



Diplomarbeit

---

**Modifizierung des Burnout- Tests  
zur Evaluierung  
der Strich- und Füllstoffverteilung holzhaltiger Papiere**

---

vorgelegt von  
Matthias Trimmel

Betreuer  
Ass.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ulrich Hirn

Institut für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik  
Technische Universität Graz  
Kopernikusgasse 24/II  
8010 Graz

Graz, im Mai 2011

## Kurzfassung

Eine gleichmäßige Strichdickenverteilung ist die Voraussetzung für ein homogenes Druckbild. Mithilfe des Burnout- Tests kann die Strichverteilung am Papier sichtbar gemacht werden. Dieser 1967 von W. Irby und später weiterentwickelte Test hat den großen Vorteil, dass dieser sehr einfach, schnell und kostengünstig ist, jedoch mit dem großen Nachteil, dass die Anwendbarkeit auf holzfreie Papiere beschränkt ist.

Durch eine Modifizierung des Burnout- Tests ist es gelungen, diesen Test auch bei holzhaltigen Papieren anzuwenden. Diese Modifizierung umfasst die Änderung des Verkohlungskatalysators, sowie eine Abwandlung der Durchführungsparameter. Das bislang verwendete Ammoniumchlorid, wurde durch ein handelsübliches Brandschutzmittel ersetzt, die Imprägnierdauer erhöht, sowie die Vortrocknung und die Verkohlung verändert.

Die Anwendbarkeit des modifizierten Burnout- Tests wurde an gestrichenem Papier (LWC) sowie ungestrichenem Papier (SC) untersucht. Durch die Modifizierung ist eine vollständige Verkohlung der Faser möglich, wobei der Strich in seiner Farbe weitgehend unverändert bleibt. Dadurch entsteht ein hoher Kontrast zwischen Fasermaterial und Strich, welcher eine Untersuchung der Strichverteilung ermöglicht.

Die vorläufig ersten Experimente der Verkohlung von ungestrichenem Papier zur Visualisierung der Füllstoffverteilung an der Papieroberfläche liefern ebenfalls gute Ergebnisse. Eine vollständige Schwärzung der Fasern ist möglich, der im Papier vorhandene Füllstoff bleibt in seiner Farbe weitgehend unverändert. Eine genaue Aussage über die Verteilung der Füllstoffe im Rahmen dieser Arbeit ist jedoch nicht möglich.

Die Qualität der Ergebnisse des modifizierten Burnout- Tests ist von verschiedenen Einflussfaktoren wie zum Beispiel der Temperatur und Dauer von Vortrocknung und Verkohlung sowie der Imprägnierdauer abhängig. Um die Reproduzierbarkeit dieses Verfahrens zu gewährleisten werden diese Einflüsse genau beschrieben.

Weiters werden die im Laufe der Entwicklung aufgetretenen Probleme beschrieben und anhand von Abbildungen gezeigt, sowie die Vor- und Nachteile dieses Verfahrens diskutiert.

## Abstract

An even distribution of coating layer thickness is important for a homogenous print image. The coat weight distribution on paper can be examined using the burn out test. This test, which was developed in 1967 by W. Irby, is simple, fast and inexpensive, however its application is limited to wood free papers.

A modified version of the burnout has been developed, enabling the analysis of wood containing papers. The modified test employs a different charring catalyst, ammonium chloride was substituted by a customary flame inhibitor. Furthermore some parameters of the testing procedure have been changed, impregnation time was increased, pre-drying and charring time were altered.

The application of the modified burnout test was examined on coated paper (LWC) and on uncoated paper (SC).

After the modification complete charring of the fibres can be achieved, still the colour of the coating remains mostly unchanged. Thus a high contrast between fibres and coat is obtained which permits a meaningful analysis of the coating distribution.

Initial experiments applying the burnout test to uncoated paper in order to visualize the filler distribution on the paper surface also showed promising results. Here also complete blackening of the fibres is achieved, the colour of the filler in the paper remains unchanged to a great extent. Still, further work has to be performed in this area.

The quality of the results of the modified burnout tests depends on different factors such as impregnation, pre-drying and charring time and - temperature. To ensure the reproducibility of this procedure, the influence of these factors is described in detail. Finally the strength and weaknesses of the procedure are discussed and problems encountered during the course of development are described.

# 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 in irgendeiner Form, auch nicht auszugsweise, als Prüfungsarbeit vorgelegt habe.

Matthias Trimmel

Graz, Mai 2011

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung</b>	<b>1</b>
1.1	Motivation . . . . .	1
1.2	Alternative Methoden zur Analyse der Strichverteilung . . . . .	1
1.3	Der Burnout- Test . . . . .	2
1.4	Probleme des Burnout- Tests mit Ammoniumchlorid . . . . .	5
1.4.1	Verkohlung eines LWC- Papiers . . . . .	5
1.4.2	Verkohlung von reinem Zellstoff und Holzstoff . . . . .	5
1.4.3	Verfärbung der Stärke beim Burnout- Test . . . . .	6
1.4.4	Probleme des Burnout- Test bei Strich mit Latex als Binder . . . . .	8
<b>2</b>	<b>Durchführung des Burnout- Tests mit Brandschutzmittel</b>	<b>10</b>
2.1	Bedienungsanleitung für den modifizierten Burnout- Test . . . . .	10
2.1.1	Vorbereitung des Imprägniermittels . . . . .	10
2.1.2	Vorbereitung der Probeblätter . . . . .	10
2.1.3	Imprägnierung der Probeblätter . . . . .	11
2.1.4	Vortrocknung im Trockenschrank . . . . .	11
2.1.5	Verkohlung im Trockenschrank . . . . .	11
2.2	Bildaufnahme . . . . .	12
2.3	Einflüsse auf die Imprägnierung und Festlegung der Parameter . . . . .	12
2.3.1	Auwirkung der Zugabe von Ethanol auf die Oberflächenspannung und Kontaktwinkel . . . . .	13
2.4	Einflüsse der Vortrocknung und Festlegung der Parameter . . . . .	16
2.5	Einflüsse auf die Verkohlung und Festlegung der Parameter . . . . .	18
<b>3</b>	<b>Evaluierung und Validierung</b>	<b>21</b>
3.1	Analyse der Proben nach dem Burnout- Test . . . . .	21
3.1.1	Helligkeitsanalyse . . . . .	21
3.1.2	Strukturanalyse . . . . .	22
3.2	Anwendung des modifizierten Burnout- Tests auf reinen Zell- und Holzstoff . . . . .	24
3.2.1	Verkohlung von reinem Zellstoff . . . . .	24
3.2.2	Verkohlung von reinem Holzstoff . . . . .	25
3.2.3	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	26
3.2.4	Ergebnisse der Strukturanalyse . . . . .	26
3.3	Verfärbung von Stärke und Strich beim modifizierten Burnout- Test . . . . .	27
3.3.1	Verfärbung der Stärke beim modifizierten Burnout- Test . . . . .	28
3.3.2	Verfärbung des Strichs mit Latex als Binder beim modifizerten Burnout- Test . . . . .	28

3.3.3	Ergebnis der Helligkeitsanalyse . . . . .	29
3.4	Auswirkung der Verkohlungsdauer über die Zeit . . . . .	30
3.4.1	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	31
3.5	Auswirkung der Art der Verkohlung . . . . .	33
3.5.1	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	33
3.5.2	Ergebnisse der Strukturanalyse . . . . .	34
3.6	Zweiseitigkeit des Strichs . . . . .	34
3.6.1	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	35
3.6.2	Ergebnisse der Strukturanalyse . . . . .	36
3.7	Burnout- Test bei verschiedenen gestrichenen Papieren . . . . .	36
3.7.1	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	39
3.7.2	Ergebnisse der Strukturanalyse . . . . .	40
3.8	Anwendung des Burnout- Tests an verschiedenen Papieren . . . . .	41
3.8.1	Burnout- Test am Dünndruckpapier . . . . .	42
3.8.2	Burnout- Test am holzfrei gestrichenen Papier . . . . .	42
3.9	Reproduzierbarkeit des modifizierten Burnout- Tests . . . . .	44
<b>4</b>	<b>Visualisierung der Veränderung des Striches durch die Satinage mittels Burnout- Test</b>	<b>46</b>
4.1	Auswirkung der Satinage auf schwarz gefärbten Papier . . . . .	46
4.1.1	Ergebnisse der Helligkeitsanalyse . . . . .	49
4.1.2	Ergebnisse der Strukturanalyse . . . . .	49
4.2	Vergleich zweier Streichverfahren und Strichrezepturen an gestrichenem und satiniertem Papier mithilfe des Burnout- Tests . . . . .	51
4.2.1	Strichauftrag und Strichrezeptur . . . . .	51
4.2.2	Validierung der gestrichenen und satinierten Proben . . . . .	51
4.2.3	Analyse der Strukturänderung durch die Satinage . . . . .	53
<b>5</b>	<b>Anwendung des Burnout- Tests auf SCA- Papieren</b>	<b>55</b>
5.1	Durchführung des modifizierten Burnout- Tests bei SCA- Papier . . . . .	55
5.1.1	Durchführung des Burnout- Test mit Brandschutzmittel . . . . .	55
5.1.2	Durchführung des modifizierten Burnout- Tests . . . . .	56
5.2	Ergebnisse des modifizierten Burnout- Tests bei SCA- Papier . . . . .	56
5.2.1	Vergleich zwischen modifiziertem Burnout und Burnout mit Ammoniumchlorid . . . . .	56
5.2.2	Schwärzung von SCA- Papier in Abhängigkeit der Verkohlungsdauer . . . . .	57
<b>6</b>	<b>Analyse des Brandschutzmittels</b>	<b>62</b>
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>64</b>
7.1	Zusammenfassung . . . . .	64
7.2	Ausblick . . . . .	64

# Abbildungsverzeichnis

1.1	LWC- Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O´Neil . . . . .	3
1.2	ungestrichenes holzhaltiges Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O´Neil	4
1.3	LWC- Papier, imprägniert mit $\text{NH}_4\text{Cl}$ , Aufnahme nach Burnout- Test . . . . .	6
1.4	Laborblatt aus reinem Zellstoff mit $60 \text{ g/m}^2$ nach dem Burnout- Test . . . . .	6
1.5	Reiner Holzstoff mit einem Flächengewicht von $60 \text{ g/m}^2$ nach dem standardisierten Burnout- Test . . . . .	7
1.6	Probe mit reiner Stärke vor dem Burnout- Test . . . . .	7
1.7	Probe mit Stärke nach dem Burnout- Test . . . . .	7
1.8	Probe gestrichen vor dem Burnout- Test . . . . .	8
1.9	Probe gestrichen nach dem Burnout- Test . . . . .	8
2.1	ungestrichenes holzhaltiges Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O´Neil	11
2.2	LWC nach Imprägnierdauer von 4 min ohne Vakuum . . . . .	13
2.3	LWC nach Imprägnierdauer von 30 min mit Vakuum . . . . .	13
2.4	Brandschutzmitteltröpfchen am Beginn . . . . .	14
2.5	Brandschutzmitteltröpfchen nach 135 sec . . . . .	14
2.6	Brandschutzmitteltröpfchen nach 510 sec . . . . .	14
2.7	Tropfen der Mischung 0,2 sec nach Applikation . . . . .	15
2.8	Tropfen der Mischung 135 sec nach Applikation . . . . .	15
2.9	Tropfen der Mischung 510 sec nach Applikation . . . . .	15
2.10	Verlauf des Kontaktwinkels über die Zeit . . . . .	15
2.11	LWC ohne Abgautschen . . . . .	16
2.12	LWC nach Abgautschen zwischen Löschpapier . . . . .	16
2.13	LWC nach Vortrocknung im Klimaraum für 2 Stunden . . . . .	17
2.14	LWC nach Vortrocknung im Trockenschrank für 30 min . . . . .	17
2.15	LWC nach einer Vortrocknungsdauer von 30 min . . . . .	18
2.16	LWC nach einer Vortrocknungsdauer von 60 min . . . . .	18
2.17	LWC nach einer Verkohlungsdauer von 10 min . . . . .	19
2.18	LWC nach einer Verkohlungsdauer von 90 min . . . . .	19
2.19	LWC nach Verkohlung unter Einwirkung der Wärmestrahlung . . . . .	20
2.20	LWC durch Verkohlung unter Einwirkung von Wärmestrahlung und Wärmeleitung	20
3.1	LWC- Probe <i>c)</i> nach dem Burnout- Test inkl. schwarzem <i>a)</i> und weißem <i>b)</i> Referenzpapier, eingescannt für die Helligkeitsanalyse . . . . .	22
3.2	Entstehung einer Basisfunktion durch Addition von Sinus- und Cosinuswellen	23
3.3	Entstehung einer Basisfunktion durch Addition von Sinus- und Cosinuswellen	24
3.4	reiner Zellstoff nach modifiziertem Burnout- Test . . . . .	25

3.5	reiner Zellstoff nach Burnout- Test mit $NH_4Cl$ . . . . .	25
3.6	reiner Holzstoff nach modifiziertem Burnout- Test . . . . .	25
3.7	reiner Holzstoff nach Burnout- Test mit $NH_4Cl$ . . . . .	25
3.8	Vergleich der Faserschwärzung von reinem Zellstoff und Holzstoff in Abhängigkeit von der Burnout- Methode . . . . .	26
3.9	Strukturanalyseergebnis von durch beide Burnout- Methoden verkohlten Holz- und Zellstoffproben . . . . .	27
3.10	Probe mit reiner Stärke vor dem modifizierten Burnout- Test . . . . .	28
3.11	Probe mit reiner Stärke nach dem modifizierten Burnout- Test . . . . .	28
3.12	Probe mit reiner Stärke nach dem Burnout- Test mit $NH_4Cl$ . . . . .	28
3.13	Probe gestrichen, vor dem modifizierten Burnout- Test . . . . .	29
3.14	Probe gestrichen, nach dem modifizierten Burnout- Test . . . . .	29
3.15	Probe gestrichen, nach dem Burnout- Test mit $NH_4Cl$ . . . . .	29
3.16	Verfärbung der Stärke sowie des Strichs mit Latex als Binder in Abhängigkeit der Burnout- Methode . . . . .	30
3.17	Verkohlungsdauer 15 min . . . . .	30
3.18	Verkohlungsdauer 45 min . . . . .	30
3.19	Verkohlungsdauer 90 min . . . . .	30
3.20	Verkohlungsdauer 120 min . . . . .	31
3.21	Verkohlungsdauer 180 min . . . . .	31
3.22	Verkohlungsdauer 210 min . . . . .	31
3.23	Veränderung der Helligkeit von Burnout- Proben über die Verkohlungsdauer .	31
3.24	Strukturanalyseergebnis des Verkohlungsverlaufes über die Zeit . . . . .	32
3.25	Grauwerte der Helligkeitsanalyse der zwei untersuchten Verkohlungsverfahren	33
3.26	Strukturanalyseergebnis der Verkohlung durch Kontakt- und Wärmestrahlung	34
3.27	Oberseite eines LWC- Papiers nach dem Burnout- Test . . . . .	35
3.28	Siebseite eines LWC- Papiers nach dem Burnout- Test . . . . .	35
3.29	Helligkeitsanalyse der Ober- und Unterseite einer mit dem modifizierten Burnout- Test verkohlten LWC- Probe . . . . .	35
3.30	Strukturanalyseergebnis der Untersuchung auf Zweiseitigkeit . . . . .	36
3.31	Ungestrichenes LWC- Rohpapier . . . . .	37
3.32	Oberseite des einseitig gestrichenen Papiers . . . . .	38
3.33	Siebseite des einseitig gestrichenen Papiers . . . . .	38
3.34	Zweiseitig gestrichenes LWC- Papier nach dem Burnout- Test . . . . .	38
3.35	Zweiseitig gestrichen und satiniertes LWC- Papier nach dem Burnout- Test .	38
3.36	Strukturanalyseergebnis der Untersuchung von verschieden gestrichenen Papieren . . . . .	39
3.37	Strukturanalyseergebnis der Untersuchung von verschieden gestrichenen Papieren . . . . .	40
3.38	Vergrößerter Ausschnitt des Strukturanalyseergebnisses der Untersuchung von verschieden gestrichenen Papieren . . . . .	41
3.39	Oberseite des Dünndruckpapiers . . . . .	42
3.40	Siebseite des Dünndruckpapiers . . . . .	42
3.41	zweifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test	43
3.42	dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test	43
3.43	dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test	44
3.44	dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test	45

4.1	Schwarz gefärbtes, ungestrichenes Papier . . . . .	47
4.2	Schwarz gefärbtes Papier nach dem Strichauftrag mit dem Laborrakel . . . . .	48
4.3	Schwarz gefärbtes Papier nach der Satinage des Laborstriches . . . . .	48
4.4	Vergleich der Schwärzungsgrade von ungestrichenem, gestrichenem sowie satiniertem, schwarz gefärbten Papier . . . . .	49
4.5	Analyse struktureller Veränderungen durch Strichauftrag und Satinage . . . . .	50
4.6	Probe 01, gestrichenes LWC- Papier . . . . .	52
4.7	Probe 01, gestrichen und satiniertes LWC- Papier . . . . .	52
4.8	Probe 02, gestrichenes LWC- Papier . . . . .	52
4.9	Probe 02, gestrichen und satiniertes LWC- Papier . . . . .	52
4.10	Probe 03, gestrichenes LWC- Papier . . . . .	53
4.11	Probe 03, gestrichen und satiniertes LWC- Papier . . . . .	53
4.12	Strukturanalyseergebnisse der Probe 01 bis 03 . . . . .	54
5.1	SCA-Papier nach Burnout- Test mit Ammoniumchlorid und einer Verkohlungs- dauer von 60 min . . . . .	57
5.2	SCA-Papier nach dem modifizierten Burnout- Test . . . . .	58
5.3	Verkohlungsdauer 5 min . . . . .	58
5.4	Verkohlungsdauer 6 min . . . . .	58
5.5	Verkohlungsdauer 7 min . . . . .	58
5.6	Verkohlungsdauer 8 min . . . . .	59
5.7	Verkohlungsdauer 9 min . . . . .	59
5.8	Verkohlungsdauer 10 min . . . . .	59
5.9	Verkohlungsdauer 60 min . . . . .	59
5.10	Verkohlungsdauer 90 min . . . . .	59
5.11	Verkohlungsdauer 200 min . . . . .	59
5.12	Verkohlungsverlauf über die Zeit . . . . .	60
5.13	Verkohlungsverlauf über die Zeit . . . . .	61

# Kapitel 1

## Einführung

### 1.1 Motivation

Der Burnout- Test ist eine geeignete Methode um die Strichverteilung am Papier sehr einfach und schnell visuell darzustellen. Dieser Test ist jedoch nur für holzfreie Papiere geeignet, da Lignin die Verkohlung der Faser verschlechtert. Deshalb soll versucht werden diesen Test zu modifizieren, damit seine Anwendung auch bei holzhaltigen Papieren ausreichend gute Ergebnisse liefert.

### 1.2 Alternative Methoden zur Analyse der Strichverteilung

Neben dem Burnout- Test wurden auch andere Methoden zur Analyse der Strichverteilung am Papier entwickelt. Diese Methoden sollen hier kurz angeführt werden. Im Rahmen einer Dissertation wurden diese Methoden von Johannes Kritzinger zusammengefasst, sollen jedoch hier nocheinmal angeführt werden.[6]

Eine sehr weit verbreitete Methode zur Analyse der Strichverteilung stellt die Messung mit dem **Rasterelektronenmikroskop (REM)** dar.

Für die Analyse werden Einzelquerschnitte der zu untersuchenden Proben angefertigt, die Länge des Probenquerschnittes beträgt wenige Millimeter. Bei dieser Messung wird ein Elektronenstrahl in einem bestimmten Muster (Rasterung) über die Probenfläche geführt. Das durch die Rückstreuung der Elektronen erhaltene Signal wird in Grauwertinformationen umgewandelt und als Bild mit hoher Schärfentiefe dargestellt.

Mithilfe der erhaltenen Aufnahme kann die Strichverteilung in z- Richtung bestimmt werden.

Eine weitere Methode zur Messung der Strichverteilung in z- Richtung ist die Auswertung von mittels **Mikrotom** aufgenommenen Querschnittsflächen.

Hierfür werden die Proben in Harz eingebettet und parallel zur Probenoberfläche geschnitten. Nach jedem Schnitt erfolgt eine Aufnahme im Durchlichtmikroskop. Setzt man die einzelnen Aufnahmen zusammen, kann eine dreidimensionale Strichverteilung ermittelt werden.

Die **Ansengmethode** dient zur Untersuchung der Strichmenge und der Strichverteilung an der Papieroberfläche.[4]

Die Ansengmethode und der Burnout- Test beruhen auf dem selben Prinzip, bei der An-

sengmethode wird das Papier jedoch nur thermisch behandelt. Die Fasern werden durch die im Vergleich zu Strich geringen Temperaturstabilität verkohlt. Der dadurch erhaltene Kontrast zwischen Strich und Faser ermöglicht eine Analyse der Strichverteilung.

Mithilfe von **ESEM- Rückstreubildern** ist ebenfalls eine Analyse der Strichabdeckung möglich. Bei dieser Methode wird die Papieroberfläche auf Fehlstellen im Strich untersucht. Die mit diesem Verfahren erhaltenen Mikroskopaufnahmen stellen die Fasern dunkel und den Strich hell dar, der Strichanteil kann somit bildanalytisch ausgewertet werden.

Eine von der Firma Voith angewendetes Verfahren ist die **Blaufärbung**.

Bei dieser Methode wird die zu untersuchende Probe in einem Farbbad, bestehend aus einer Mischung von Levacell (Fa. Kemira) und Echtblau RR eingefärbt. Durch die Saugfähigkeit des Faserstoffes werden die einzelnen Fasern blau eingefärbt, der Strich bleibt jedoch weiß. Der dadurch erhaltene Kontrast ermöglicht eine Analyse der Strichverteilung.

### 1.3 Der Burnout- Test

Erfunden wurde der Burnout- Test von W. Irby im Jahr 1967 zur Evaluierung der Strichverteilung am Papier.

Die Grundidee dieses Verfahrens ist, das eher temperaturempfindliche, organische Fasermaterial des Papiers bei hoher Temperatur zu verkohlen, ohne den Strich wesentlich zu beeinflussen. Der dadurch erhaltene Kontrast zwischen den geschwärzten Fasern und dem noch weißen Strich soll Auskunft über die Strichverteilung an der Papieroberfläche liefern.

Um die Verkohlung bei hoher Temperatur zu beschleunigen und zu verbessern wird das zu untersuchende Papier vor der termischen Behandlung mit einem Verkohlungskatalysator imprägniert. Als Verkohlungskatalysator wird eine Lösung aus 25g/L Ammoniumchlorid (NH<sub>4</sub>Cl) gelöst in 50 Vol% Wasser und 50 Vol% Ethanol verwendet.[1] Die Durchführung dieses Tests kann in mehrere Arbeitsschritte unterteilt werden.

