborblättern mit und ohne Zusatzstoffe	82

Literaturverzeichnis

- [1] Meitinger, H. und Fürst, T.: *Eine neue und effiziente Testmethode zur Messung der Festigkeit von Papier und Karton in z-Richtung*. 14th PTS Symposium, Chemische Technologie der Papierherstellung. München, 11.-14. Sept. 2000, S. 1-10.

- [2] Koubaa, A. und Koran, Z.: Measure of the internal bond strength of paper/board. In: *Tappi Journal*, 78 (3), März 1995, S. 103-111.

- [3] Stratton, R.A.: *Characterization of Fiber-Fiber bond strength from paper mechanical properties*. International Paper Physics Conference. Hawaii, 22. - 26. Sept. 1991, S. 561-577.

- [4] Stenberg, N.: *Mechanical properties in the thickness direction of paper and paperboard*. Schweden: Royal Institute of Technology SE-100 44 Stockholm, 1999. 69 S. Licentiate Thesis no.69.

- [5] van den Akker, J.A.: Instrumentation Studies. LXIX. General Discussion of the Measurement of Adhesion and Cohesion. In: *TAPPI*, Vol. 35 (4), April 1952, S. 155 A - 162 A.

- [6] TAPPI: *Internal bond strength of paperboard (z-direction tensile)*. T 541 om-05, Atlanta: TAPPI PRESS, 2005.

- [7] PAPDAC: *Z-Directional Strength of Paper and Paperboard*. D 37, : Pulp and Paper Technical Association of Canada, 2012.

- [8] Scandinavian Pulp, Paper and Board Testing Committee: *Z-directional tensile strength*. SCAN-P 80:98, Schweden: KCL, PFI, STFI-Packforsk, 1998.
- [9] von Döbeln, C.: *Chemical Routes for Improving Z-Strenght on Laboratory Sheets*. Sweden: Uppsala University Sweden, 2005. 48 S. Master of Science Thesis.
- [10] Fürst, T.: *A new instrument capable of measuring cross machine profiles of internal bond strength*. Engineering/Process and product quality conference and trade fair. Anaheim, 1999, S. 1-8.
- [11] Wink, W.A. und Van Eperen, R.H.: Evaluation of z-Direction Tensile Strength. In: *Tappi Journal*, Vol. 50 (8), Aug. 1967, S. 393-400.
- [12] Byrd, V.L.; Setterholm, V.C. und Wichmann, J.F.: Method for measuring the interlaminar shear properties of paper. In: *Tappi*, Vol. 58 (10), Okt. 1975, S. 132-135.
- [13] Blockman, A.F. und Wikstrand, W.C.: Interfiber Bond Strength of Paper. In: *TAPPI*, Vol. 41 (3), März 1958, S. 191 A - 194 A.
- [14] Fellers, C.; Östlund, S. und Mäkelä, P.: Evaluation of the Scott bond test method. In: *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, Vol: 26 (2), 2012, S. 231-236.
- [15] Brunauer, S.; Emmett, P.H. und Teller, E.: Adsorption of Gases in Multimolecular Layers. In: *Journal of the American Chemical Society*, Februar 1938, S. 309-319.

- [16] Ingmanson, W.L. und Thode, E.F.: Factors Contributing to the Strength of a Sheet of Paper II. Relative Bonded Area. In: *Tappi Journal*, 42 (1), 1959, S. 83-93.
- [17] Eriksson, M.; Torgnydotter, A. und Wagberg, L.: Surface Modification of Wood Fibers Using the Polyelectrolyte Multilayer Technique: Effects on Fiber Joint and Paper Strength Properties. In: *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 45 (15), 2006, S. 5279-5286.
- [18] Haselton, W.R.: Gas Adsorption by Wood, Pulp, and Paper. In: *TAPPI*, Vol. 38 (12), 1955, S. 716-723.
- [19] Gericke, S.: *Oberflächenmodifizierung von Lactose mit überkritischem CO₂*. Bonn: Rheinischen Friedrich-Wilhelms-Universität, 2003. 113 S. Dissertation.
- [20] N, N.: *BET-Oberfläche einer mesoporösen Substanz*. Westfälische Wilhelms-Universität Münster. Münster. 2007. http://www.uni-muenster.de/imperia/md/content/physikalische_chemie/praktikum/skript_bo.pdf
- [21] Tomas, J.: *Aufbereitungstechnik und Recycling*. Otto von Guericke Uni Magdeburg. Magdeburg. 2011. Skriptum zur Vorlesung.
- [22] ISO: *Paper-Determination of light scattering and absorption coefficients (using Kubelka-Munk theory)*. ISO 9416:1998(E), : International Standard, 1998.
- [23] Bannwarth, H.; Kremer, B.P. und Schulz, A.: *Basiswissen Physik, Chemie und Biochemie*. 2. Auflage, : Springer. Seite 123.