Zuerst wird die Probe mit dem oben beschriebenen Verkohlungskatalysator vollständig imprägniert, indem man diese solange in die Lösung eintaucht, bis sie vollständig durchtränkt ist. Danach wird die imprägnierte Probe abgetropft und luftgetrocknet. Die getrocknete Probe wird anschließend in einen Ofen bei 204°C verkohlt. Durch diese Verkohlung entsteht ein Kontrast zwischen Faser und Strich, wodurch eine Beurteilung der Strichverteilung am Papier ermöglicht wird .

1975 wurde dieser Test von Ronald L. Dobson aufgegriffen und genauer untersucht [2]. Dobson fand heraus, dass bei dieser Methode die Schwärzung der Faser durch eine Karbonisierung hervorgerufen wird. Dobson erklärt, dass diese Karbonisierung durch eine Dehydratation entsteht, welche die Anwesenheit von Salz einer starken Säure und einer schwachen Base erfordert. Der Strich bleibt von der Karbonisierung unbeeinflusst und behält seine ursprüngliche Farbe bei. Weiters wurde herausgefunden, dass die Konzentration der Salzlösung, sowie die Verweilzeit im Ofen einen entscheidenden Einfluss auf das Ergebnis haben. Je höher die Konzentration sowie die Verweilzeit im Ofen ist, desto besser werden die Fasern geschwärzt. Die Temperatur im Ofen spielt hier ebenfalls eine entscheidende Rolle, da die Karbonisierung ein endothermer Prozess ist, kann dieser durch höhere Temperaturen beschleunigt und verbessert

werden.

Untersuchungen von Dobson ergaben, dass die Anwesenheit von Ethanol die Penetration des Salzes verbessert bzw. sichert. Eine Lösung aus Ammoniumchlorid und reinem  $H_2O$  würde ungleichmässige Penetration bewirken, wodurch ein fleckiges Ergebnis entsteht.

M. O'Neil und B. Jordan untersuchten im Jahr 2000 den Burnout- Test erneut und versuchten diesen zu verbessern. Für diese Verbesserung hat man die Imprägnierdauer und die Verweilzeit im Ofen näher untersucht. Weiters versuchte man durch die Verwendung verschiedener Salzlösungen die Verkohlung zu verbessern. Als Ausgangspunkt für die Durchführung orientierte man sich an der Beschreibung von Ronald L. Dobson. Bei diesen Untersuchungen wurde die Verweilzeit im Ofen zwischen 1 und 6 min variiert. Dabei kam man zum Schluss, dass eine Erhöhung der Verweilzeit über 6 in keinen merklichen Einfluss auf das Ergebnis hat. Das Optimum für die Ofentemperatur wurde bei  $225^{\circ}\text{C}$  gefunden.

Weiters ist man zur Erkenntnis gekommen, dass eine Verdoppelung der Salzkonzentration keine Verbesserungen am Endergebnis bewirkt.

Der Burnout- Test mit Ammoniumchlorid ( $25\text{ g/L NH}_4\text{Cl}$ , gelöst in einer 50/50 Vol% Gemisch aus Ethanol und Wasser), bei einer Imprägnierdauer von 6 min, einer Lufttrocknung von mehreren Stunden sowie einer Verkohlungsdauer von  $225^{\circ}\text{C}$ , hat sich als standardisiertes Verfahren durchgesetzt. Wenn in dieser Arbeit von standardisiertem Burnout- Test gesprochen wird, sind diese Durchführungsparameter zu verstehen. Bei einer Abweichung von diesen Parametern wird explizit darauf hingewiesen.

Durch eine genaue Untersuchung des Farbunterschieds zwischen den schwarzen Zellstofffasern und den braunen Holzstofffasern kamen O'Neil und Jordan zur Erkenntnis, dass das Remissionspektrum der braunen Fasern fast gleich der schwarzen Fasern ist. Das bedeutet, dass die für das menschliche Auge schwarz erscheinenden Fasern nur eine höhere Konzentration des gleichen Farbstoffes aufweisen wie die der braunen Fasern.

Weiters wird von O'Neil und Jordan behauptet, dass der Grund für die schlechte Schwärzung von Holzstofffasern durch die Anwesenheit von Lignin hervorgerufen wird.

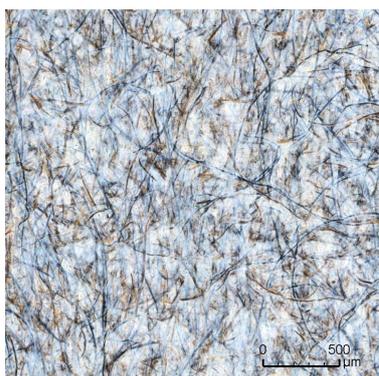


Abbildung 1.1: LWC- Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O'Neil

In Abbildung 1.1 ist das Ergebnis von LWC- Papier nach dem Burnout- Tests abgebildet. Der Strich wurde durch die chemische und thermische Behandlung nicht merkbar beeinflusst und erscheint hell. Der Faserstoff des holzhaltigen Papiers wurde jedoch nicht gleichmässig verfärbt, nur ein geringer Faseranteil liegt vollständig verkohlt vor, der Großteil erscheint in

verschiedenen Brauntönen.

Feinstoffcluster weisen ebenfalls einen helleren Farbton als ganze Fasern auf. Bevor das Licht absorbiert wird, diffundiert dieses durch mehrere übereinanderliegende Feinstoffe und streut dadurch stark. Aufgrund dieser Lichtstreuung erscheinen Feinstoffcluster viel heller als ganze Fasern [3].

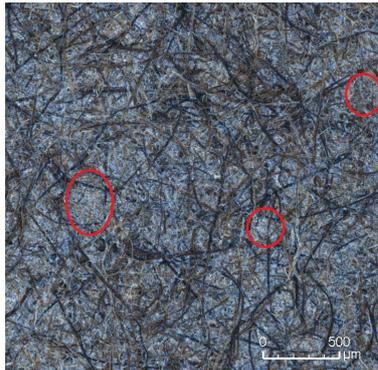


Abbildung 1.2: ungestrichenes holzhaltiges Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O´Neil

In den markierten Bereichen der Abbildung 1.2 ist die Streuung, welche durch Feinstoffe hervorgerufen wird erkennbar. An diesen Stellen ist der Brauntön wesentlich heller als bei ganzen Fasern. Bei schwarz erscheinenden Fasern konnte eine vollständige Verkohlung erreicht werden. Dieser Effekt tritt nur bei Zellstofffasern auf, da hier kein Lignin die Verkohlung behindert.

Dieser Effekt lässt sich auch durch die Kubelka - Munk Theorie erklären.

Für die Anwendbarkeit dieser Theorie muss die Streuung in einem Medium deutlich stärker sein als die Absorption, weiters muss die Spiegelung an der Oberfläche vernachlässigbar sein.

$$\frac{K}{S} = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2 * R_{\infty}}$$

$K$	.....	Absorptionskoeffizient
$S$	.....	Lichtstreuungskoeffizient
$R_{\infty}$	.....	Reflexionsgrad einer unendlich dicken Schicht

Gibt Licht seine Energie an die Materie ab, spricht man von Lichtabsorption ( $K$ ), es wird nur ein Teil reflektiert.

Die Lichtstreuung ( $S$ ) hängt von der Brechzahl, sowie von der Größe der Innenoberfläche eines Stoffes ab. Wird das einfallende Licht beim Auftreffen auf die Oberfläche stark gebrochen, erhält man eine hohe Lichtstreuung, die Oberfläche erscheint weißer. Die Wechselwirkung zwischen Lichtstreuung und Absorption bestimmt das Ausmaß der diffusen Reflexion.

Wird eine braune Faser in viele kleinste Teilchen zerrissen, erhöht sich die Lichtstreuung, dadurch wird eine höhere diffuse Reflexion erreicht. Obwohl der Farbgehalt durch das Zerreißen der Faser nicht verändert wurde, nehmen wir ihn weißer wahr.

Im Jahr 2008 wurde der Burnout- Test von Voura C [4]. wieder aufgegriffen, mit dem Ziel die Füllstoffverteilung von SC- Papieren sichtbar zu machen. Da eine Schwärzung der Faser mittels Burnout- Test auf holzfreie Papiere beschränkt ist, wurde ein neuer Ansatz gewählt und anstatt Ammoniumchlorid ein Brandschutzmittel als Verkohlungskatalysator eingesetzt, mit welchem eine vollständige Verkohlung von holzhaltigen Papieren erreicht werden soll. Zum Einsatz kam das Brandschutzmittel Eucam - Papier Pappe der Firma Endotherm (siehe 6). Dieses Mittel ist eine wässrige Lösung aus stickstoff- und phosphorhaltigen Verbindungen mit einem pH-Wert von 6.5. Die Durchführung des Burnout- Tests mit Brandschutzmittel wurde wie folgt festgelegt[4].

Die vorbereiteten Proben werden für 4 min mit Brandschutzmittel imprägniert. Danach werden diese Proben zwischen 2 Löschkartons abgegauscht, um einen großen Teil des Brandschutzmittel zu entfernen. Anschließend werden die Proben für mehrere Stunden luftgetrocknet und im Ofen bei 300°C für 5 min verkohlt. Mit dieser Methode kann laut Voura eine vollständige Schwärzung aller Fasern in gefüllter Blätter erreicht werden.

## 1.4 Probleme des Burnout- Tests mit Ammoniumchlorid

In diesem Abschnitt sollen die Probleme des Burnout- Tests mit Ammoniumchlorid näher gebracht werden. Es soll auf die Verkohlung von holzhaltigen LWC- Papier, reinem Zellstoff sowie reinem Holzstoff eingegangen werden. Weiters sollen die Probleme dieses Verfahrens bei der Verkohlung von reiner Stärke sowie eines Strichs mit ausschließlich Latex als Bindemittel aufgezeigt werden.

### 1.4.1 Verkohlung eines LWC- Papiers

Abbildung 1.3 zeigt eine Probe nach dem Burnout- Test mit Ammoniumchlorid. Das LWC- Papier wurde für 2,5 min mit der Ammoniumchlorid- Standardlösung, Mischung nach Irby, in einem Tauchbecken imprägniert, danach luftgetrocknet und bei 225°C im Trockenschrank für 30 min verkohlt. An dieser Stelle ist zu beachten, dass die Verkohlungsdauer um 24 min länger ist als beim standardisierten Verfahren nach O'Neil und Jordan. In dieser Abbildung ist deutlich zu erkennen, dass ein großer Anteil der Fasern nicht geschwärzt werden konnte. Der Kontrast zwischen braunen Fasern und Strich ist deutlich schlechter als zwischen schwarzen Fasern und Strich. Teilweise ist der Braunton der Fasern extrem hell, sodass eine eindeutige Unterscheidung zwischen Strich und Faser nicht möglich ist, wodurch auch eine genaue Ermittlung der Strichverteilung nicht möglich ist.

Die in Abbildung 1.3 markierten Bereiche zeigen Faserteile die durch die unvollständige Verkohlung einen schlechten Kontrast zum Strich bilden. Der oben beschriebene hohe Anteil an braunen Fasern ist in dieser Abbildung deutlich erkennbar.

### 1.4.2 Verkohlung von reinem Zellstoff und Holzstoff

Um zu überprüfen ob alle Zellstofffasern in Abbildung 1.3 mit der beschriebenen Methode geschwärzt wurden, wurden im Labor mit Hilfe eines Blattbildners aus gebleichtem Langfaserzellstoff reine Zellstoffblätter mit einem Flächengewicht von 60 g/m<sup>2</sup> angefertigt. Diese Probe wurde unter den gleichen Bedingungen wie das LWC- Papier in Abbildung 1.3 verkohlt.

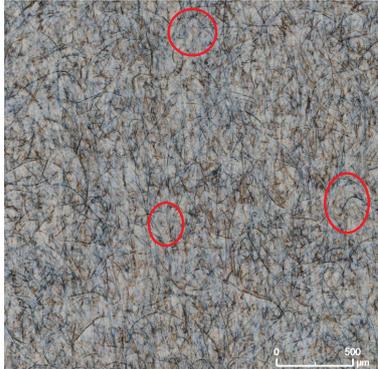


Abbildung 1.3: LWC- Papier, imprägniert mit  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , Aufnahme nach Burnout- Test

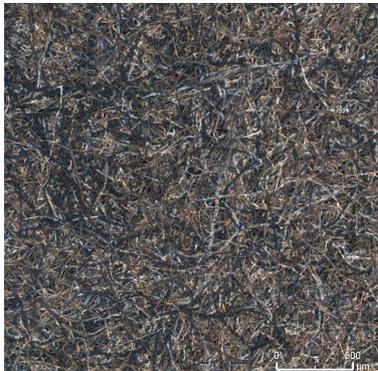


Abbildung 1.4: Laborblatt aus reinem Zellstoff mit  $60 \text{ g/m}^2$  nach dem Burnout- Test

Die Abbildung 3.5 zeigt deutlich, dass mit den gewählten Durchführungsparametern keine vollständige Verkohlung der Zellstofffasern erreicht werden konnte. Aufgrund dieses Ergebnisses kann in Abbildung 1.3 nicht davon ausgegangen werden, dass alle Zellstofffasern vollständig geschwärzt wurden. Warum keine vollständige Schwärzung erreicht werden konnte, wurde im Rahmen in dieser Arbeit jedoch nicht näher untersucht. Weiters wurden reine Holzstoffblätter (TMP) angefertigt. Bei diesen Proben wurde ebenfalls ein Burnout- Test mit den oben beschriebenen Parametern durchgeführt.

In Abbildung 3.7 ist das Ergebnis des Burnout- Test von reinem Holzstoff zu sehen. Wie erwartet konnte keine vollständige Verkohlung der Fasern erreicht werden. Weiters stellte sich heraus, dass die auf den ersten Blick schwarz erscheinenden Fasern nur ein dunkles Braun aufwiesen.

### 1.4.3 Verfärbung der Stärke beim Burnout- Test

Um die Verfärbung der Stärke während der Verkohlung näher untersuchen zu können wurde ein handelsübliches schwarz gefärbtes Papier mit einem Flächengewicht von  $120 \text{ [g/m}^2\text{]}$  gestrichen. Da die Fasern dieses Papiers bereits geschwärzt sind, kann eine Verfärbung der Stärke durch das Einwirken hoher Temperatur bei der Verkohlung leicht festgestellt werden, eine Färbung der Stärke durch die schwarz durchscheinenden Faser kann somit ausgeschlossen

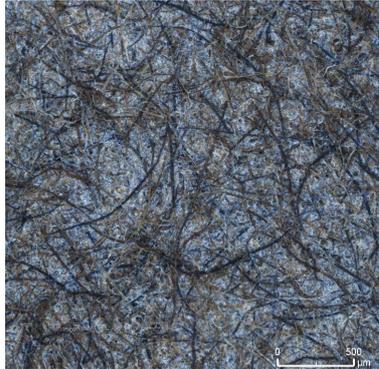


Abbildung 1.5: Reiner Holzstoff mit einem Flächengewicht von  $60 \text{ g/m}^2$  nach dem standardisierten Burnout- Test

werden.

Im Labor wurde reine Stärke vorbereitet und mit einem Laborrakel auf das Papier aufgetragen. Anschließend wurde bei diesen Proben der Burnout- Test durchgeführt. Die Verkohlungsdauer dieses Versuchs betrug 90 min.

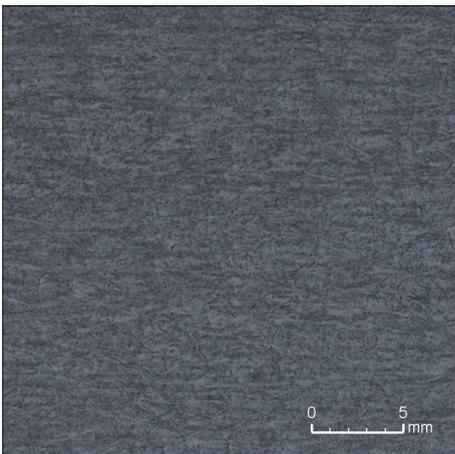


Abbildung 1.6: Probe mit reiner Stärke vor dem Burnout- Test

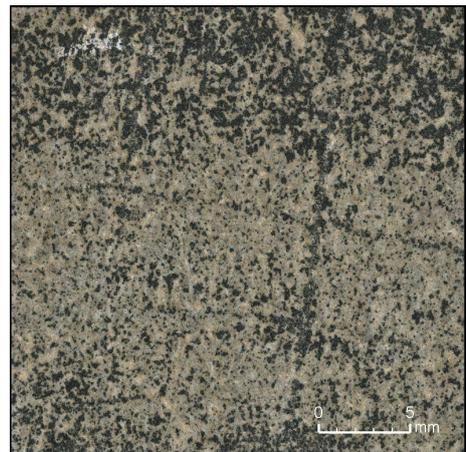


Abbildung 1.7: Probe mit Stärke nach dem Burnout- Test

Die Abbildung 1.6 dargestellte Aufnahme zeigt das schwarz gefärbte Papier nach dem Stärkeauftrag mittels Laborrakel. Das durchscheinende schwarz gefärbte Papier lässt die aufgetragene Stärkeschicht grau erscheinen, eine weitere Verfärbung der Stärke aufgrund einer Schwärzung der sich unterhalb befindlichen Fasern kann somit ausgeschlossen werden.

Die rechte Abbildung zeigt die gleiche Probe, jedoch nach dem Burnout- Test.

Hier ist eine farbliche Veränderung der Stärke sehr deutlich zu erkennen. Die vor dem Burnout- Test weiß-gräulich erscheinende Stärke wurde aufgrund der hohen Temperatur im Trockenschrank braun gefärbt. Wir vermuten, dass der Grund für die Stärkefärbung auf die ähnliche chemische Struktur der Zellulose zurückzuführen ist.

Weiters konnte festgestellt werden, dass bei der Imprägnierung dieser Proben, die Stärke teilweise vom Papier gelöst wird. Der genaue Grund für dieses Verhalten wurde nicht näher untersucht, es lässt jedoch die Vermutung zu, dass dieses Problem auch bei anderen Strichrezepturen mit Stärke als Binder auftreten kann.

#### 1.4.4 Probleme des Burnout- Test bei Strich mit Latex als Binder

Zur Untersuchung der Strichfärbung während der Verkohlungsphase, wurde ein schwarz gefärbtes Papier mit einer im Labor angerührten Streichfarbe gestrichen. Der Strichauftrag erfolgte mit einem Laborrakel.

Durch die Verwendung von schwarz gefärbtem Papier soll, wie in Abschnitt 1.4.3 die Färbung des Strichs aufgrund des Durchscheinens der verkohlten Fasern ausgeschlossen werden können. Die Zusammensetzung des hierfür verwendeten Strichs ist in folgender Tabelle angeführt.

Bezeichnung	<i>FG Eintrag</i> [%]	<i>Anteil<sub>atro</sub></i> [%]
HC 60	77,24	59,23
Clay grob	70,99	27,62
Styronal (Latex)	50	13,07
Sterocoll FS (Verdicker)	40	0,08
Summe		100

Wie in der Tabelle ersichtlich, wird für diesen Strich ausschließlich Latex als Binder eingesetzt, die Hauptkomponenten sind HC 60 sowie ein grober Clay. In folgenden Abbildungen wird die hergestellte Probe vor und nach dem Burnout- Test miteinander verglichen.

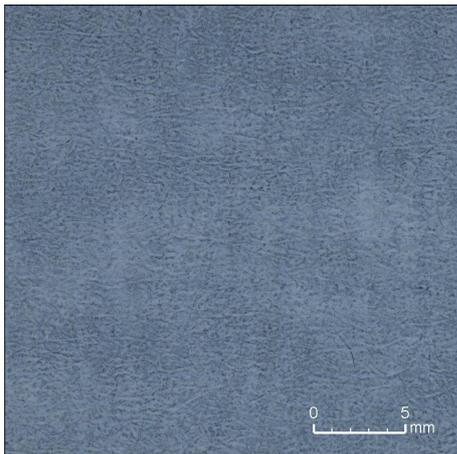


Abbildung 1.8: Probe gestrichen vor dem Burnout- Test

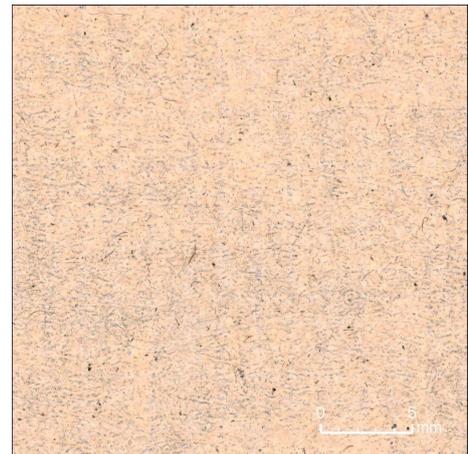


Abbildung 1.9: Probe gestrichen nach dem Burnout- Test

Die Abbildung 1.8 zeigt das gestrichene schwarze Papier vor dem Burnout- Test. Das mit dem Laborrakel aufgetragene Strichgewicht beträgt ca.  $25 [g/m^2]$ . In dieser Abbildung ist

die Verteilung des Strichs sehr gut erkennbar. Da das schwarz gefärbte Papier eine relativ hohe Oberflächenrauigkeit aufweist, entstehen lokale Strichgewichtsschwankungen.

In der rechten Abbildung wird die gleiche Probe dargestellt, jedoch wurde hier der Burnout-Test bereits durchgeführt. Vergleicht man die beiden Abbildungen, ist die Auswirkung der Strichfärbung durch die Verkohlung sehr deutlich erkennbar. Erkennbar ist auch die inhomogene Verfärbung des Strichs. Es wird davon ausgegangen, dass die Strichfärbung vom Strichgewicht abhängig ist, je höher diese, desto stärker ist die Verfärbung. Die starke Verdunkelung des Strichs wirkt negativ auf den Kontrast zwischen Faser und Strich. Da beim Burnout-Test mit Ammoniumchlorid manche Fasern bzw. Feinstoffcluster einen ähnlichen Farbton aufweisen wie der verfärbte Strich, ist keine genaue Unterscheidung möglich.

### **Zusammenfassung**

Zusammenfassend kann man sagen, dass der Burnout-Test mit Ammoniumchlorid keine geeignete Methode zur Visualisierung der Strichverteilung am Papier darstellt.

Eine vollständige Schwärzung sowohl von Zellstofffasern als auch von Holzstofffasern konnte bei den hier durchgeführten Versuchen nicht erreicht werden, der Faserstoff erscheint nach der Verkohlung in unterschiedlichen Brauntönen.

Die Untersuchung der Verfärbung von Stärke hat gezeigt, dass diese durch die Imprägnierung mit Ammoniumchlorid vom Papier herabgelöst wird. Weiters konnte eine Färbung der Stärke sowie des Strichs mit Latex als Bindemittel während der Verkohlungsphase festgestellt werden.

Aufgrund der unvollständigen Verkohlung des Fasermaterials sowie der Verfärbung des Strichs entsteht ein schlechter Kontrast, eine genaue Aussage über die Strichverteilung ist somit nicht möglich.

Da der Burnout-Test jedoch eine sehr einfache, schnelle und kostengünstige Untersuchungsmethode darstellt, wurde durch verschiedene Modifikationen versucht, die Faserschwärzung zu verbessern ohne den Strich wesentlich zu beeinflussen um eine Verbesserung des Kontrastes zu erreichen.

## Kapitel 2

# Durchführung des Burnout- Tests mit Brandschutzmittel

Basierend auf dem verbesserten Verfahren von Voura C. [4] zur Visualisierung der Füllstoffverteilung, wurde der Burnout- Test weiterentwickelt um die in Abschnitt 1.4 angeführten Probleme zu lösen. In diesem Kapitel soll die genaue Durchführung des modifizierten Burnout- Tests besprochen werden. Dies soll einerseits als Anleitung dienen, jedoch auf mögliche Fehlerquellen und deren Auswirkung hinweisen. Weiters sollen die auf das Ergebnis wirkenden Einflussfaktoren aufgezeigt und diskutiert werden.

### 2.1 Bedienungsanleitung für den modifizierten Burnout- Test

#### 2.1.1 Vorbereitung des Imprägniermittels

Das Imprägniermittel ist eine Mischung aus 2 Komponenten. Die Hauptkomponente bildet das Brandschutzmittel *Eucam Pappe/Papier* der Firma Endotherm. Dieses Brandschutzmittel weist eine hohe Oberflächenspannung, sowie einen Kontaktwinkel größer  $90^\circ$  auf, wodurch der Imprägniervorgang unzureichend wird. Um die Imprägnierung zu verbessern, wird Ethanol mit einer Reinheit von 99.5% im Verhältnis von 10 : 1 dem Brandschutzmittel beigemischt. Um zu gewährleisten, dass das Mischungsverhältnis von Ethanol und Brandschutzmittel konstant bleibt, muss dieses Gemisch in einem verschließbaren Gefäß aufbewahrt werden. Weiters muss vor jeder Verwendung das Gemisch mit einem Glasstab aufgerührt werden, damit sich beide Komponenten gut vermischen.

Bei häufiger Verwendung des Imprägniermittels, sollte täglich eine neue Lösung angerichtet werden. Ist der Anteil an Ethanol im Brandschutzmittel zu gering, verschlechtert sich die Imprägnierung wodurch keine vollständige Schwärzung der Faser erreicht wird und die Proben nach der Durchführung an manchen Stellen dunkle Flecken aufweisen.

#### 2.1.2 Vorbereitung der Probelblätter

Grundsätzlich ist die Probengröße frei wählbar. Es ist jedoch darauf zu achten, dass das Metallgestell (siehe Abschnitt 2.1.5) in welchem die Proben während der Verkohlung eingespannt werden dementsprechend dimensioniert ist.

Die für diese Arbeit verwendeten Proben wurden mit der Abmessung  $80 \times 60\text{mm}$  zugeschnitten. Um eine gleichmässige Imprägnierwirkung zu gewährleisten, müssen die Proben vor der

Durchführung für mindestens 3 Stunden im Klimaraum klimatisiert werden.

Weiters müssen die Proben gekennzeichnet werden, damit Ober- und Siebseite, sowie die Maschinenrichtung nach der Durchführung eindeutig feststellbar sind. Hierfür wurden alle in dieser Arbeit verwendeten Proben an der rechten oberen Kante (Siebseite unten) markiert.

### 2.1.3 Imprägnierung der Probeblätter

Die Imprägnierung der Proben erfolgt unter Vakuum. Hierzu wird das Probeblatt in eine mit Imprägniermittel gefüllte Glasschale vollständig eingetaucht und für 30 min imprägniert. Die Imprägnierung erfolgt in 3 Phasen mit je 10 min. In der ersten und dritten Phase werden die Proben unter Vakuum imprägniert, in der zweiten Phase erfolgt die Imprägnierung unter atmosphärischem Druck.

Nach der Imprägnierung werden die Proben zwischen 2 Löschpapierblätter durch mehrmaliges Rollen mit einer Rolle (3 kg) abgegauscht, um einen Großteil der Flüssigkeit sofort zu entfernen und eine rasche und gleichmäßige Trocknung zu ermöglichen.

### 2.1.4 Vortrocknung im Trockenschrank

Nach dem Abgauschen der Proben zwischen Löschpapier werden die Proben getrocknet. Dies erfolgt in einem Trockenschrank bei 110°C für die Dauer von 30min.

Dabei ist zu beachten, dass die Proben einen gewissen Abstand zum Metallrost bzw. zu den Schrankwänden haben. Für diese Versuche wurden die Proben auf einer aus Papier gefalteten Auflagefläche gelegt, wodurch die Proben ca. 3cm vom Metallrost entfernt lagen.

### 2.1.5 Verkohlung im Trockenschrank

Nach der Vortrocknung werden die Proben in einen weiteren Trockenschrank bei 225°C für 90 min verkohlt. Steht für die Durchführung nur ein Trockenschrank zur Verfügung, müssen die Proben herausgenommen und der Trockenschrank auf Verkohlungstemperatur erhöht werden. Damit auf die Proben reine Strahlungswärme wirken kann, wurde für die Durchführung eine Einspannvorrichtung angefertigt. Diese Vorrichtung besteht aus 2 Aluminiumplatten mit Ausnehmungen der Größe  $6,5 \times 4,5\text{cm}$  (siehe Abbildung 2.1). Somit werden die Proben nur an den Rändern eingespannt und die restliche Probe verkohlt unter Einwirkung der Wärmestrahlung.

Nach der Verkohlung sind die Proben vorsichtig zu entfernen, da diese vor allem in den ersten 20 min nach der Verkohlungsphase sehr brüchig sind.



Abbildung 2.1: ungestrichenes holzhaltiges Papier nach Burnout- Test laut Jordan und O'Neil

## 2.2 Bildaufnahme

Die Proben weisen nach dem Burnout- Test, aufgrund der thermischen und chemischen Behandlung eine hohe Oberflächenspannung auf, weshalb nur von kleineren Flächen eine Aufnahme mit gleichmässiger Schärfe möglich ist.

Die Infinite Focus Methode (IFM) ermöglicht die Aufnahme von dreidimensionalen Oberflächenstrukturen mithilfe eines digitalen Lichtmikroskopes. Mit dieser Methode können Aufnahmen einzelner Ebenen gemacht werden, wobei jede Ebene einzeln scharf gestellt wird, am Ende der Messung werden die Einzeldaten zu einem einzigen scharfen Bild zusammengesetzt. Dies ist der große Vorteil gegenüber einem herkömmlichen Lichtmikroskop, mit welchem nur ein Teil der Probenoberfläche scharf gestellt werden kann.

Da es sich bei der Infinite Focus Methode um ein direktes, berührungsloses Messverfahren handelt, ist es für die Aufnahme der Burnout- Proben geeignet.

Damit mit dieser Methode ausreichend scharfe Aufnahmen gemacht werden können, wird eine diffuse Beleuchtung verwendet. die diffuse Beleuchtung besitzt keine Richtung und hat in jede Richtung die gleiche Lichtdichte, womit eine gleichmässige Aufsichtbeleuchtung auch bei glänzenden Papier erreicht wird.

## 2.3 Einflüsse auf die Imprägnierung und Festlegung der Parameter

In diesem Abschnitt soll erklärt werden, wie die Imprägnierdauer festgelegt wurde und welchen Einfluss das Vakuum auf diese hat. Weiters wurde eine Messung der Oberflächenspannung sowie des Kontaktwinkels von reinem Brandschutzmittel und der Mischung mit Ethanol durchgeführt. Die Ergebnisse werden in Abschnitt 2.3.1 vorgestellt und miteinander verglichen.

Ausgehend von den Versuchen von Voura, C. [4] mit SC- Papier wurde mit einer Imprägnierdauer von 4 min begonnen. Die Vortrocknung erfolgte für eine Dauer von 24 Stunden im Klimaraum, die Verkohlungsdauer wurde zuerst auf 15 min festgelegt. Diese Erhöhung der Verkohlungsdauer wurde aufgrund einer Temperaturbegrenzung des Trockenschrankes von 225°C vorgenommen.

Bei den von uns verwendeten LWC-Papieren, wurde kein zufriedenstellendes Ergebnis erreicht, da die Fasern nur teilweise geschwärzt werden konnten. Aufgrund der Überlegung, dass die Strichschicht die Imprägnierung der Fasern beeinträchtigt, bzw. das Eindringen in das Papier verlangsamt, wurde die Imprägnierdauer schrittweise erhöht.

Nach einer Imprägnierung von 30 min waren keine wesentlichen Verbesserung mehr ersichtlich.

Trotz der hohen Imprägnierdauer konnten einzelne Teile der Fasern noch immer nicht vollständig geschwärzt werden. Aufgrund dieser Feststellung wurde die Vermutung ange stellt, dass die in den Poren und Zwischenräumen des Papiers eingeschlossenen Luftbläschen sowie die hohe Oberflächenspannung des Brandschutzmittels die Imprägnierung verschlechtern könnten. Durch die Zugabe von 10 Vol% Ethanol konnte die Oberflächenspannung sowie der Kontaktwinkel herabgesetzt und somit eine verbesserte Imprägnierwirkung erreicht werden.

Durch Anlegen eines Vakuums für 30 min mit einer 10 minütigen Entspannungsphase konnte

ebenfalls eine Verbesserung erreicht werden. Da sich durch diese Massnahmen alle Fasern gleichmässig verfärbten, wurden keine weiteren Veränderungen im Bereich Imprägnierung vorgenommen.

Zusammenfassend kann man sagen das die Imprägnierung von vielen unterschiedlichen Faktoren beeinflusst wird. Die größten Veränderungen wurden durch die Erhöhung der Imprägnierdauer und dem Anlegen des Vakuums erreicht. Durch die Beimischung von Ethanol konnte die Penetration des Imprägniermittels in die Fasermatte verbessert werden.

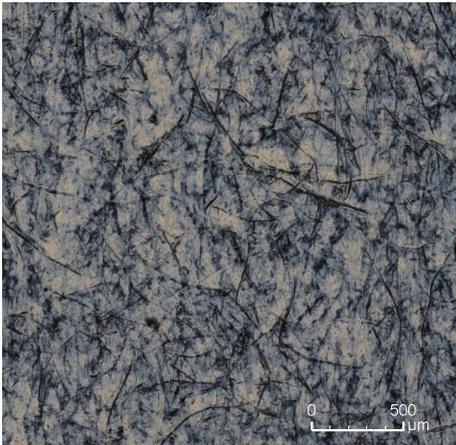


Abbildung 2.2: LWC nach Imprägnierdauer von 4 min ohne Vakuum

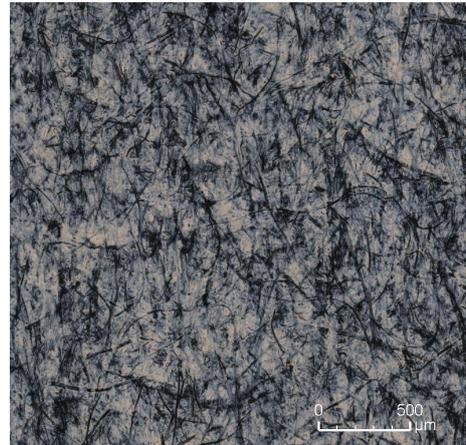


Abbildung 2.3: LWC nach Imprägnierdauer von 30 min mit Vakuum

### 2.3.1 Auwirkung der Zugabe von Ethanol auf die Oberflächenspannung und Kontaktwinkel

Um den Einfluss der Beimischung von Ethanol zu verdeutlichen, wurden sowohl der Randwinkel aus auch die Oberflächenspannung von reinem Brandschuttmittels und der Brandschuttmittel/Ethanol-Mischung gemessen. Weiters sollen diese Grenzflächenphänomene kurz erläutert werden. [5]

Die Oberflächenspannung ist eine Grenzflächeneigenschaft zwischen einer Flüssigkeit und einem Gas. An der Phasengrenze ist die Summe aller Molekularkräfte nicht null, da eine Wechselwirkung zwischen den Flüssigkeitsmolekülen lediglich ins Innere der Flüssigkeit erfolgt. Um einen Gleichgewichtszustand bzw. den Zustand geringster Energie zu erreichen, versucht die Flüssigkeit ihre Oberfläche bei gleichbleibendem Volumen zu minimieren. Die Kugel ist jene Form mit der kleinsten Oberfläche und dem größten Volumen. Der Kontaktwinkel zwischen einer Flüssigkeit und einem Feststoff ist von deren Wechselwirkung zueinander abhängig. Je geringer Adhäsion, desto höher ist der Kontaktwinkel. Bei Wasser kann zwischen einem Winkel von  $0^\circ$  und  $90^\circ$  von einer hydrophilen Flüssigkeit gesprochen werden, je hydrophiler, desto besser wird der Feststoff durch die Flüssigkeit benetzt.

Ist dieser Winkel jedoch größer als  $90^\circ$  ist die Flüssigkeit hydrophob, die Benetzung der Feststoffoberfläche wird schlechter. Es ist zu beachten, dass sich die Benetzbarkeit abhängig vom Winkel nur langsam verändert und stark vom der Feststoffoberfläche abhängt.

Die Analyse der Oberflächenspannung wurde mit dem Tensiometer K8 der Firma Krüss durchgeführt. Dabei kam die Ringmethode nach DeNoüy zur Anwendung. Die hier angeführten Ergebnisse bilden die Mittelwerte von 10 Einzelmessungen.

Die Oberflächenspannung des reinen Brandschutzmittel Eucam - Pappe/Papier beträgt  $42,5 [mN/m]$ . Wie erwartet, konnte diese durch die Beimischung von 10 Vol% Ethanol zum Brandschutzmittel herabgesetzt werden. Der Messwert dieser Mischung beträgt  $38 [mN/m]$ .

Die Messung des Randwinkels erfolgte mit dem Fibro DAT 1100. Dies ist eine automatisierte Echtzeitanalyse der Wechselwirkung zwischen dem applizierten Flüssigkeitstropfen und der Probenoberfläche. Als Probenoberfläche wurde das bei allen Burnout- Versuchen eingesetzte LWC Papier verwendet.

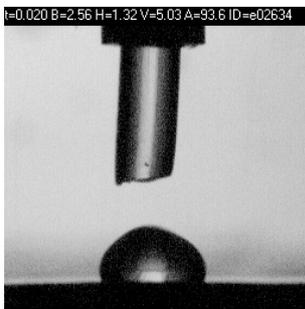


Abbildung 2.4:  
Brandschutzmitteltropfen  
am Beginn

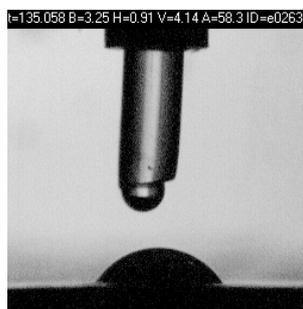


Abbildung 2.5:  
Brandschutzmitteltropfen  
nach 135 sec

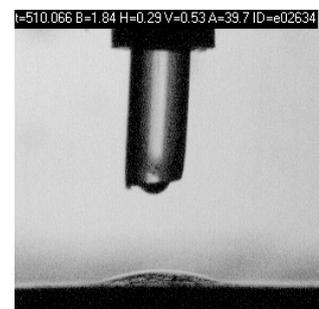


Abbildung 2.6:  
Brandschutzmitteltropfen  
nach 510 sec

Die Abbildungen 2.4-2.6 zeigen das Verhalten des Flüssigkeitstropfen auf einem LWC-Papier. Je schneller die Penetration des Brandschutzmittels in das Papier, desto schneller ist auch die Abnahme des Randwinkels.

Die Abbildung 2.4 zeigt den Flüssigkeitstropfen direkt nach dem Auftreffen auf das Papier. Ein Kontaktwinkel des Flüssigkeitstropfens ist größer  $90^\circ$ , das Brandschutzmittel ist hydrophob. Nach 135 sec, siehe Abbildung 2.5, ist der Kontaktwinkel bereits weit unter  $90^\circ$ , die Ausbreitung des Tropfens auf der Papieroberfläche ist deutlich erkennbar.

Nach 510 sec konnte der Tropfen fast vollständig in die Oberfläche einpenetrieren.

Um einen Vergleich zwischen reinem Brandschutzmittel und der Mischung aus Brandschutzmittel und Ethanol anstellen zu können, wurden die gleichen Untersuchungen mit der Mischung durchgeführt.

In Abbildung 2.7 ist der Zeitpunkt des Auftreffens der Flüssigkeit auf die Papieroberfläche festgehalten. Vergleicht man diese mit der Abbildung 2.3 ist eine Änderung des Kontaktwinkels durch die Zugabe von Ethanol deutlich erkennbar. Der Kontaktwinkel der Mischung ist kleiner  $90^\circ$ . Dies bedeutet, dass die Flüssigkeit der Mischung eher im hydrophilen Bereich liegt, je kleiner der Kontaktwinkel ist, desto besser ist die Benetzung der Oberfläche.

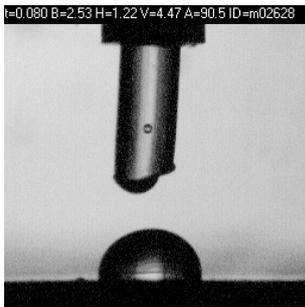


Abbildung 2.7: Tropfen der Mischung 0,2 sec nach Applikation

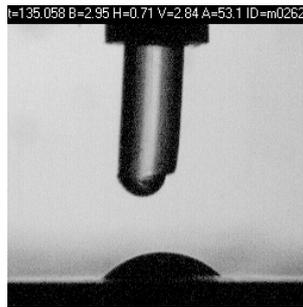


Abbildung 2.8: Tropfen der Mischung 135 sec nach Applikation

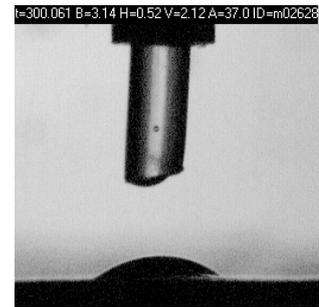


Abbildung 2.9: Tropfen der Mischung 510 sec nach Applikation

Ein Vergleich der beiden Flüssigkeitstropfen nach 135 sec in Abbildungen 2.5 sowie 2.8 zeigt, dass der Tropfen der Mischung schneller an der Oberfläche penetriert (Kontaktwinkel kleiner) als von reinem Brandschutzmittel.

In folgendem Diagramm wird der Verlauf des Kontaktwinkels von reinem Brandschutzmittel sowie der Mischung von Brandschutzmittel mit 10 Vol% Ethanol über die Zeit dargestellt.

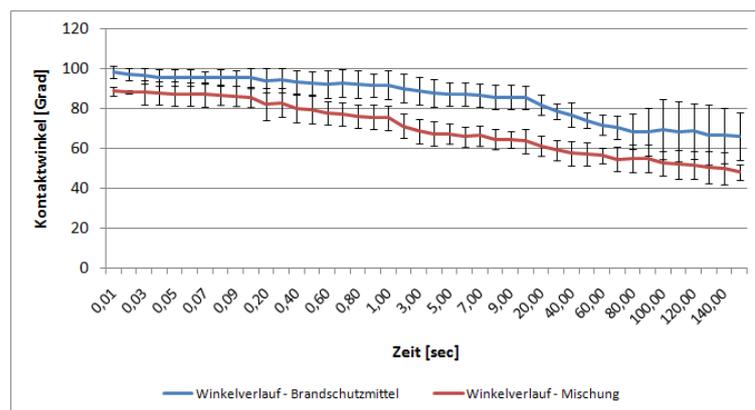


Abbildung 2.10: Verlauf des Kontaktwinkels über die Zeit

Nach dem Auftreffen der Flüssigkeit auf das Papier beträgt der Kontaktwinkel des Brandschutzmittels  $98,10^\circ$ . Durch die im Papier wirkenden Kapillarkräfte kommt es zur Verteilung des Tropfens über die Oberfläche und somit zu einer Abnahme des Kontaktwinkels. Nach 135 sec ist dieser bereits auf  $85^\circ$  gesunken. Der letzte Wert wurde nach einer Verweilzeit von 600 sec gemessen, danach wurde die Messung abgebrochen. Der Winkel zu dieser Zeit beträgt  $34^\circ$ .

Der Kontaktwinkel der Mischung zu Beginn der Messung beträgt  $88,60^\circ$ . Wie oben bereits erwähnt ist die Mischung aus Brandschutzmittel und Ethanol hydrophil. Nach 135 sec ist der Randwinkel ebenfalls deutlich niedriger als bei reinem Brandschutzmittel und liegt bei  $63,6^\circ$ .

## 2.4 Einflüsse der Vortrocknung und Festlegung der Parameter

Hier soll kurz erklärt werden, wie sich die Vortrocknung bzw. die Art der Vortrocknung auf das Ergebnis des Burnout- Tests auswirkt, diese Auswirkungen sollen anhand von Abbildungen dargestellt werden.

Die Vortrocknung der ersten Versuche dieser Untersuchung erfolgte im Klimaraum. Hierfür wurden die Proben auf einer Wäscheleine befestigt und für bis zu 24 Stunden getrocknet. Bei diesem Trocknungsvorgang wurde jedoch nicht das gesamte Papier gleichmässig getrocknet weshalb die Proben nach der Verkohlung ein fleckiges Muster aufwiesen. Aufgrund dieser Erkenntnis wurden die Proben nicht wie bisher im Klimaraum luftgetrocknet, sondern unmittelbar nach der Imprägnierung zwischen 2 Löschpapierblätter abgautscht und anschließend in einem Trockenschrank getrocknet.

Durch das Abgautschen kann sehr einfach und schnell ein großer Teil des Imprägniermittels entfernt und somit ein gleichmässigeres Feuchteprofil des Papieres sowie eine gleichmässige Trocknung erreicht werden. Der Unterschied ist im Vergleich von Abbildung 2.11 und 2.12 deutlich zu sehen.