- [24] Giancoli, D.C.: *Physik: Lehr- und Übungsbuch*. 3. Auflage, : Pearson. Seite 1090.
- [25] Swanson, J.W. und Steber, A.J.: Fiber Surface Area and Bonded Area. In: *Tappi Journal*, Vol. 42 (12), 1959, S. 986-994.
- [26] Lindström, T.; Wagberg, L. und Larsson, T.: *On the nature of joint strength in paper - a review of dry and wet strength resins used in paper manufacturing*. : STFI-PF report, 2005. 1-132 S.
- [27] Hieta, K. et al.: *Bonding ability of pulp fibers*. Tappi Papermakers Conference Proceedings. TAPPI PRESS, 1990, S. 123-131.
- [28] Batchelor, W. und He, J.: A new method for determining the relative bonded area. In: *Tappi Journal*, Vol. 4 (6), Juni 2005, S. 23-28.
- [29] PaperNet. PaperNet Papier & Drucklexikon. URL: <http://www.papernet.at/Service/PapierDruckLexikon.aspx>. Zugriff am: 30. Mai 2012.
- [30] Europapapier. Papierprüfung - Grundeigenschaften. URL: <http://www.europapier.com/at/service/news/papierpruefung/grundeigenschaften>. Zugriff am: 30 Mai 2012.
- [31] Bauer, W.: *Papier- und Kartonherstellung*. Graz. 2009/2010. Skriptum zur gleichnamigen Vorlesung.
- [32] Mäkelä, P.: *Effect of drying conditions on the tensile properties of paper*. 14th Fundamental Research Symposium. Oxford, 2009, S. 1079-1094.

- [33] Karlsson, H.: *Strength Properties of Paper produced from Softwood Kraft Pulp - Pulp Mixture, Reinforcement and Sheet Stratification*. Karlstad: Karlstad University, 2010. 109 S. Dissertation.
- [34] Bos, J.H. et al.: *Das Papierbuch*. DB Houten: EPN Verlag, 1999.
- [35] Blount, R.: *Is multi-ply the answer?* 2001 Papermaking Conference Proceedings. Tappi Journal, 2001, S. 1-8.
- [36] ZWICK / Roell. URL:
<http://www.zwickroell.it/de/anwendungen/papier/pruefungen-an-wellpappen-rohpapieren/internal-bond-test.html>. Zugriff am: 15. April 2012.
- [37] Dörsam, P.D.-I.E. Tu-Darmstadt, 2010/2011. URL: http://www.idd.tu-darmstadt.de/media/fachgebiet_idd/studium_und_lehre/vorlesungen_4/konstruktionsprinzipien_im_druckmaschinenbau/ws201011_1/kid_ws1011_7_tiefdruck_v1.pdf. Zugriff am: April 2012.
- [38] Girlanda, O. und Fellers, C.: Evaluation of the tensile stress-strain properties in the thickness direction of paper material. In: *Nordic Pulp and Paper Research Journal*, Vol. 22 (1), 2007, S. 49-56.
- [39] Andersson, C. und Fellers, C.: *Evaluation of the stress-strain properties in the thickness direction - particularly for thin and strong papers*. Progress in Paper Physics Seminar, FPInnovation. Montreal, 2010, S. 1-8.
- [40] l'Anson, S.J.; Sampson, W.W. und Sevajee, C.R.: *New perspectives on the influence of formation and grammage on sheet strength*. PAPTAC Annual Meeting. Montreal, 2007, S. 1-4.

- [41] MINI-ENCYCLOPEDIA of Papermaking Wet-End Chemistry. URL:
<http://www4.ncsu.edu/~hubbe/CST.htm>. Zugriff am: 25. Sept. 2012.
- [42] MISSOURI University of science and technology - The coatings Institute. URL:
<http://coatings.mst.edu/v6i1/v6i2/>. Zugriff am: 25. Sept. 2012.
- [43] Singh, S.P.: Relationship of z-tensile strength with in-plane strength properties of paper. In: *Indian Journal of Chemical Technology*, Indien, Vol. 14, Mai 2007, S. 317-320.
- [44] Alén, R.: *Papermaking Chemistry*. 2. Edition, Helsinki: Finnish Paper Engineers' Association/Paperi ja Puu Oy, Bd. 4, 2007.
- [45] Beltz, R. WAN-IFRA. URL:
[http://www.ifra.com/website/news.nsf/All/8105FA2DBAD88492C125705100308AF6/\\$FILE/emco_Druckprozess.pdf](http://www.ifra.com/website/news.nsf/All/8105FA2DBAD88492C125705100308AF6/$FILE/emco_Druckprozess.pdf). Zugriff am: 21 Aug. 2012.
- [46] MONDI. URL: <http://www.mondigroup.com/products/desktopdefault.aspx/tabid-1809/>. Zugriff am: 15. April 2012.
- [47] 3M , 2012. URL:
http://solutions.3m.com/wps/portal/3M/en_US/Manufacturing/Industry/Product-Catalog/Online-Catalog/?PC_7_RJH9U5230GE3E02LECFTDQGLE0000000_nid=FRGXHM5RDNgSsMQ9D4G2RVgl40X3D3VD7Xbl. Zugriff am: 9. Juli 2012.