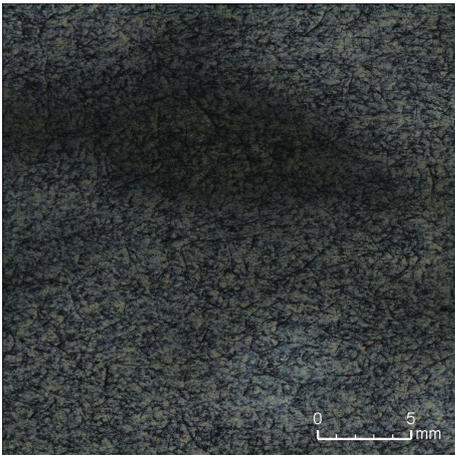


Abbildung 2.11: LWC ohne Abgautschen

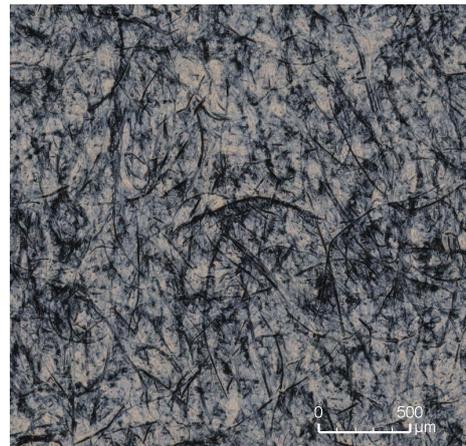


Abbildung 2.12: LWC nach Abgautschen zwischen Löschpapier

Abbildung 2.11 zeigt eine Probe welche ohne Abgautschen sofort den Trockenschrank zur Vortrocknung zugeführt wurde. Durch die inhomogene Feuchteverteilung nach der Entnahme der Probe aus der Glasschale konnte keine gleichmässige Vortrocknung erreicht werden. Nach der Verkohlung erscheinen Stellen mit höherer Restfeuchte in dieser Abbildung deutlich dunkler. In diesen Bereichen wird sowohl der Strich deutlich stärker verfärbt, aber auch die Fasern weisen an ihren Ränder unscharfe Konturen auf. Diese Effekte ermöglichen somit keine sinnvolle Aussage über die Strichverteilung am Papier.

Die in Abbildung 2.12 dargestellte Probe wurde nach der Imprägnierung zwischen 2 Löschpapierblätter abgautscht. Somit konnte ein großer Anteil der Imprägnierflüssigkeit sofort entfernt und eine homogenere Vortrocknung erreicht werden. Die Farbe des Striches ist einheitlich und die

Ränder der Fasern zeigen scharfe Konturen.

Um einerseits die Dauer der Vortrocknung zu verkürzen, sowie eine vollständige Trocknung der Proben zu erreichen wurden die Proben in einem Trockenschrank gegeben. Die besten Ergebnisse konnten bei einer Trocknungsdauer von 30 min sowie einer Temperatur von 110°C erreicht werden.

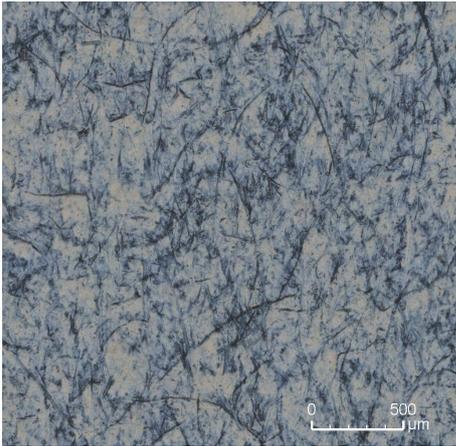


Abbildung 2.13: LWC nach Vortrocknung im Klimaraum für 2 Stunden

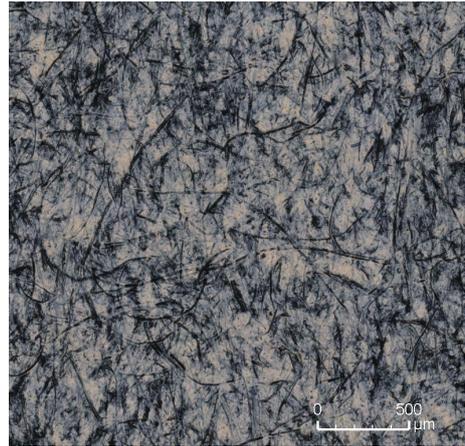


Abbildung 2.14: LWC nach Vortrocknung im Trockenschrank für 30 min

Abbildung 2.13 zeigt eine Probe, welche im Anschluss an die Imprägnierung im Klimaraum für 2 Stunden vorgetrocknet wurde. Abbildung 2.14 zeigt das Ergebnis durch die Vortrocknung im Trockenschrank für 30 min bei 110°C.

Der Vergleich dieser beiden Abbildungen zeigt, dass nach einer Vortrocknung im Klimaraum deutlich weniger Fasern sichtbar sind. Es wird vermutet, dass aufgrund des niedrigeren Restfeuchtegehalts der im Trockenschrank vorgetrockneten Proben eine deutlich bessere Verkohlung erreicht wird. Ebenfalls erkennbar ist der geringe, jedoch vorhandene Anteil an nicht vollständig verkohlten Fasern in Abbildung 2.13, dass die Vermutung einer schlechteren Schwärzung aufgrund des höheren Restfeuchtegehalts unterstreicht.

Es wurde herausgefunden, dass die Einhaltung der Vortrocknungsdauer äußerst wichtig ist. Da diese bei einer Temperatur von 110°C erfolgt, kann eine zu hohe Verweilzeit der Proben im Trockenschrank Verfärbungen des Strichs hervorrufen. Um eine vollständige Trocknung zu gewährleisten, ist eine Unterschreitung einer Verweilzeit von 30 min jedoch zu vermeiden.

Um den Einfluss der Strichfärbung durch die Vortrocknung im Trockenschrank zu verdeutlichen wurde bei den Proben in Abbildung 2.15 und 2.16 keine Verkohlung durchgeführt. Abbildung 2.15 zeigt eine LWC- Probe nach einer Vortrocknungsdauer von 30 min. Aufgrund der bereits leicht braun gefärbten Fasern welche durch die Strichschicht durchscheinen, wirkt dieser ebenfalls leicht bräunlich. Eine Verfärbung des Strichs ist vorhanden, hat aber einen

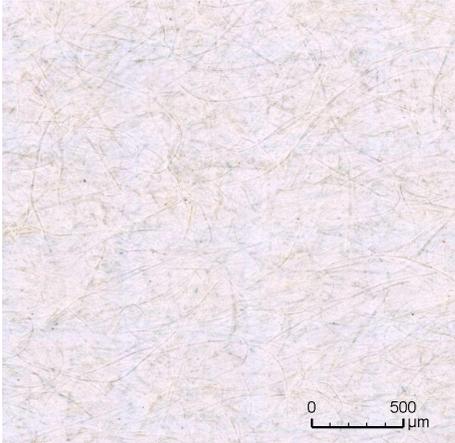


Abbildung 2.15: LWC nach einer Vortrocknungsdauer von 30 min

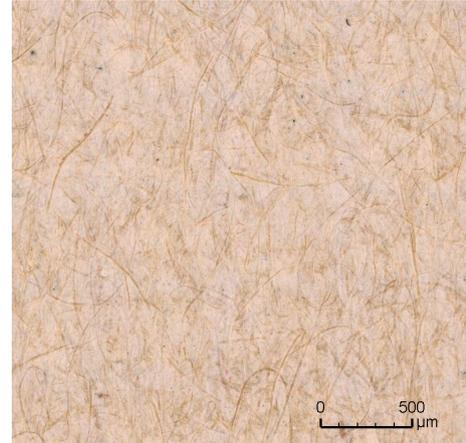


Abbildung 2.16: LWC nach einer Vortrocknungsdauer von 60 min

eher unbedeutenden Einfluss auf das Gesamtergebnis.

In Abbildung 2.16 ist das Ergebnis nach einer Vortrocknungszeit von 60 min dargestellt. Vergleicht man beide Abbildungen, so ist erkennbar, dass die Erhöhung der Vortrocknungszeit eine Verdunkelung des Strichs bewirkt.

## 2.5 Einflüsse auf die Verkohlung und Festlegung der Parameter

Für die Festlegung der Verkohlungsdauer ist auf 2 wichtige Bedingungen zu achten. Einerseits muss das Fasermaterial vollständig geschwärzt, andererseits darf der Strich nicht zu stark verfärbt werden. Für diese Untersuchungen wurde mit einer Verkohlungsdauer von 10 min begonnen, da jedoch nur ein Teil der Fasern vollständig geschwärzt werden konnte, wurde diese schrittweise erhöht. Es wurde festgestellt, dass ab einer Verkohlungsdauer von 90 min der gesamte Faserstoff geschwärzt werden konnte. Weitere Versuche mit einer Steigerung bis 200 min haben keine weitere Verbesserung bewirkt, sondern führten zu einer Verdunkelung des Strichs. Der Einfluss der Verkohlungsdauer auf die Strichfärbung wird in Kapitel 3.4 behandelt.

In Abbildung 2.17 wird das Ergebnis nach einer Verkohlungsdauer von 10 min vorgestellt. Die unvollständige Verkohlung ist durch den hohen Anteil an noch braunen Fasern deutlich erkennbar.

Das Ergebnis der Verkohlungsdauer von 90 min ist in Abbildung 2.18 dargestellt. Der gesamte Faserstoff der Probe konnte geschwärzt werden, ohne den Strichfarbe wesentlich zu beeinflussen wodurch ein hoher Kontrast zwischen Faser und Strich erreicht wird.

Weiters wurde die Verkohlung zwischen 2 Metallplatten untersucht. Bisher erfolgte die Schwärzung der Fasern ausschließlich durch Wärmestrahlung. Befindet sich die Probe zwi-

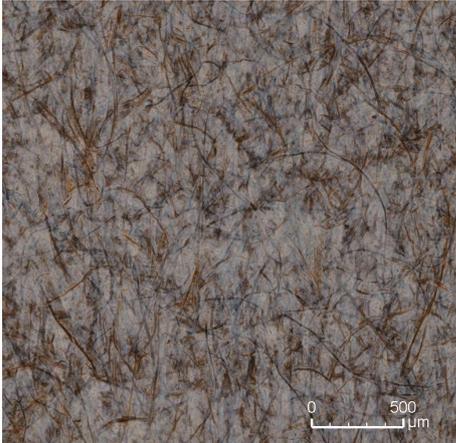


Abbildung 2.17: LWC nach einer Verkohlungsdauer von 10 min

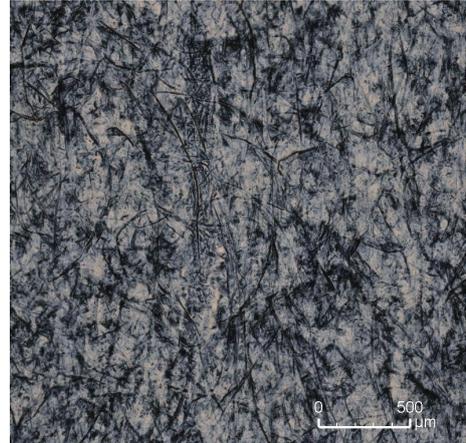


Abbildung 2.18: LWC nach einer Verkohlungsdauer von 90 min

schen 2 Platten wird die Verkohlung sowohl durch Wärmestrahlung als auch durch Wärmeleitung (Konduktion) beeinflusst. Das Ziel dieser hier gezeigten Versuches war es, zu untersuchen, ob eine Beschleunigung der Verkohlung durch den direkten Kontakt der Proben mit den Metallplatten erreichen werden kann. Hierfür wurden die Metallplatten im Trockenschrank bei 225°C für die Dauer einer Stunde vorgewärmt und anschließend die Proben eingelegt. Die Ergebnisse dieses Versuches werden in den Abbildungen 2.19 und 2.20 dargestellt.

Diese beiden Abbildungen stammen von derselben Probe. Das imprägniert und vorge-trocknete LWC- Papier wurde nur zur Hälfte zwischen die Metallplatten eingeklemmt und somit nur die halbe Probe durch den direkten Kontakt verkohlt. Die zweite Hälfte lag frei, die Fasern wurden ausschließlich durch Wärmestrahlung geschwärzt. Diese Vorgehensweise gewährleistet eindeutig gleiche Bedingungen bis zur Phase der Verkohlung.

Der direkte Kontakt des Papiers mit den Platten führt zu einer dunkleren Färbung des Strichs, wodurch sich der Kontrast zwischen Faserstoff und Strich deutlich verschlechtert. Untersuchungen haben gezeigt, dass die Fasern der zwischen den Platten befindlichen Probenhälfte innerhalb der ersten 60 min der Verkohlungsphase nur geringe Verfärbungen aufwiesen. Bei jenen Fasern, der durch reine Wärmestrahlung verkohlten Probenhälfte, konnte in diesem Zeitraum eine deutlich bessere Schwärzung erreicht werden. Eine Erhöhung der Verkohlungs-dauer der Probe zwischen 2 Platten auf 90 min bewirkt durch den Einfluss von Wärmeleitung und Wärmestrahlung einerseits eine vollständige Schwärzung der Fasern, jedoch auch eine Verdunkelung des Strichs.

Zusammenfassend kann man sagen, dass durch die Einwirkung von Wärmestrahlung und Konduktion keine Beschleunigung der Verkohlung erreicht wird.

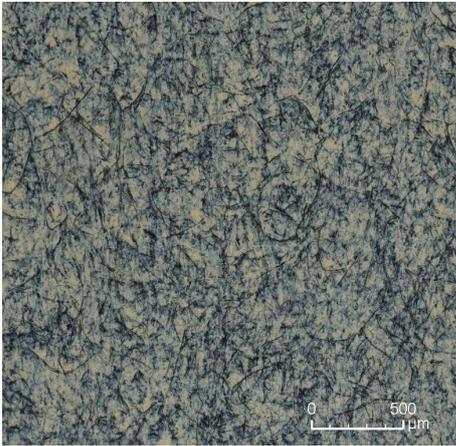


Abbildung 2.19: LWC nach Verkohlung unter Einwirkung der Wärmestrahlung

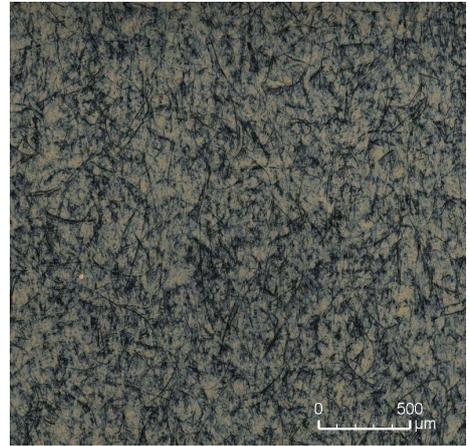


Abbildung 2.20: LWC durch Verkohlung unter Einwirkung von Wärmestrahlung und Wärmeleitung

## Kapitel 3

# Evaluierung und Validierung

In diesem Kapitel sollen Versuche des modifizierten Burnout- Tests auf reinen Zellstoff und Holzstoffproben vorgestellt und mit der herkömmlichen Methode verglichen werden. Es soll auf die Färbung von reiner Stärke, sowie eines Strichs mit Latex als Bindemittel eingegangen und auftretende Probleme diskutiert werden.

Weiters werden Versuche einer Probenreihe aus ungestrichenen, 1 seitig gestrichenen, 2 seitig gestrichenen und satiniertem LWC- Papier vorgestellt, miteinander verglichen und diskutiert. Der modifizierte Burnout- Test wurde auch an anderen Papieren durchgeführt. Hierbei handelt es sich um Dünndruckpapier und WFC- Papier . Bei diesen Versuchen soll die Anwendbarkeit des modifizierten Tests auf anderen Papieren getestet werden.

Beim Dünndruckpapier handelt es sich um ein Produkt der Firma Tervakoski. Dieses zum Beispiel für den Bibeldruck verwendete Papier unterscheidet sich in seiner Zusammensetzung vom bisher untersuchten LWC- Papieren . Bei den untersuchten WFC- Papieren handelt es sich um holzfreie, 2- 3 fach gestrichene Papiere mit einer flächenbezogenen Masse von  $135 [g/m^2]$ . Es wurde untersucht, ob der Burnout- Test trotz des hohen Strichgewichts gute Ergebnisse im Bereich der Faserschwärzung liefern kann.

### 3.1 Analyse der Proben nach dem Burnout- Test

Um die Ergebnisse des Burnout- Test quantifizieren zu können, wurden zwei unterschiedliche Analysen durchgeführt. Hierbei handelt es sich um eine Helligkeitanalyse, womit der Schwärzungsgrad der Proben bestimmt werden kann, sowie um eine Strukturanalyse, welche Auskunft über Kontrast und Größe der am Papier sichtbaren Strukturen geben soll.

#### 3.1.1 Helligkeitsanalyse

Mithilfe eines in Matlab erstellten Programmes soll die Helligkeit der einzelnen Proben analysiert werden. Hierfür wurden die einzelnen Burnout- Proben neben einem schwarzen und weißen Papier mit 3200 dpi als 24 bit Farbbild eingescannt. Anschließend werden diese Aufnahmen in ein Schwarz-Weißbild umgewandelt.

Das mit den Proben eingescannte schwarze Papier *a*), siehe Abbildung 3.1, dient als Referenz für 100% Schwarz, das weiße Papier *b*) als Referenz für 100% Weiß. Der Helligkeitswert der zu untersuchenden Probe *c*) liegt zwischen den Helligkeitswerten der Referenzmuster. Die Grauwerte der eingescannten Bilder liegen zwischen 0 (= *schwarz*) und 255 (= *weiß*). Angegeben wird der erhaltene Grauwert der Probe als Schwärzungsgrad in %, wobei 100%

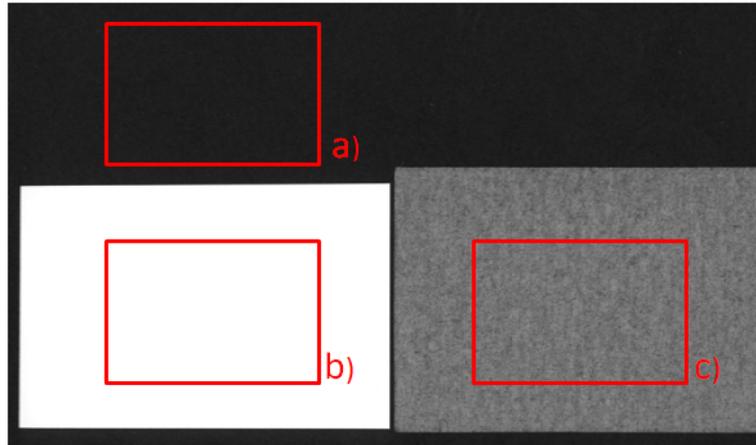


Abbildung 3.1: LWC- Probe c) nach dem Burnout- Test inkl. schwarzem a) und weißem b) Referenzpapier, eingescannt für die Helligkeitsanalyse

für das Schwarz des schwarzen Papiers a) und 0% für das Weiß des weißen Papiers b) stehen. Die Berechnung des Schwärzungsgrades aus den durch die Analyse erhaltenen Zahlenwerten erfolgt mit der Formel

$$\text{Schw\ae rzungsgrad}[\%] = \frac{100 * (G - W)}{(S - W)}$$

$G$	.....	Helligkeitswert der Probe
$W$	.....	Helligkeitswert des weißen Referenzpapier
$S$	.....	Helligkeitswert des schwarzen Referenzpapier

Der durch die Helligkeitsanalyse ermittelte Schwärzungsgrad gibt Auskunft über die durch die Verkohlung geschwärzte Faser. Je dunkler die Fasern nach dem Burnout- Test sind, desto deutlicher scheinen diese durch den Strich, wodurch der Helligkeitswert der eingescannten Probe sinkt.

### 3.1.2 Strukturanalyse

Die Strukturanalyse dient als Werkzeug zur Intensitätsmessung von, in den Proben vorkommenden Strukturgrößen [6] , [7].

Je nach Größe dieser Strukturen kann es sich zum Beispiel um Siebmarkierungen, Faserlänge oder Faserbreite handeln. Bei dieser Analyse wird keine Lokalisierung der Strukturen durchgeführt, sondern nur die Intensität bestimmter Strukturgrößen gemessen.

Als Tool für die Strukturanalyse dient die Fouriertransformation, da diese eine ortsunabhängige Methode darstellt welche über vorliegende Größenverhältnisse informiert.

Als Basisfunktion für die Strukturanalyse dienen Wellen, die Funktion wird als Summe von sog. Grund- und Oberwellen dargestellt. jedes periodische Signal (Funktion) kann also als Summe von verschiedenen Sinus und Cosinus- Schwingungen beschrieben werden. Durch Multiplikation der Sinus- und Cosinuskurven mit entsprechenden Koeffizienten werden die Amplituden verändert. Anschließend wird die Funktion so verschoben, dass diese sich zur gewollten Funktion aufaddieren lässt.

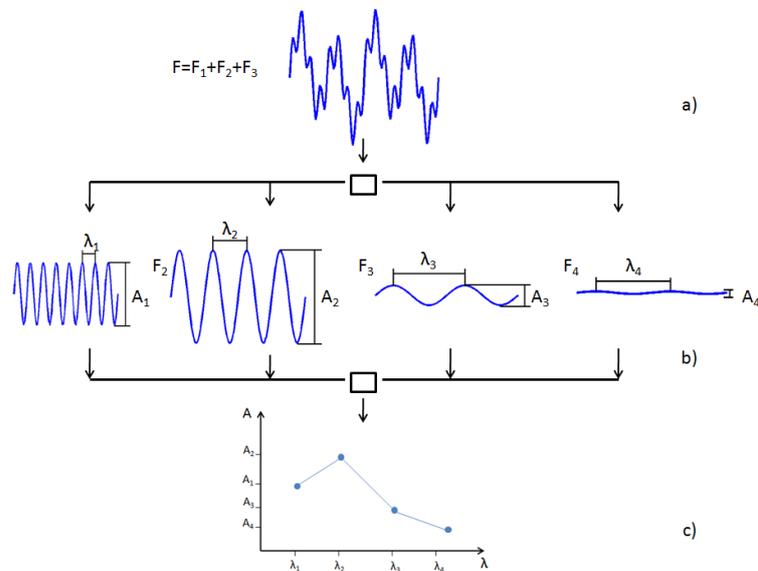


Abbildung 3.2: Entstehung einer Basisfunktion durch Addition von Sinus- und Cosinuswellen

In Abbildung ?? wird die oben beschriebene Auftrennung des Signals in Basisfunktionen, bestehend aus verschiedenen Sinus- und Cosinuswellen dargestellt. In diesem Beispiel kann das Signal a) in 3 Basisfunktionen  $F_1, F_2, F_3$ , bestehend aus Sinuswellen mit unterschiedlicher Wellenlänge  $\lambda$  und Amplitude  $A$  aufgeteilt werden. Entsprechend der Amplitude und Wellenlänge wurden diese 3 Funktionen in Diagramm c) eingetragen.

Die für die Veränderung der Amplituden benötigten Koeffizienten werden mit Hilfe von Filtern zusammengefasst. Für die Analyse der Burnout- Proben wird der Butterworth- Filter eingesetzt. Dieser Filter gewichtet diese Gruppen im Bereich der kleineren Strukturgrößen und ist daher für diese Untersuchungen geeignet.

In Abbildung 3.3 wird die oben erwähnte Funktion eines Filters verdeutlicht. Die Aufgabe eines Filters ist es, in einem bestimmten Wellenlängenbereich Koeffizientengruppen zu bilden. Die Gruppe  $K_1$ , abgebildet in a) umfasst die Werte der Basisfunktionen  $F_1$  und  $F_2$ , die Gruppe  $K_2$  umfasst die Werte von  $F_3$  und  $F_4$ . Durch eine inverse FFT werden die Daten der jeweiligen Gruppe durch Addition wieder zu einer jeweils einer Funktion b) transformiert. Von dieser Funktion wird anschließend die Varianz (Streuung der Amplituden um einen Mittelwert) gebildet und in ein Diagramm c) eingetragen. Der in diesem Diagramm eingetragene Punkt entspricht einen Datenpunkt im Ergebnis der gezeigten Strukturanalyse- diagrammen.

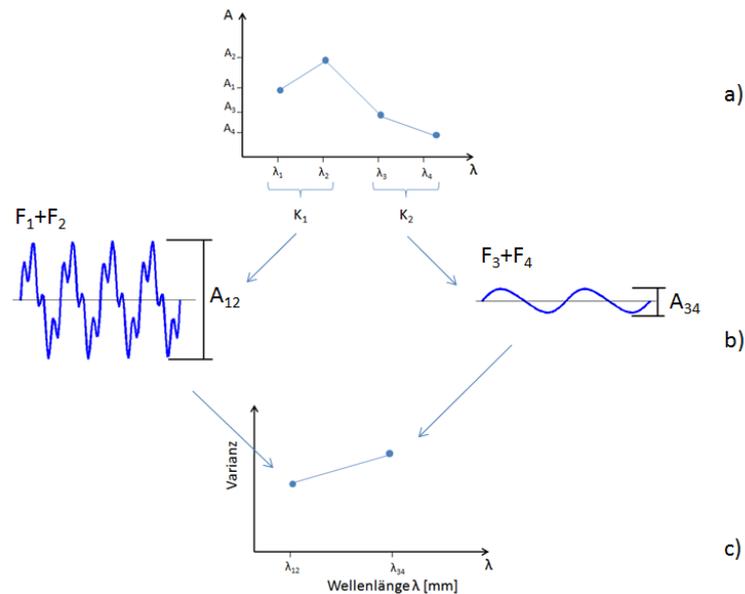


Abbildung 3.3: Entstehung einer Basisfunktion durch Addition von Sinus- und Cosinuswellen

## 3.2 Anwendung des modifizierten Burnout- Tests auf reinen Zell- und Holzstoff

In diesem Abschnitt sollen die Ergebnisse der Verkohlung von reinen Holzstoff und Zellstoffproben diskutiert werden. Diese hierfür verwendete Papier wurde im Blattbildner hergestellt. Um einen Vergleich mit den Ergebnissen des Burnout- Tests mit Ammoniumchlorid zu ermöglichen, wurden diese Proben mit dem gleichen Faserstoff und Flächengewicht wie in Abschnitt ?? hergestellt.

Durch die Verkohlung von reinem Zell- und Holzstoff soll überprüft werden, ob mit dem modifizierte Burnout- Test eine vollständige Schwärzung aller Fasern erreicht werden kann. Ist das Ergebnis dieser Untersuchung positiv, kann davon ausgegangen werden, dass auch das Fasermaterial in gestrichenen Papieren ausreichend geschwärzt wird.

### 3.2.1 Verkohlung von reinem Zellstoff

Um sicherzustellen, dass Zellstofffasern vollständig geschwärzt werden können, wurde der modifizierte Burnout- Test an reinen Zellstoffproben mit einem Flächengewicht von  $60 [g/m^2]$  durchgeführt. Das Ergebnis dieser Untersuchung soll mit denen des herkömmlichen Burnout- Tests verglichen werden.

Abbildung 3.4 zeigt eine reine Zellstoffprobe nach dem modifizierten Burnout- Test. Es ist deutlich sichtbar, dass eine vollständige Schwärzung aller Fasern erreicht wurde, während die herkömmlichen Burnout- Methode, siehe Abbildung 3.5, nur einen geringen Teil der Zellstofffasern verkohlt.

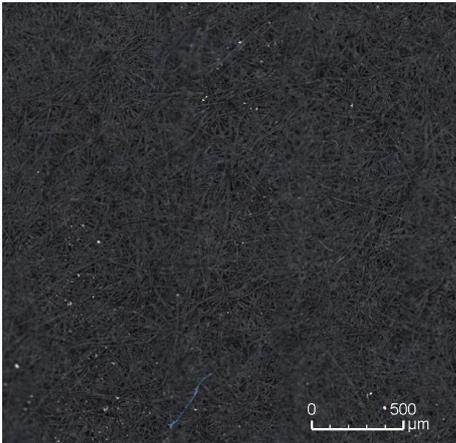


Abbildung 3.4: reiner Zellstoff nach modifiziertem Burnout- Test

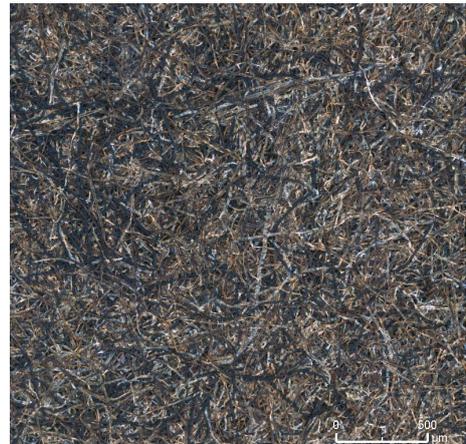


Abbildung 3.5: reiner Zellstoff nach Burnout- Test mit  $NH_4Cl$

### 3.2.2 Verkohlung von reinem Holzstoff

In Abbildung 3.6 und 3.7 ist eine reine Holzstoffprobe mit einem Flächengewicht von  $60[g/m^2]$  nach dem Burnout dargestellt. Für beide Burnout- Versuche wurde der gleiche Holzstoff verwendet, somit können die Ergebnisse beider Verfahren miteinander verglichen werden. Das Ergebnis des Burnout- Test mit Ammoniumchlorid wird in Abbildung 3.7 gezeigt.

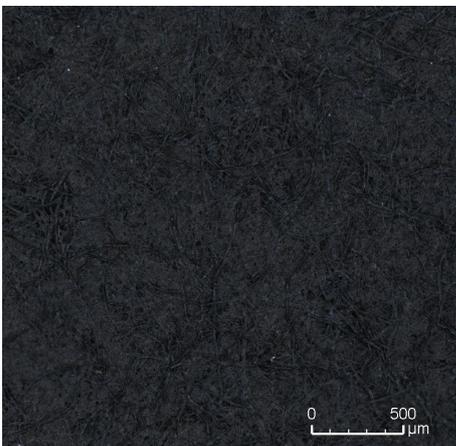


Abbildung 3.6: reiner Holzstoff nach modifiziertem Burnout- Test

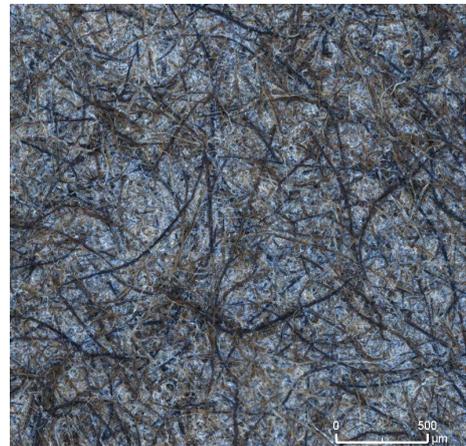


Abbildung 3.7: reiner Holzstoff nach Burnout- Test mit  $NH_4Cl$

Abbildung 3.6 zeigt, dass durch den modifizierten Burnout- Test eine vollständige Verkohlung der Holzstofffasern möglich ist. Die Anwesenheit von Lignin wirkt sich nicht, wie bei der Methode mit Ammoniumchlorid, negativ auf die Verkohlung aus.

### 3.2.3 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

Um die Schwärzung dieser Faserstoffe quantifizieren zu können, wurde eine Helligkeitsanalyse durchgeführt. In folgendem Diagramm werden die Ergebnisse der beiden Burnout- Methoden gegenübergestellt.

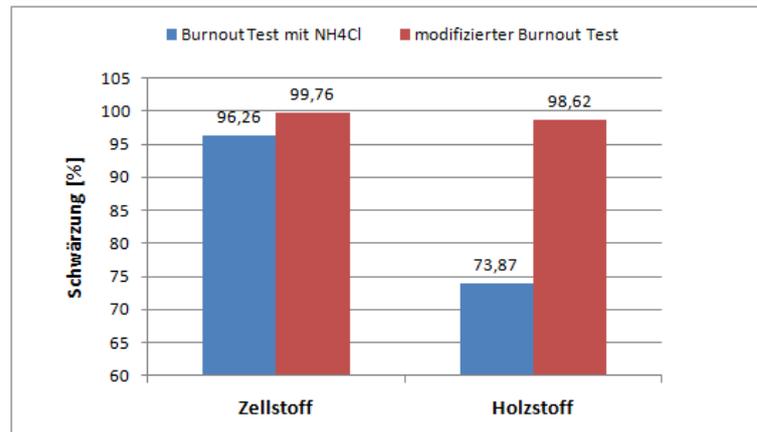


Abbildung 3.8: Vergleich der Faserschwärzung von reinem Zellstoff und Holzstoff in Abhängigkeit von der Burnout- Methode

Die Helligkeitsanalyse unterstreicht das bereits in den Abbildungen gezeigten Ergebnisse. Bei der Verkohlung von Zellstoff ist der Unterschied zwischen den beiden Methoden eher gering. Obwohl, wie in Abbildung 3.5 ersichtlich, die Zellstofffasern durch den Burnout- Test mit Ammoniumchlorid nicht vollständig geschwärzt wurden, liegt das Ergebnis der Helligkeitsanalyse bei 96,26 %. Da die Abbildungen für die Analyse in Schwarzweißbilder umgewandelt werden und die Fasern größtenteils dunkelbraun verfärbt wurden ist auch ein Schwärzungsgrad relativ hoch. Der modifizierte Burnout- Test erreicht bei Zellstofffasern eine nahezu vollständige Verkohlung, dies bestätigt auch ein Schwärzungsgrad von 99,76 %.

Ein Vergleich zwischen den beiden Burnout- Methoden anhand von Holzstoffproben zeigt einen deutlicheren Unterschied. Wie bereits beschrieben, behindert beim Burnout- Test mit Ammoniumchlorid dass im Holzstoff vorhandene Lignin die Schwärzung der Faser. Der Holzstoff wird teilweise nur hellbraun gefärbt, deshalb kann auch bei der Helligkeitsanalyse lediglich ein Ergebnis von 73,87 % erreicht werden. Der modifizierte Burnout- Test schwärzt die Holzstofffaser fast vollständig, dies bestätigt auch der ermittelte Schwärzungsgrad von 98,62 %.

### 3.2.4 Ergebnisse der Strukturanalyse

Um strukturelle Unterschiede durch die Anwendung der beiden Burnout- Methoden feststellen zu können wurde eine Strukturanalyse durchgeführt. Das Ergebnis dieser Analyse wird hier dargestellt.

Bei der mit Ammoniumchlorid verkohlten Holzstoffprobe konnte, wie in Abbildung 3.7

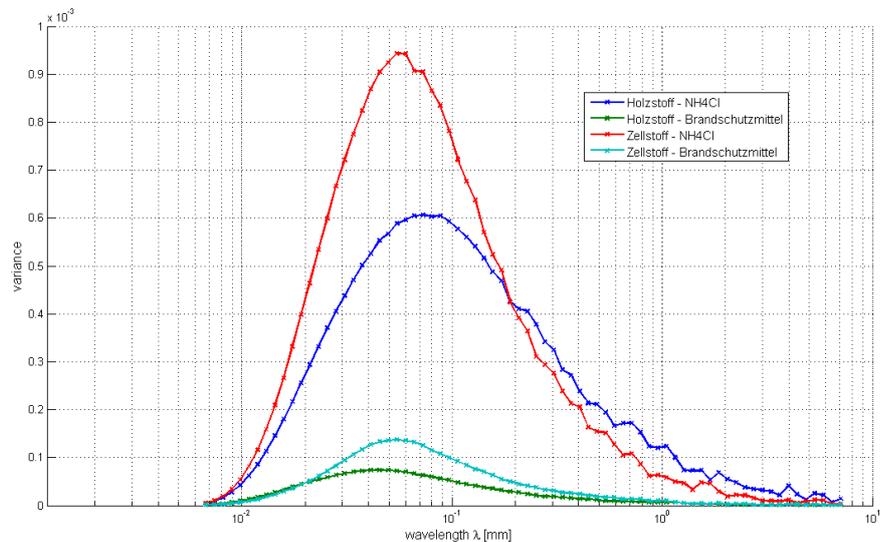


Abbildung 3.9: Strukturanalyseergebnis von durch beide Burnout- Methoden verkohlten Holz- und Zellstoffproben

ersichtlich, keine vollständige Schwärzung der Holzstoffprobe erreicht werden. Durch die unterschiedliche Braunfärbung des Faserstoffes ist auch der Kontrast deutlich höher, weshalb wesentlich mehr Strukturen erkannt werden.

Aufgrund des hohen Schwärzungsgrades der durch den modifizierten Burnout- Test verkohlten Holzstoffprobe, ist nur wenig Struktur erkennbar, weshalb auch die Kurve sehr flach verläuft. Im Strukturgrößenbereich der Faserlänge nähert sich diese Kurve einer Varianz von Null, da die gleichmässige Schwärzung einen nur minimalen Kontrast aufweist.

Die Kurve mit dem größten Maximum wird durch die mit Ammoniumchlorid verkohlte Zellstoffprobe erreicht. Im Vergleich zur Holzstoffprobe färbten sich die Zellstofffasern in wesentlich unterschiedlicheren Brauntönen, weshalb auch ein deutlich höherer Kontrast im Bereich zwischen 0,01 und 0,2 mm erreicht wird. Der Anteil an unverkohlten Fasern ist deutlich geringer, wodurch auch der Kontrast im Wellenlängenbereich der Faserlänge niedriger ist.

Die Verkohlung von Zellstoff durch den modifizierten Burnout- Test schwärzt die Fasern vollständig. Der Verlauf der Kurve ist ähnlich der Holzstoffprobe, da auch hier durch ein niedriger Kontrast erreicht wird.

### 3.3 Verfärbung von Stärke und Strich beim modifizierten Burnout-Test

Diese Versuche wurden durchgeführt um die Verfärbung des Strichs analysieren zu können. Da sich der modifizierte Burnout- Test sowohl in der Durchführung als auch beim Imprägniermittel vom herkömmlichen Burnout- Test unterscheidet muss auch die Verfärbung des Strichs untersucht werden. Diese Untersuchung wurde, wie bereits im Abschnitt 1.4.3 sowie 1.4.4, an schwarz gefärbten, gestrichenen Proben durchgeführt. Somit ist ein direkter Vergleich der beiden Methoden möglich. Die Durchführung dieses Versuchs erfolgte nach der

Anleitung aus Abschnitt 2.1.

### 3.3.1 Verfärbung der Stärke beim modifizierten Burnout- Test

Da sich Stärke in ihrer chemischen Struktur der von Zellulose stark ähnelt und der modifizierte Burnout- Test die Zellulosefasern gut schwärzt, wird davon ausgegangen, dass sich auch reiner Stärke deutlich verfärbt. In den nachfolgenden Abbildungen werden die Ergebnisse des herkömmlichen sowie des modifizierten Burnout- Tests gegenübergestellt.

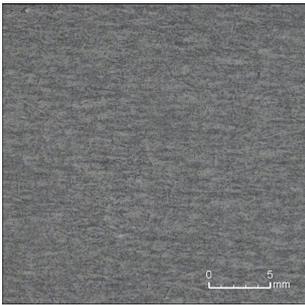


Abbildung 3.10: Probe mit reiner Stärke vor dem modifizierten Burnout- Test

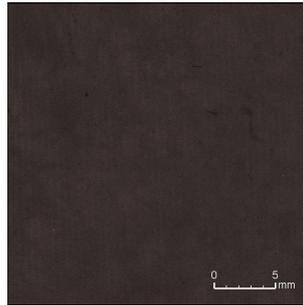


Abbildung 3.11: Probe mit reiner Stärke nach dem modifizierten Burnout- Test

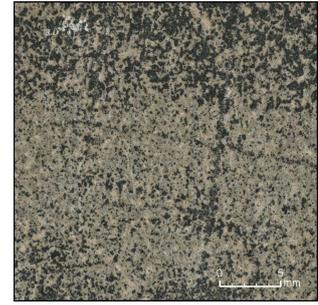


Abbildung 3.12: Probe mit reiner Stärke nach dem Burnout- Test mit  $NH_4Cl$

Aus den Abbildungen 3.10- 3.12 ist deutlich zu erkennen, dass der modifizierte Burnout-Test reine Stärke am dunkelsten färbt. Dieses Ergebnis bestätigt die bereits erwähnte Vermutung, dass aufgrund der ähnlichen chemischen Struktur von Stärke und Zellstoff, eine stärkere Verfärbung eintritt. Die Färbung der Stärke stellt womöglich den größten Nachteil des Verfahrens mit Brandschutzmittel dar. Der dunkle Branton der Stärke bildet einen sehr schlechten Kontrast zu den geschwärzten Fasern und lässt somit keine eindeutige Unterscheidung zu.

Der Vorteil gegenüber dem Verfahren mit Ammoniumchlorid ist, dass die Stärke durch das Brandschutzmittel nicht vom Papier gelöst wird.

Zusammenfassend kann man sagen, je höher der Anteil an Stärke im Rezept eines Strichs ist, desto dunkler verfärbt sich dieser beim Burnout- Test. Wie hoch der Anteil an Stärke in einer Strichrezeptur sein kann, ohne dass diese die Visualisierung der Strichverteilung beeinträchtigt wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht.

### 3.3.2 Verfärbung des Strichs mit Latex als Binder beim modifizierten Burnout-Test

In den meisten Strichrezepturen wird neben Stärke auch Latex als Bindemittel eingesetzt, weshalb eine Untersuchung eines Latexstrichs auf eine mögliche Färbung durch den modifizierten Burnout- Test durchgeführt wurde. Die hierfür verwendete Strichrezeptur ist mit der des Strichfärbeversuchs in Abschnitt 1.3.4 identisch und kann aus selbigem entnommen werden.

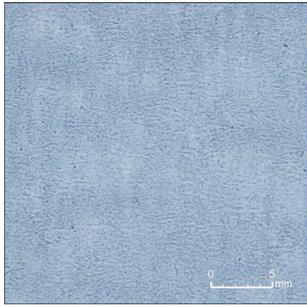


Abbildung 3.13: Probe gestrichen, vor dem modifizierten Burnout-Test

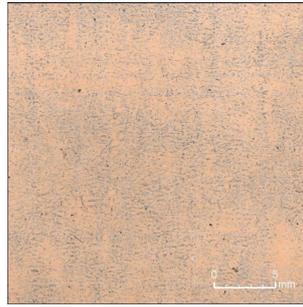


Abbildung 3.14: Probe gestrichen, nach dem modifizierten Burnout-Test

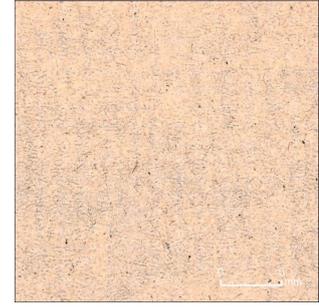


Abbildung 3.15: Probe gestrichen, nach dem Burnout-Test mit  $NH_4Cl$

Der in Abbildung 3.13 durch die schwarz durchscheinenden Fasern leicht gräuliche Strich wird durch den Burnout-Test eindeutig braun gefärbt. Vergleicht man die Ergebnisse der beiden Burnout-Verfahren miteinander, so kann festgestellt werden, dass der Strich in Abbildung 3.15 etwas heller erscheint. Dies bedeutet, dass das modifizierte Verfahren auch den Strich mit Latex stärker verfärbt als jenes mit Ammoniumchlorid. Diesem Nachteil steht der Vorteil einer vollständigen Schwärzung der Faser gegenüber. Dadurch wird trotz der Verfärbung des Strichs ein ausreichend guter Kontrast erreicht. Mit Ammoniumchlorid haben viele Fasern und Feinstoffcluster nach dem Burnout-Test einen ähnlich hellen Branton und können somit nicht vom Strich unterschieden werden.

### 3.3.3 Ergebnis der Helligkeitanalyse

Die Verfärbung der Stärke und des Strichs wird auch in der Helligkeitsanalyse deutlich. Das Ergebnis der Strichfärbung durch den Burnout-Test mit Ammoniumchlorid sowie mit dem modifizierten Test ist im nächsten Diagramm ersichtlich.

Im Diagramm der Abbildung 3.16 sind die Schwärzungsgrade der untersuchten Proben vor und nach dem Burnout-Test dargestellt. Die Differenz zwischen den Werten vor und nach dem Burnout-Test stellt die Verdunkelung durch die Einwirkung der Temperatur während der Verkohlung dar.

Beim Verfahren mit Ammoniumchlorid wurde der Strich mit Latex als Bindemittel nur gering verfärbt, der Schwärzungsgrad der Stärke hingegen stieg durch die Verkohlung um ca. 20% an.

Weiteres zeigt dieses Diagramm die Verdunkelung der Stärke und des Strichs durch den modifizierten Burnout-Test. Es ist ersichtlich, dass der Schwärzungsgrad des Strichs mit Latex als Bindemittel sowie auch der Stärke nach dem modifizierten Burnout-Test deutlich höher liegt als beim Test mit Ammoniumchlorid. Der Schwärzungsgrad des Strichs steigt während der Verkohlung um ca. 26% an, jener der Stärke sogar um fast 50%.

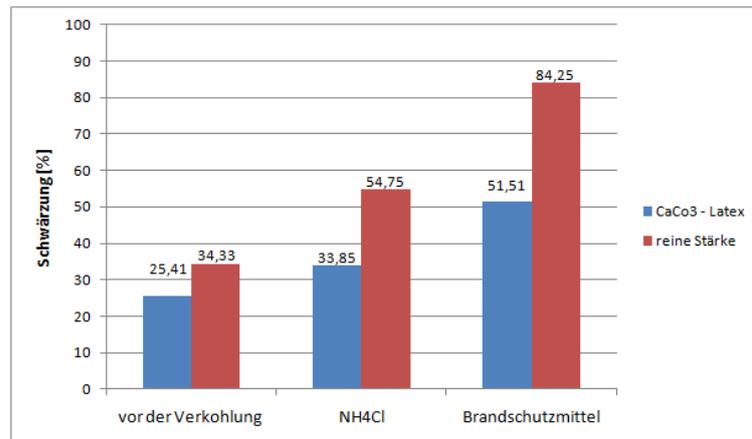


Abbildung 3.16: Verfärbung der Stärke sowie des Strichs mit Latex als Binder in Abhängigkeit der Burnout- Methode

### 3.4 Auswirkung der Verkohlungsdauer über die Zeit

In diesem Abschnitt soll der zeitliche Einfluss der Verkohlung näher betrachtet werden. Für ein optimales Ergebnis muss die Verkohlungsdauer so gewählt werden, dass alle Fasern geschwärzt werden, der Strich jedoch so wenig wie möglich verfärbt wird. Für diese Untersuchung wurden Proben mit unterschiedlicher Verkohlungsdauer, beginnend bei 15 min angefertigt, die Ergebnisse werden in den folgenden Abbildungen vorgestellt. Mithilfe der Helligkeitsanalyse wurde die Schwärzung der einzelnen Proben bestimmt, sowie eine Strukturanalyse zur Bestimmung des Kontrastes durchgeführt.

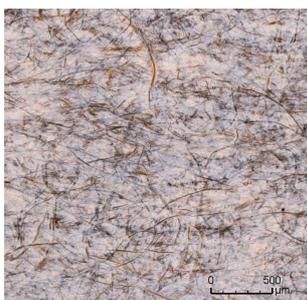


Abbildung 3.17:  
Verkohlungsdauer  
15 min



Abbildung 3.18:  
Verkohlungsdauer  
45 min

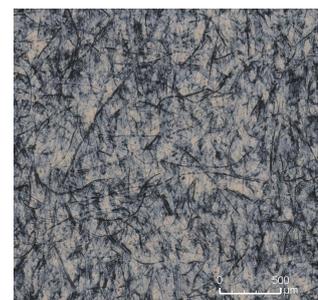


Abbildung 3.19:  
Verkohlungsdauer  
90 min

In diesen Abbildungen sind die Ergebnisse des Burnout- Tests bei unterschiedlicher Verkohlungsdauer dargestellt. Nach einer Verkohlungsdauer von 15 min konnten noch keine Faserschwärzung erreicht werden, diese erscheinen in verschiedenen Braunfärbungen. Nach 45 min ist bereits eine Faserverkohlung erkennbar, der Großteil der Fasern ist dennoch braun. Ab einer Verkohlungsdauer von 90 min ist der gesamte Faseranteil der Probe vollständig geschwärzt und noch keine starke Strichverfärbung erkennbar.

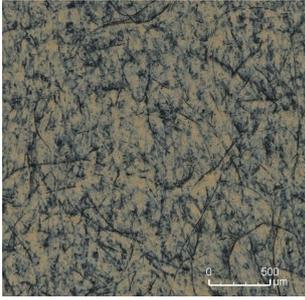


Abbildung 3.20:  
Verkohlungsdauer  
120 min

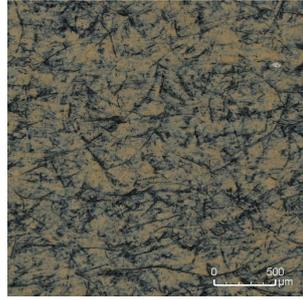


Abbildung 3.21:  
Verkohlungsdauer  
180 min

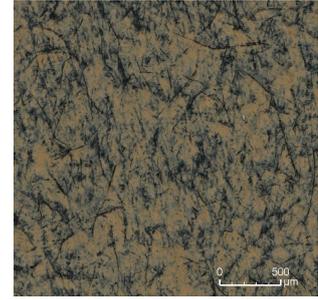


Abbildung 3.22:  
Verkohlungsdauer  
210 min

Ab einer Verkohlungsdauer von 120 min kommt es zu einer zunehmenden Verdunkelung des Strichs und somit zu einer Abnahme des Kontrastes zwischen Faser und Strich.

### 3.4.1 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der Helligkeitsmessung der einzelnen LWC- Proben graphisch dargestellt. Zusätzlich zu den in Abbildung 3.17 bis 3.22 dargestellten Proben wurden auch Versuche mit einer Verkohlungsdauer von 30, 60 min analysiert.

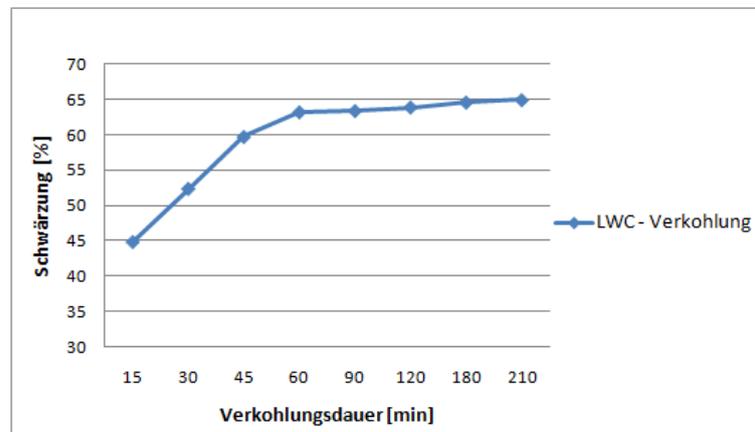


Abbildung 3.23: Veränderung der Helligkeit von Burnout- Proben über die Verkohlungsdauer

Die in den Abbildungen festzustellende Verdunkelung der Proben spiegelt sich im Ergebnis der Helligkeitsanalyse wieder. Im Bereich zwischen 15 und 60 min verdunkeln die Proben am stärksten. Der Anstieg der Kurve in diesem Bereich ist hauptsächlich auf die Schwärzung des Faserstoffes zurückzuführen, der Einfluss der Verdunkelung des Strichs ist vernachlässigbar gering. Ist der Großteil der Fasern vollständig verkohlt, nimmt die Steigung dieser Kurve stark ab. Der leichte Anstieg der Kurve ab 90 min ist auf die Verdunkelung des Striches zurückzuführen, welche auch in den Abbildungen deutlich erkennbar ist.

## Ergebnisse der Strukturanalyse

Je höher die Verkohlungsdauer, desto intensiver werden die Fasern geschwärzt, wodurch auch der Kontrast verbessert wird. Dieser Verlauf soll durch die Strukturanalyse gezeigt werden. Mit zunehmendem Schwärzungsgrad des Fasermaterials steigt auch, sofern der Strich nicht wesentlich gefärbt wird, der Kontrast zwischen Fasern und Strich, wodurch der Anteil an erkennbaren Strukturen zunimmt. Je mehr Strukturen in der jeweiligen Größenordnung (Wellenlänge  $\lambda$  [mm]) erkennbar sind, desto höher liegen die Werte der Kurve in diesem Bereich.

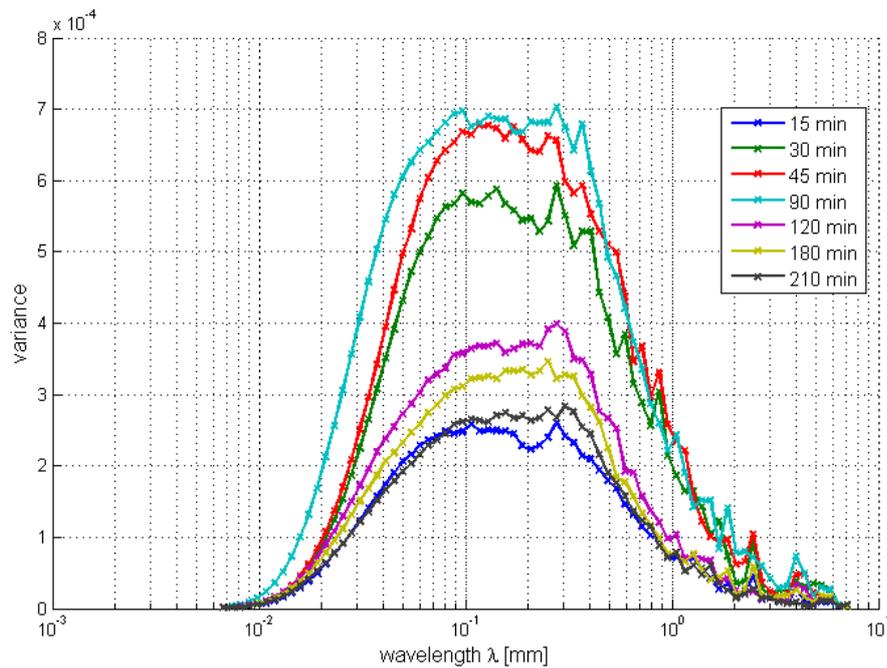


Abbildung 3.24: Strukturanalyseergebnis des Verkohlungsverlaufes über die Zeit

Die in Abbildung 3.24 dargestellten Ergebnisse der Strukturanalyse zeigen den Einfluss der Verkohlungsdauer auf die Sichtbarkeit von Strukturen an der Probenoberfläche.

Nach einer Verkohlungsdauer von 15 min sind wenig Strukturen erkennbar. Die Fasern, siehe Abbildung 3.17 sind zu diesem Zeitpunkt nur leicht gebräunt und unterscheiden sich kaum vom Strich. Der Kontrast zwischen Fasern und Strich ist sehr gering.

Eine Steigerung der Verkohlungsdauer bewirkt eine Verbesserung des Kontrastes, die Fasern werden zunehmend geschwärzt und unterscheiden sich deutlicher vom Strich, dadurch Mit steigender Verkohlungsdauer werden die Fasern zunehmend geschwärzt ohne den Strich wesentlich zu beeinflussen. Je höher der Schwärzungsgrad der Fasern, desto deutlicher wird der Unterschied zum Strich, der Anteil an erkennbaren Strukturen steigt. Dieser Verlauf spiegelt sich auch im Analyseergebnis zwischen 15 und 90 min wieder.

Eine vollständige Schwärzung der Fasern wird ab 90 min erreicht. Der Strichfärbung ist zu diesem Zeitpunkt gering, wodurch ein hoher Kontrast zwischen Strich und Faserstoff erreicht wird. Der Verlauf dieser Kurve bestätigt, dass bei einer Verkohlungsdauer von 90 min, durch

den hohen Schwärzungsgrad der Fasern, sowie der geringen Färbung des Strichs das beste Kontrastergebnis erreicht wird.

Eine weitere Steigerung der Verkohlungsdauer bewirkt eine starke Verdunkelung des Strichs, dadurch eine Verringerung des Kontrastes und eine Abnahme der erkennbaren Strukturen.

### 3.5 Auswirkung der Art der Verkohlung

Bei der Verkohlung wurden zwei verschiedene Methoden getestet. Hierbei handelt es sich um die in Abschnitt 2.5 bereits erwähnte Verkohlung durch Wärmestrahlung sowie die Verkohlung durch Wärmestrahlung und Wärmeleitung zwischen 2 Platten.

In Abbildung 2.19 und 2.20 sind die Ergebnisse der Verkohlung abgebildet. Es wird vermutet, dass der direkte Kontakt der Probe mit den Metallplatten für die deutlich stärkere Verdunkelung des Strichs verantwortlich ist. Um den Unterschied quantifizieren zu können wurde eine Helligkeitsanalyse durchgeführt. Das Ergebnis der Analyse wird im Abschnitt 3.5.1 vorgestellt. Weiters wurde die Auswirkung der beiden Methoden auf den Kontrast mittels einer Strukturanalyse untersucht. Die Ergebnisse der Analyse werden in Abschnitt 3.5.2 vorgestellt.

#### 3.5.1 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

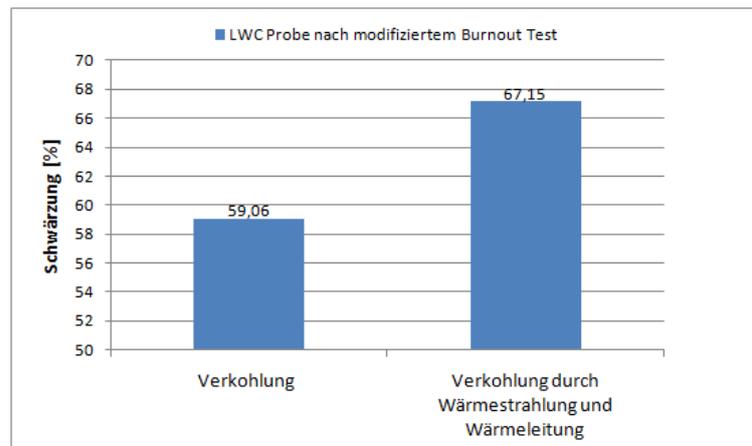


Abbildung 3.25: Grauwerte der Helligkeitsanalyse der zwei untersuchten Verkohlungsmethoden

Bei der Verkohlung durch Kontakt wurde eine Schwärzung von ca. 67% erreicht, der Grad der Schwärzung ist um 8% höher als bei einer Verkohlung durch Wärmestrahlung. Da bei beiden Methoden eine vollständige Schwärzung der Faser erreicht wurde, ist das unterschiedliche Ergebnis der Analyse auf eine stärkere Verdunkelung des Striches durch die Verkohlung zwischen 2 Platten zurückzuführen.

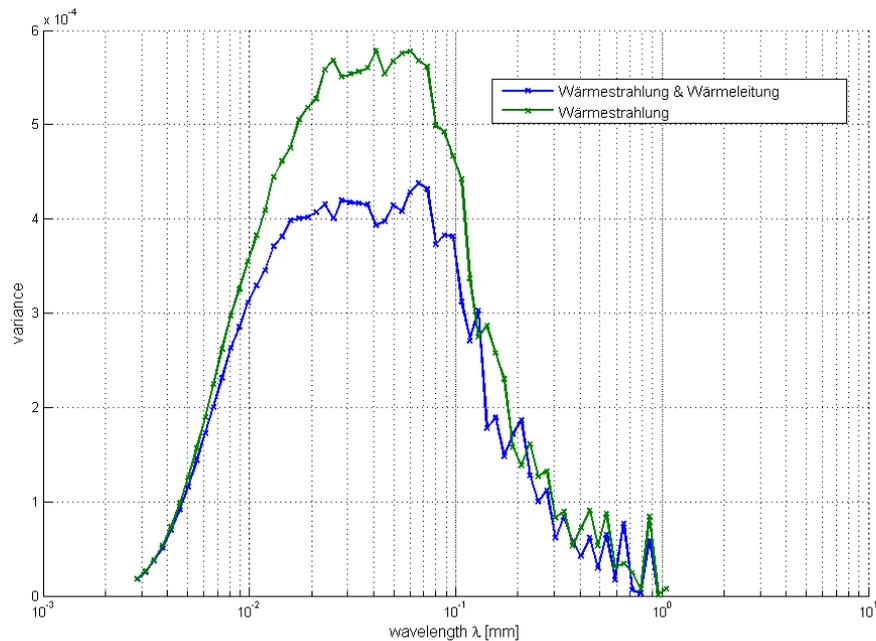


Abbildung 3.26: Strukturanalyseergebnis der Verkohlung durch Kontakt- und Wärmestrahlung

### 3.5.2 Ergebnisse der Strukturanalyse

Die Verkohlung der Proben zwischen 2 Platten bewirkt eine deutlich stärkere Verdunkelung des Strichs, im Vergleich der Abbildungen 2.19 und 2.20 ist dies deutlich erkennbar. Durch diese Verdunkelung verringert sich der Kontrast, wodurch auch weniger Strukturen sichtbar sind. Das Ergebnis der Strukturanalyse zeigt eine deutliche Abnahme des Kontrastes durch die Kontakt- Verkohlung.

## 3.6 Zweiseitigkeit des Strichs

In diesem Abschnitt soll auf die, mit dem modifizierten Burnout- Test sichtbare Zweiseitigkeit des Strichs eingegangen werden. Der Unterschied des Strichbilds zwischen Oberseite und Siebseite ist bei sämtlichen Proben erkennbar, soll jedoch nur anhand einer LWC- Papier Probe gezeigt werden.

Ein Vergleich dieser beiden Abbildungen zeigt einen deutlichen Unterschied bezüglich der Strichabdeckung. An der Oberseite dieser Probe, dargestellt in Abbildung 3.27, ist die Strichabdeckung deutlich besser als an der Siebseite des Papiers.

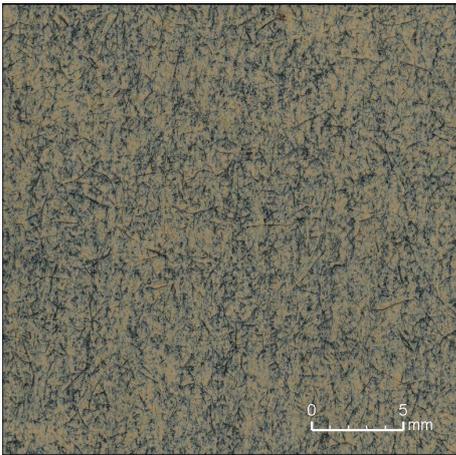


Abbildung 3.27: Oberseite eines LWC- Papiers nach dem Burnout-Test

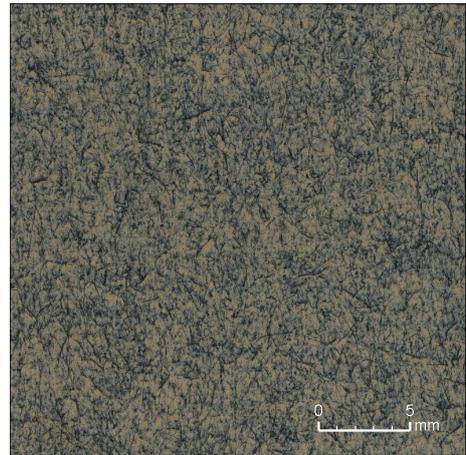


Abbildung 3.28: Siebseite eines LWC- Papiers nach dem Burnout-Test

### 3.6.1 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

Um feststellen zu können wie stark sich die Ober- und Siebseite der Probe unterscheiden, wurde eine Helligkeitsanalyse durchgeführt. Je mehr Fasern an der Oberfläche vorliegen, desto höher ist der Wert der Schwärzung.

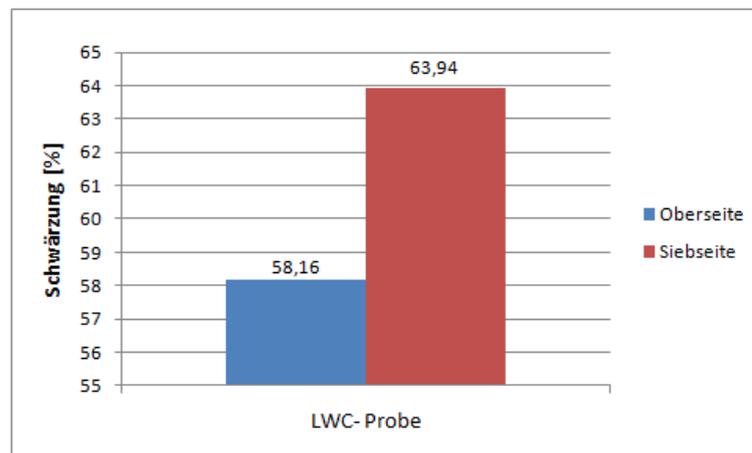


Abbildung 3.29: Helligkeitsanalyse der Ober- und Unterseite einer mit dem modifizierten Burnout- Test verkohlten LWC- Probe

Das Ergebnis der Helligkeitsanalyse, siehe Abbildung 3.29 bestätigt die Zweiseitigkeit der verkohlten Proben. Da auf der Siebseite der Probe mehr Fasern an der Oberfläche vorliegen, erscheint diese dunkler, wodurch auch ein höherer Schwärzungsgrad gemessen wird. An der Oberseite der Probe ist, wie in Abbildung 3.27 deutlich sichtbar mehr Strich, es liegen weniger Fasern an der Oberfläche und der Schwärzungsgrad ist somit niedriger.

### 3.6.2 Ergebnisse der Strukturanalyse

Mithilfe der Strukturanalyse soll der in den Abbildungen 3.27 und 3.28 sowie durch die Helligkeitsanalyse ersichtliche Unterschied zwischen Ober- und Siebseite gezeigt werden.

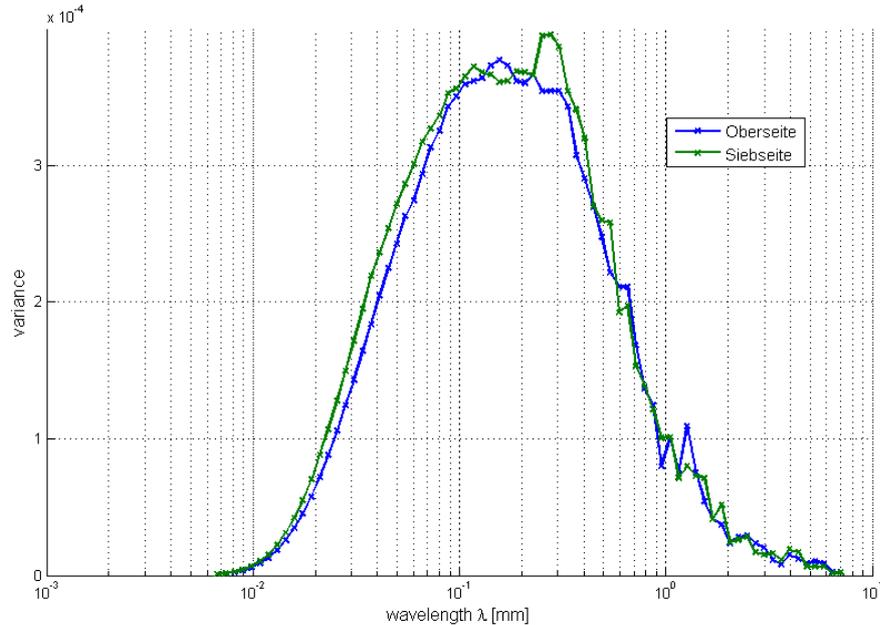


Abbildung 3.30: Strukturanalyseergebnis der Untersuchung auf Zweiseitigkeit

Der Unterschied zwischen Ober- und Siebseite ist durch die Strukturanalyse erkennbar. An der Siebseite der untersuchten Probe ist wesentlich mehr Struktur erkennbar. Da das aufgetragene Strichgewicht auf beiden Seiten identisch ist wird vermutet, dass die Streichfarbe an der Siebseite in die Fasermatte eingedrungen ist und dadurch mehr Struktur sichtbar wird. Der im Wellenlängenbereich von  $300 \mu m$  entstandene Peak der Siebseitenkurve kann nicht erklärt werden. Eine Untersuchung der Probe mit freiem Auge, sowie die Untersuchung der Abbildung führten zu keinem Ergebnis. Es wird jedoch vermutet, dass sich hier um einen sehr undeutlich erkennbaren Abdruck von Siebmarkierungen handelt.

### 3.7 Burnout- Test bei verschieden gestrichenen Papieren

Bei diesen Versuchen ist das Rohpapier der einzelnen Proben identisch, der Strichauftrag jedoch unterschiedlich. Der Burnout- Test wurde sowohl am Rohpapier selbst durchgeführt, sowie auch bei einseitig gestrichenen, zweiseitig gestrichenen und zweiseitig gestrichenen, satinierten Papier durchgeführt.

Mit der Durchführung des Burnout- Test am Rohpapier soll untersucht werden, ob eine vollständige Verkohlung dieser Fasern erreicht werden kann. Durch einen Vergleich des ungestrichenen Papiers mit der Siebseite des einseitig gestrichenen Papiers sollen durch den

Streichprozess bedingte Veränderungen gezeigt werden. Weiters soll untersucht werden, ob Unterschiede zwischen gestrichenem und satiniertem Papier durch den Burnout- Test sichtbar gemacht werden können.

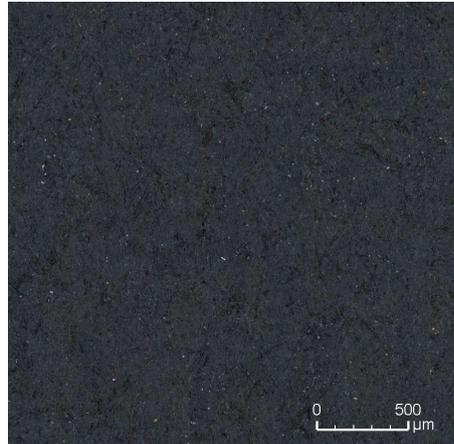


Abbildung 3.31: Ungestrichenes LWC- Rohpapier

Abbildung 3.31 zeigt ein ungestrichenes LWC- Papier nach dem modifizierten Burnout-Test. Der gesamte Faserstoff der Probe wurde vollständig geschwärzt, deshalb kann davon ausgegangen werden, dass auch die Fasern des gestrichenen Papiers vollständig verkohlt werden.

Die vereinzelt auftretenden weißen Punkte sind Staubpartikel, welche sich während der Bildaufnahme auf der Probe ablegten.

In den nächsten beiden Abbildungen werden die Ober- und Siebseite der einseitig gestrichenen LWC- Probe miteinander verglichen. Der Strichauftrag erfolgte auf der Oberseite des Papiers. Bei diesem Versuch soll untersucht werden, ob ein mögliches Durchschlagen der Streichfarbe auf die Siebseite sichtbar gemacht werden kann. Ein Vergleich der Siebseite mit der ungestrichenen Probe soll auf mögliche Unterschiede, bedingt durch den Strichauftrag hinweisen.

In Abbildung 3.32 wird die Oberseite eines einseitig gestrichenen LWC- Papier nach dem modifizierten Burnout- Test dargestellt. Es ist erkennbar, dass der Faserstoff vollständig geschwärzt werden konnte. Je dunkler die Faser erscheint, desto weniger wird diese von Streichfarbe bedeckt. Auf dem ersten Blick erscheint der Strich in verschiedenen Färbungen, wobei dieser Effekt lediglich vom Durchscheinen der Fasern hervorgerufen wird.

Abbildung 3.33 zeigt die ungestrichene Seite des einseitig gestrichenen LWC- Papiers. Vergleicht man diese Abbildung mit 3.31, so ist eine Aufhellung erkennbar. Es wird vermutet, dass der an der Oberseite aufgetragene Strich für diese Aufhellung verantwortlich ist. Ein Eindringen der Streichfarbe in die Fasermatte während des Strichauftrags könnte diesen Effekt erklären.

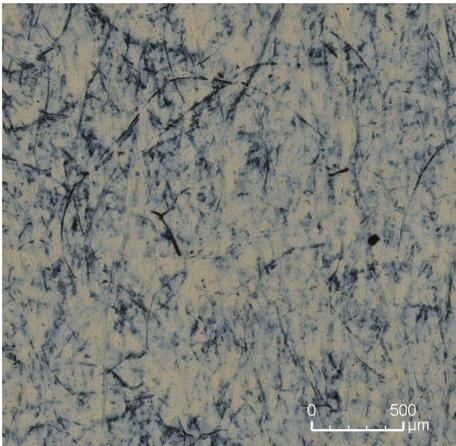


Abbildung 3.32: Oberseite des einseitig gestrichenen Papiers



Abbildung 3.33: Siebseite des einseitig gestrichenen Papiers

Bei den in Abbildung 3.33 markierten Bereiche, könnte es sich möglicherweise um Fehlerstellen in der Fasermatte des Rohpapiers handeln, die während des Steichvorgangs ein Durchschlagen der Streichfarbe bewirken.

Weiters wurde dieses Papier auf mögliche Unterschiede zwischen gestrichener und satinierter Probe untersucht. Hierfür wurde eine zweiseitig gestrichene und eine zweiseitig gestrichene, satinierte Probe miteinander verglichen. Beim Rohpapier dieser Proben handelt es sich um das selbige wie in Abbildung 3.31.

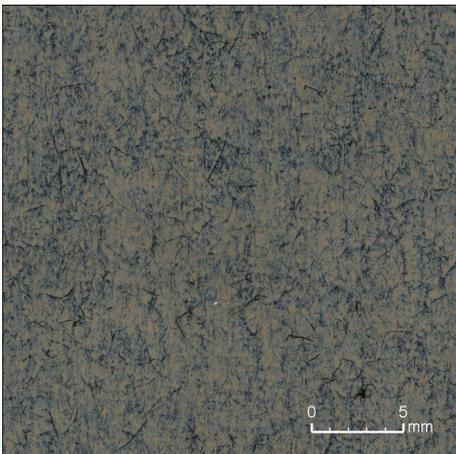


Abbildung 3.34: Zweiseitig gestrichenes LWC- Papier nach dem Burnout- Test

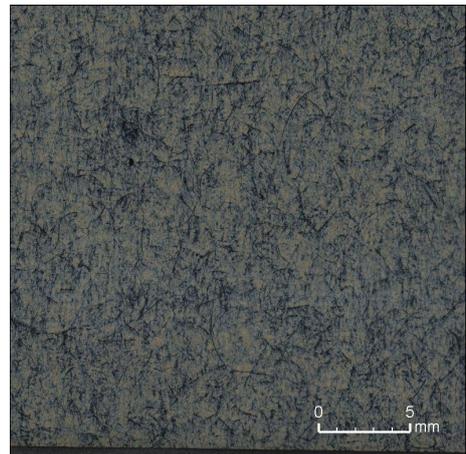


Abbildung 3.35: Zweiseitig gestrichen und satiniertes LWC- Papier nach dem Burnout- Test

Vergleicht man die Abbildungen 3.34 und 3.35 miteinander, so ist eine Vergleichmässigung der Oberflächenstruktur durch die Satinage erkennbar. Das unsatinierte Papier weist Unre-

gelmässigkeiten in der Faserabdeckung auf, Bereiche mit geringerem lokalen Strichgewicht erscheinen dunkler, da mehr Fasern an der Oberfläche liegen. Durch das Einwirken von hohem Druck und Temperatur während der Satinage wird der Strich verdichtet. Durch die Steigerung der Dichte wird der Strich transparenter wodurch auch mehr Fasern sichtbar werden.

Die mit dem Burnout- Test sichtbar gemachten Veränderungen am Papier durch die Satinage sollen in Kapitel 4 genauer untersucht werden.

### 3.7.1 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

Abhängig von der Strichdicke unterscheiden sich die verkohlten Papiere im Schwärzungsgrad. Je mehr Fasern an der Oberfläche vorliegen, bzw. je weniger Strich diese Fasern bedeckt, desto höher ist dieser Wert.



Abbildung 3.36: Strukturanalyseergebnis der Untersuchung von verschiedenen gestrichenen Papieren

Durch die Verkohlung des Rohpapiers wird ein Schwärzungsgrad von 98,3% erreicht, die Schwärzung der Siebseite des 1-seitig gestrichenen Papiers ist um fast 2% niedriger. Vergleicht man die Abbildung der Siebseite mit dem Rohpapier aus Abbildung 3.33 so ist eine Aufhellung erkennbar. Es wird vermutet, dass der an der Oberseite aufgetragene Strich während des Streichprozesses in die Fasermatte penetriert und dadurch an der Siebseite sichtbar wird. Dies würde auch den höheren Schwärzungsgrad der Oberseite des 1-seitig gestrichenen Papiers im Vergleich zur Oberseite des 2-seitig gestrichenen Papiers erklären.

Die Satinage bewirkt gegenüber dem 2-seitig gestrichenen Papier eine Erhöhung des Schwärzungsgrades auf 56,17%.

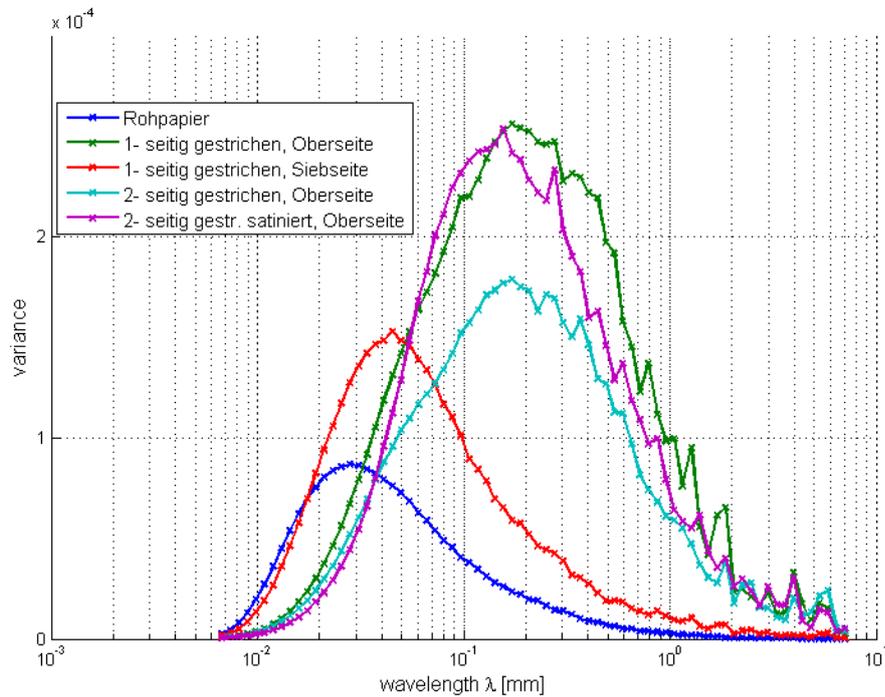


Abbildung 3.37: Strukturanalyseergebnis der Untersuchung von verschiedenen gestrichenen Papieren

### 3.7.2 Ergebnisse der Strukturanalyse

Wie in Abbildung 3.31 ersichtlich wurde das Rohpapier vollständig geschwärzt. Ähnlich dem Analyseergebnis von Zell- bzw. Holzstoff verläuft auch die Kurve der Rohpapierprobe relativ flach, da aufgrund des geringen Kontrastes wenig Struktur erkennbar ist.

Die Siebseite des 1-fach gestrichenen Papiers ist laut Analyseergebnis mehr Struktur erkennbar. Ein Vergleich der Abbildungen 3.31 und 3.33 zeigt, dass die Siebseite heller erscheint. Es wird vermutet dass die Aufhellung durch ein Durchscheinen des an der Oberseite aufgetragenen Strichs bewirkt wird, der Kontrast deshalb steigt und dadurch mehr Struktur erkennbar ist.

Das Strukturanalyseergebnis der Oberseite des 1-seitig gestrichenen Papiers ist ähnlich der satinierten Probe, an der Oberseite des 2-seitig gestrichenen Papiers sind jedoch deutlich weniger Strukturen erkennbar. Es wird vermutet, dass beim einseitigen Strich, die Streichfarbe tiefer in die Fasermatte eindringt als beim 2-seitigen Strich. Diese Penetration bewirkt eine Abnahme der Strichdicke an der Oberfläche, wodurch mehr Fasern an der Oberfläche sichtbar werden. Dieser Effekt könnte auch die in Abschnitt 3.6 untersuchte Zweiseitigkeit erklären. Der Strichauftrag an der Ober- und Siebseite erfolgt in mehreren Schritten. Die Streichfarbe der erstgestrichenen Seite penetriert stärker in das Papier, während bei der zweitgestrichenen Seite der bereits auf der gegenüberliegenden Seite aufgetragene Strich der Penetration

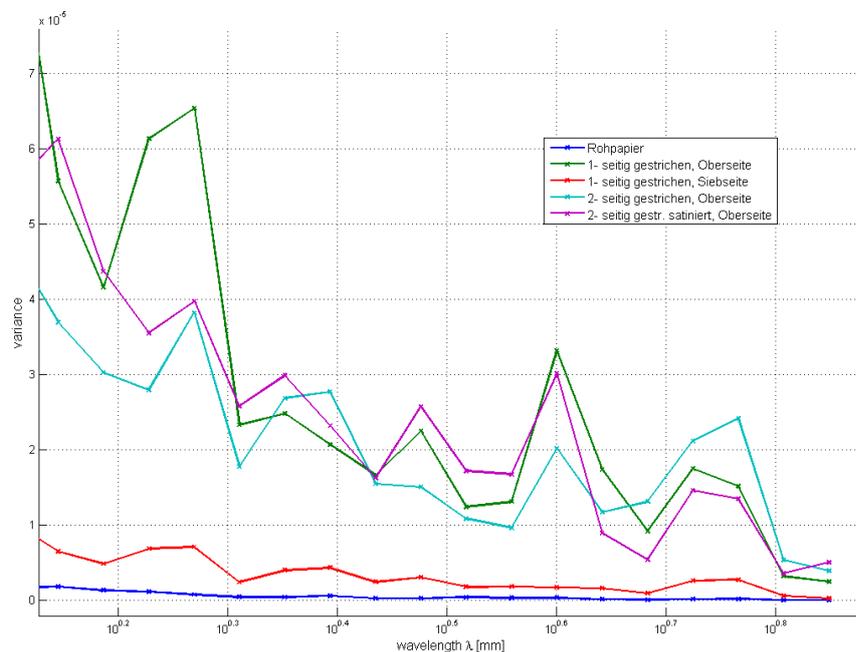


Abbildung 3.38: Vergrößerter Ausschnitt des Strukturanalyseergebnisses der Untersuchung von verschiedenen gestrichenen Papieren

entgegenwirkt.

Da die Strichdicke der zweitgestrichenen Seite höher ist, sind mehr Fasern bedeckt, wodurch auch weniger Struktur erkennbar ist.

Diese Vermutung könnte die Ergebnisse der Strukturanalyse erklären, weitere Untersuchungen wurden im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht durchgeführt.

Ein Vergleich der 2-seitig gestrichenen und 2-seitig gestrichen satinierten Probe zeigt ebenfalls deutliche Unterschiede im Verlauf der Kurve. Durch die Steigerung der Transparenz des Strichs aufgrund der Satinage werden vor allem im kürzeren Wellenlängenbereich mehr Strukturen durch die Analyse erkannt.

In Abbildung 3.38 ist das Ergebnis der Strukturanalyse aus Diagramm 3.37 im Wellenlängenbereich zwischen  $10^{0.1} - 10^{0.8}$  detailliert abgebildet. Die vor der Satinage erkennbaren Ungleichmässigkeiten der Faser- Strichverteilung im Größenbereich von ca. 6 mm, siehe Abbildung 3.34, werden auch durch die Strukturanalyse erkannt. Aufgrund dieser Unregelmässigkeiten steigt die Kurve der 2-seitig gestrichenen Probe über jene der satinierten Probe.

### 3.8 Anwendung des Burnout- Tests an verschiedenen Papieren

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse des Burnout- Tests verschiedener Papiere dargestellt und diskutiert. Es soll gezeigt werden, welche Ergebnisse diese Methode bei anderen Papiersorten liefert. Es wurden Versuche mit Dünndruckpapier, einem zwei- sowie dreifachgestrichenen holzfreien Papier durchgeführt.

### 3.8.1 Burnout- Test am Dünndruckpapier

Dünndruckpapier zeichnet sich durch hohe Opazitätswerte bei sehr niedrigen Flächengewichten aus. Die hier verwendeten Proben stammen von einem gestrichen Dünndruckpapier mit einer flächenbezogenen Masse von  $60 \text{ [g/m}^2\text{]}$ . Das Fasermaterial und die Strichrezeptur unterscheidet sich vom bisher untersuchten LWC- Papier, deshalb sollen hier, mit dem modifiziertem Burnout- Test, möglichen Ergebnisse vorgestellt werden. In den folgenden Abbildungen wird die Ober und Siebseite des verkohlten Dünndruckpapiers dargestellt. Da keine genauen Informationen über dieses Papier vorhanden sind, kann nur vermutet werden, dass dieses Papier aufgrund des ungleichmässigen Strichgewichts von Ober- und Siebseite, für den einseitigen Druck bestimmt ist.

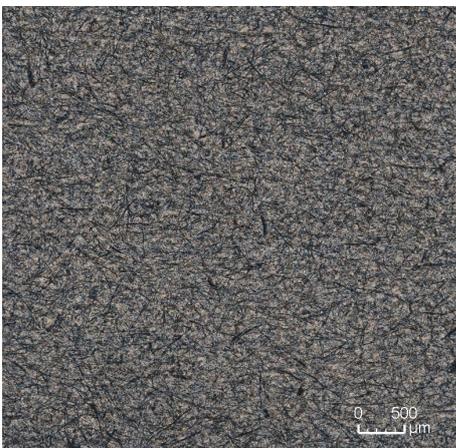


Abbildung 3.39: Oberseite des Dünndruckpapiers

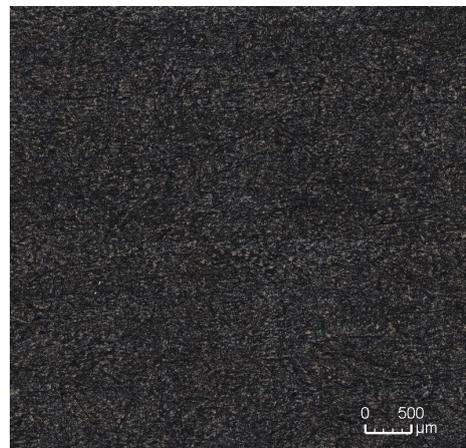


Abbildung 3.40: Siebseite des Dünndruckpapiers

Abbildung 3.39 zeigt die Oberseite des gestrichenen Dünndruckpapiers nach dem modifizierten Burnout- Test. Der Faserstoff konnte zur Gänze geschwärzt werden, ohne den Strich merklich zu färben, wodurch ein guter Kontrast zwischen Faserstoff und Strich entsteht. Da es sich um ein Dünndruckpapier handelt, ist der Anteil an Füllstoffen höher als bei LWC- Papier, jedoch kann dieser nicht von der Strichfarbe unterschieden werden.

In Abbildung 3.40 ist die Siebseite des Dünndruckpapiers dargestellt. Im Vergleich zur Oberseite ist das Strichgewicht wesentlich geringer, wodurch mehr Fasern an der Oberfläche sichtbar sind.

### 3.8.2 Burnout- Test am holzfrei gestrichenen Papier

Die hier untersuchten Graphikpapiere sind holzfrei gestrichene Papiere mit einem Flächengewicht von  $135 \text{ [g/m}^2\text{]}$ . Das Strichgewicht dieser Papiere ist deutlich höher als jenes von LWC- Papieren. Je höher das Strichgewicht des Papiers, desto schwieriger ist die Penetration des Imprägniermittels in die Fasermatte.

### **Zweifach gestrichenes, holzfreies Papier**

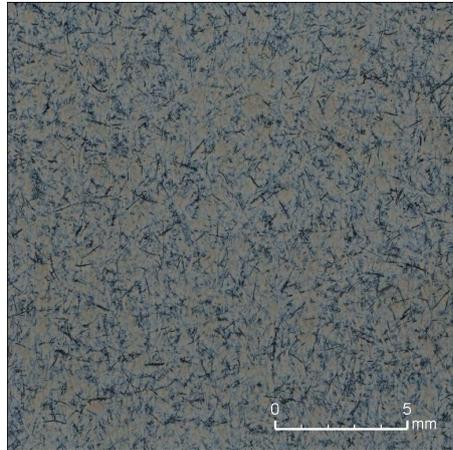


Abbildung 3.41: zweifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test

In Abbildung 3.41 ist ein zweifach gestrichenes, holzfreies Papier dargestellt. Trotz des hohen Strichgewichts konnten die Fasern ausreichend imprägniert und verkohlt werden. Der modifizierte Burnout- Test ist auch bei Papieren mit hohen Strichgewichten einsetzbar. Durch die Verkohlung wurde der Strich teilweise braun gefärbt. Die verwendete Strichrezeptur ist nicht bekannt, jedoch wird vermutet, dass an diesen Stellen ein höheres Strichgewicht vorliegt. Durch die fleckenartigen Verfärbungen des Strichs wird der Kontrast zwischen Faserstoff und Strich teilweise verschlechtert, eine Aussage über die Strichverteilung sollte jedoch möglich sein.

### **Dreifach gestrichenes, holzfreies Papier**

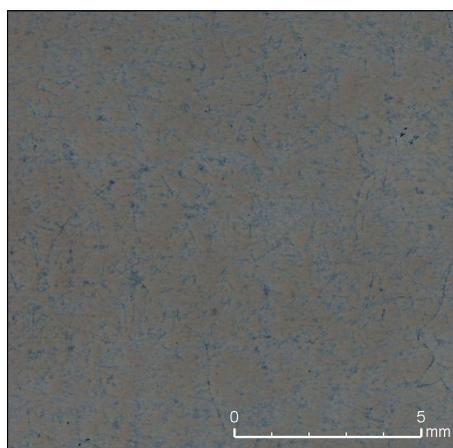


Abbildung 3.42: dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test

Bei dieser Probe handelt es sich um ein dreifach gestrichenes holzfreies Papier. Im Vergleich zu Abbildung 3.41 sind nur sehr wenige Fasern an der Oberfläche zu sehen, die geschwärzten Fasern scheinen lediglich durch. Auch in dieser Abbildung ist die fleckenartige Verfärbung des Strichs sichtbar. Da die Fasern fast zur Gänze mit Streichfarbe bedeckt sind und der Strich selbst dieses fleckige Muster aufweist, sind weitere Untersuchungen bzgl. der Strichverteilung auf diesem Papier nicht möglich.

### 3.9 Reproduzierbarkeit des modifizierten Burnout- Tests

Um die Reproduzierbarkeit des modifizierten Burnout- Tests zu untersuchen, wurden unabhängig voneinander 4 LWC- Proben nach der Durchführungsvorschrift in Abschnitt 2.1 verkohlt.

Vor jeder Durchführung wurde das Imprägniermittel, bestehend aus Brandschutzmittel und 10 Vol% Ethanol neu vorbereitet. Weiters wurde jede Probe vor der Durchführung des Tests für 3 Stunden bei standardisierten Bedingungen klimatisiert, anschließend erfolgte die Imprägnierung der Proben unter Vakuum für 30 min. Die imprägnierten Proben wurden abgautscht, für 30 min bei 110°C vorgetrocknet und im Trockenschrank für 90 min bei 225°C verkohlt.

Zur Untersuchung der Reproduzierbarkeit wurde eine Helligkeitsanalyse, sowie eine Strukturanalyse durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen werden in den nächsten beiden Abbildungen vorgestellt und diskutiert.

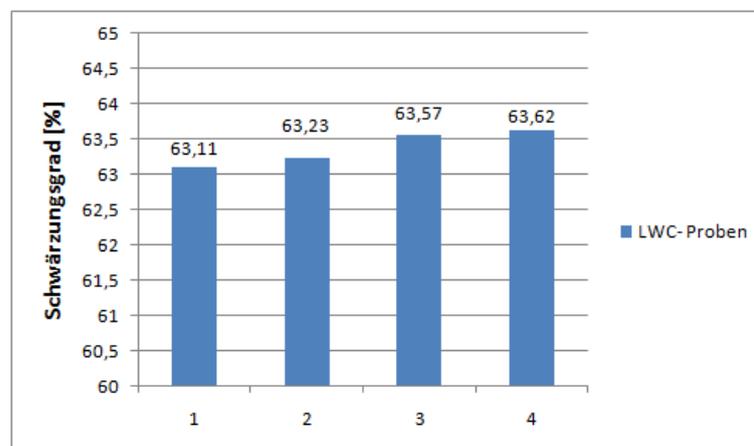


Abbildung 3.43: dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test

In Abbildung 3.43 ist das Ergebnis der Helligkeitsanalyse dargestellt. Aus diesem Ergebnis geht hervor, dass alle 4 Proben einen beinahe gleichen Schwärzungsgrad aufweisen. Der Differenz zwischen niedrigsten und höchsten Wert des Schwärzungsgrades liegt bei 0,51%. Dies bedeutet, dass die Durchführung des modifizierten Burnout- Tests einigermaßen ähnliche Ergebnisse liefert.

Um überprüfen zu können, ob bei diesen 4 Proben gleich viel Struktur erkennbar ist, wurde eine Strukturanalyse durchgeführt.

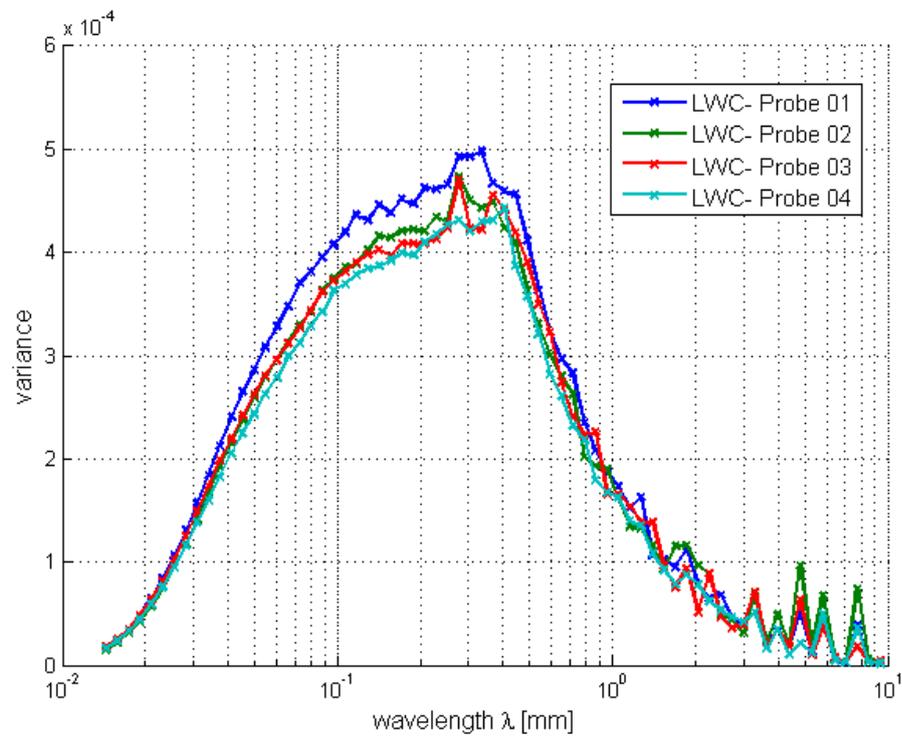


Abbildung 3.44: dreifach gestrichenes holzfreies Papier nach dem modifizierten Burnout- Test

Auch dieses Ergebnis zeigt eine hohe Ähnlichkeit der 4 Proben, die Streuung der Ergebnisse ist relativ gering. Es wird vermutet, dass die Streuung der Ergebnisse aufgrund struktureller Unterschiede der einzelnen Proben entsteht.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass anhand der Ergebnisse aus Helligkeitsanalyse und Strukturanalyse, die Durchführung des modifizierten Burnout- Test, entsprechend der in Abschnitt 2.1 angeführten Anleitung eine hohe Wiederholbarkeit gewährleistet.

## Kapitel 4

# Visualisierung der Veränderung des Striches durch die Satinage mittels Burnout- Test

In diesem Kapitel soll die Veränderung des Striches von LWC- Papier durch die Satinage mithilfe des Burnout- Tests untersucht werden. Für diese Untersuchungen wurde ausschließlich der modifizierte Burnout- Test, Durchführung laut Kapitel 2, angewandt.

Im ersten Teil sollen die Versuche mit schwarz gefärbten Papier vorgestellt. Mithilfe dieses Papiers ist es möglich die Veränderungen des Striches bedingt durch die Satinage ohne Durchführung des Burnout- Tests darzustellen.

Im zweiten Teil wird auf die Auswirkung der Satinage anhand unterschiedlicher Proben, sowie unterschiedlicher Streichverfahren eingegangen. Bei diesen Proben wurde der modifizierte Burnout- Test durchgeführt.

### 4.1 Auswirkung der Satinage auf schwarz gefärbten Papier

In diesem Abschnitt wird die Auswirkung der Satinage mithilfe von schwarz gefärbten, ungestrichenen Papier mit einer flächenbezogenen Masse von  $120[g/m^2]$  untersucht.

Das verwendete, schwarz gefärbte Papier soll durch den Burnout- Test verkohlte Fasern simulieren.

Auf dieses Papier wurde mithilfe des Laborrakels ein Strichgewicht von ca.  $20 [g/m^2]$  aufgetragen, die verwendete Strichrezeptur ist mit jener in Abschnitt 1.4.4 identisch.

Nach dem Strichauftrag wurden die Proben satiniert. Hierfür wurde ein im Labor des Instituts vorhandener Kalandar verwendet. Dieser Kalandar besteht aus einer angetriebenen Gummiwalze und einer beheizten Stahlwalze. Das schwarz gefärbte Papier wurde bei einem Anpressdruck von  $2000 [daN]$  und einer Temperatur der Stahlwalze von  $90^\circ C$  in 2 Durchgängen satiniert. Die gestrichene Seite immer auf der Seite der Stahlwalze.

Für die Untersuchung wurde vom ungestrichenen Papier, vom gestrichenen Papier, sowie vom satinierten Papier, jeweils eine Aufnahme im Mikroskop gemacht. Somit sollen Rückschlüsse auf die Strichverteilung am Rohpapier, sowie Änderungen durch die Satinage gemacht werden können.

Um lokale Änderungen an der Oberfläche des Papiers durch die Satinage untersuchen zu können, wurden die einzelnen Proben vor dem Strichauftrag mithilfe eines Lasers an meh-

ren Stellen markiert. Diese Markierungen sind in Abbildung 4.1 als kleine Löcher erkennbar.

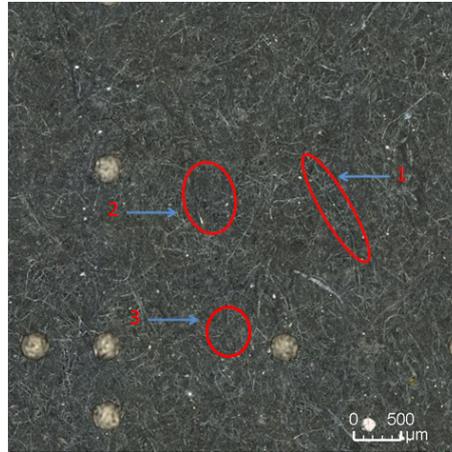


Abbildung 4.1: Schwarz gefärbtes, ungestrichenes Papier

In Abbildung 4.1 handelt es sich um das oben erwähnte schwarz gefärbte, ungestrichene Papier. Um die einzelnen Fasern des Rohpapiers sichtbar zu machen wurde für die Aufnahme eine hohe Belichtungsdauer gewählt, weswegen die Fasern gräulich erscheinen. Diese Aufnahme lässt keine Aussage über die Topographie der Papieroberfläche zu, eine visuelle Untersuchung der Probe ermöglicht jedoch eine Einteilung der Oberfläche in höhere und tiefere Bereiche, welche in der Abbildung markiert wurden. Bei Markierung 1 handelt es sich um eine, deutlich aus der Oberfläche herausragende Faser, in Markierung 2 wird ein leicht erhobener Bereich und in Markierung 3 eine Vertiefung dargestellt. Anhand dieser Markierungen sollen die durch den Burnout- Test sichtbar werdenden Auswirkungen des Strichauftrags sowie der Satinage erklärt werden.

Die folgende Abbildung zeigt das in Abbildung 4.1 dargestellte Rohpapier nach dem Strichauftrag.

In Abbildung 4.2 ist ein ungleichmäßiges Strichbild erkennbar, welches auf eine ungleichmäßige Strichdickenverteilung schließen lässt. Diese Verteilung ist in erster Linie von der Topographie des Papiers abhängig. Beim Rakelsteichverfahren wird die überschüssige Streichfarbe von der Papieroberfläche abgerakelt, dies bewirkt eine Egalisierung von Unebenheiten der Oberfläche des Rohpapiers und eine daraus resultierende Verbesserung der Oberflächenglätte. Durch den Ausgleich dieser Unregelmässigkeiten des Rohpapiers entsteht eine unterschiedlich dicke Strichschicht. Durch den Burnout- Test wird diese Unregelmässigkeit der Strichdicke sichtbar, je heller ein Bereich der Oberfläche erscheint, desto höher ist das Strichgewicht bzw. die Strichdicke an dieser Stelle und umgekehrt. Markierung 1 der Abbildung 4.2 zeigt wieder die aus der Oberfläche herausragende Faser. Da diese von einer niedrigen Strichschicht bedeckt wird, erscheint sie deutlich dunkler.

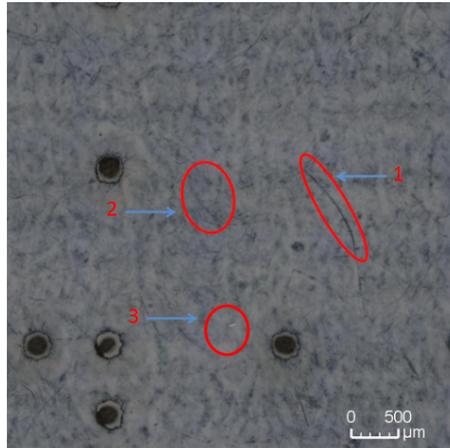


Abbildung 4.2: Schwarz gefärbtes Papier nach dem Strichauftrag mit dem Laborrakel

Die Strichdicke über der in Markierung 2 gezeigten Faser ist etwas höher, wodurch die schwarz gefärbten Fasern deutlich weniger durchscheinen.

Markierung 3 zeigt eine Stelle mit hohem lokalen Strichgewicht, das Durchscheinen der Fasern ist sehr gering, wodurch dieser Bereich sehr hell erscheint.

Diese von der lokalen Strichdicke abhängigen Farbänderungen der Probenoberfläche lassen die Vermutung zu, dass eine Abschätzung der Strichdickenverteilung aufgrund dieser Farbunterschiede möglich sein könnte. Für eine genauere Aussage sind jedoch noch weitere Untersuchungen erforderlich.

Um die Veränderung des Strichbildes durch die Satinage näher zu untersuchen, wurde das in Abbildung 4.2 dargestellte gestrichene Papier satiniert. Das Ergebnis wird in der folgenden Abbildung vorgestellt.

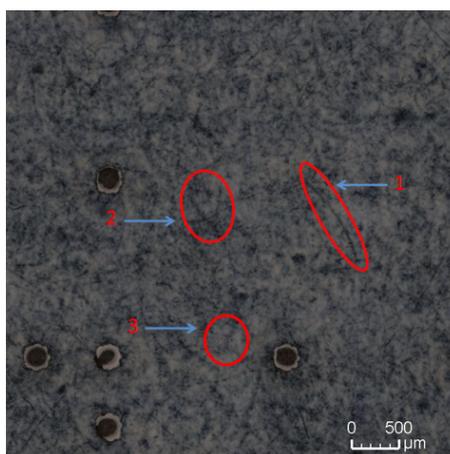


Abbildung 4.3: Schwarz gefärbtes Papier nach der Satinage des Laborstriches

Ein Vergleich der Abbildungen 4.2 und 4.3 zeigt eine deutliche Veränderung des Strich-

bildes durch die Satinage. Die gestrichen, satinierte Probe erscheint im Vergleich zur gestrichenen Probe deutlich dunkler, es sind wesentlich mehr Fasern sichtbar.

Im Kalandar wird das gestrichene Papier einem hohen Druck und Temperatur ausgesetzt, dies führt zu einer Komprimierung des Strichs und somit zu einer Zunahme der Strichdichte. Der Dichteanstieg bewirkt eine Abnahme der Opazität, der Strich wird transparenter, und darunterliegende Fasern werden sichtbar.

Bei der in Markierung 1 gezeigten Faser ist keine Veränderung der Färbung erkennbar, da die Strichabdeckung sehr gering ist. Die Sichtbarkeit der Fasern in Markierung 2 wurde durch die Satinage wesentlich verbessert. Durch die Transparenz des Strichs durch die Komprimierung ist hier deutlich erkennbar. Auch in Markierung 3 ist nach der Satinage wesentlich mehr Struktur sichtbar, durch das hohe Strichgewicht in diesem Bereich ist die Transparenz jedoch deutlich geringer.

#### 4.1.1 Ergebnisse der Helligkeitsanalyse

Die Ermittlung des Schwärzungsgrades mittels Helligkeitsanalyse soll Informationen des schwarz gefärbten Papiers liefern, sowie die Transparenzsteigerung durch die Satinage verdeutlichen.

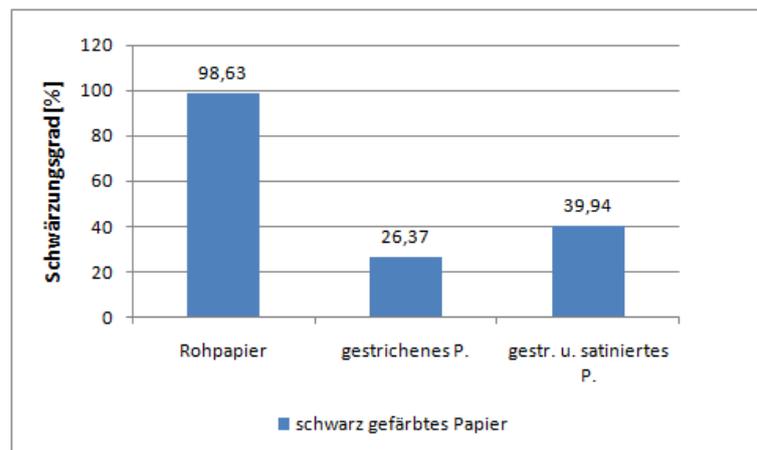


Abbildung 4.4: Vergleich der Schwärzungsgrade von ungestrichenem, gestrichenem sowie satiniertem, schwarz gefärbten Papier

Das für diese Versuche verwendete schwarz gefärbte Papier erreicht einen Schwärzungsgrad von 98,63%, das entspricht dem Wert des verkohlten Papiers nach dem Burnout- Test.

Wie erwartet ist der Schwärzungsgrad der gestrichenen Probe mit 26,37% am niedrigsten.

Die Analyse des Schwärzungsgrades der gestrichenen und satinierten Probe ergab ein Ergebnis von 39,94%. Der um 13,5% höhere Schwärzungsgrad der satinierten Probe wird durch eine Steigerung der Strichtransparenz aufgrund der Kompression im Kalandar erreicht.

#### 4.1.2 Ergebnisse der Strukturanalyse

Mithilfe der Strukturanalyse soll die Veränderung durch den Strichauftrag sowie der Satinage verdeutlicht werden.

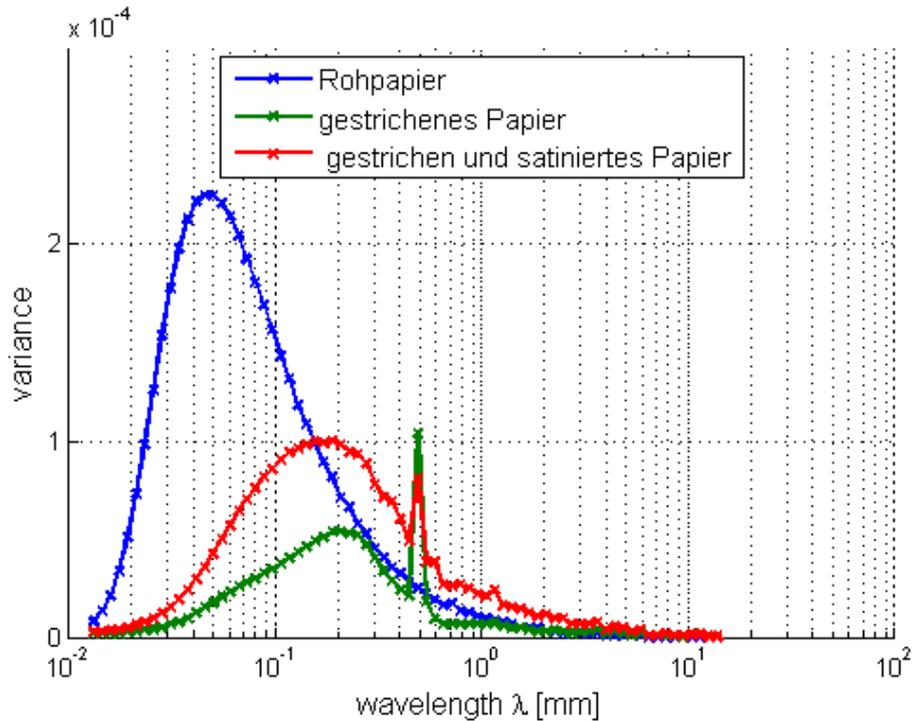


Abbildung 4.5: Analyse struktureller Veränderungen durch Strichauftrag und Satinage

Aufgrund der hohen Belichtungsdauer bei der Aufnahme des schwarz gefärbten Rohpapiers, erscheinen die Fasern in verschiedenen Grautönen. Dadurch ist die Struktur des Papiers deutlich erkennbar und das Ergebnis der Strukturanalyse entsprechend hoch.

Durch den Strichauftrag wird der Großteil der Fasern abgedeckt, nur wenig Struktur ist erkennbar, das Ergebnis der Analyse ist niedriger.

Die Steigerung der Strichtransparenz durch die Kompression des Strichs während der Satinage ist auch im Ergebnis der Strukturanalyse deutlich erkennbar. Da nach der Satinage, wie Abbildung 4.3 zeigt, deutlich mehr Fasern erkennbar sind, werden auch durch die Analyse mehr Strukturen erkannt.

Die bei einer Wellenlänge von ca. 0,5 mm auftretenden Peaks weisen auf Raketstreifen im Strich hin. Durch die Satinage steigt die Transparenz des Strichs, wodurch der im gestrichenen Papier noch sichtbare Raketstreifen nach der Satinage undeutlich wird. Dies führt zu einer Abnahme der erkennbaren Struktur, weshalb auch der Peak des satinierten Papiers niedriger ist als jener des gestrichenen Papiers.

Zusammenfassend kann man sagen, dass die Satinage das Erscheinungsbild der Burnout-Proben deutlich verändert. Obwohl die Satinage keine Veränderung der aufgetragenen Strichmenge bewirkt, weisen die Ergebnisse der Helligkeits- und Strukturanalyse sowie der visuelle Vergleich von gestrichenem und satiniertem Papier auf eine deutlich schlechtere Strichabdeckung hin.

Es wird vermutet, dass dieser Effekt auf eine Transparenzsteigerung aufgrund einer Verdich-

tion des Strichs durch die Satinage zurückzuführen ist. Eine Abschätzung der Strichdickenverteilung von satinierten Papieren anhand von Farbunterschieden ist durch die Transparenzsteigerung des Striches nicht möglich.

## 4.2 Vergleich zweier Streichverfahren und Strichrezepturen an gestrichenem und satiniertem Papier mithilfe des Burnout-Tests

In diesem Abschnitt soll eine Versuchsreihe, bestehend aus 3 unterschiedlich erzeugten LWC-Papieren vorgestellt werden.

Die Rohpapiere dieser Proben wurden vom selben Hersteller bezogen, unterscheiden sich jedoch im Streichverfahren sowie in der Zusammensetzung der Strichrezeptur.

Um den Einfluss der Satinage untersuchen zu können, wurde jede dieser 3 Papiere kalandriert und mit den gestrichenen Papieren verglichen.

Weiters sollen die mit dem modifizierten Burnout- Test verkohlten Proben untereinander verglichen und auftretende Unterschiede diskutiert werden.

### 4.2.1 Strichauftrag und Strichrezeptur

In diesem Abschnitt sollen die Unterschiede im Streichprozess der untersuchten LWC- Papiere vorgestellt und in der nachstehenden Tabelle zusammengefasst werden. Die Proben 01 und 02 der untersuchten Papiere wurden mit einem Free-Jet Blade Coater Streichaggregat gestrichen. Bei diesem System wird der Strich über eine Spritzdüse auf die oberhalb laufende Papierbahn aufgetragen und anschließend mithilfe einer Klinge (Stiff- Blade) nivelliert. Die Strichauftrag der Probe 03 erfolgte mit einer Filmpresse.

Die für den Strich verwendeten Pigmente sind  $CaCO_3$  (70%) und Kaolin (30%). Der prozentuelle Anteil der Pigmente ist bei allen 3 Proben identisch. Die Rezeptur unterscheidet sich jedoch in der Wahl der Bindemittel. Für Probe 01 wurde ausschließlich Latex (9%) eingesetzt, der Strich für Probe 02 und 03 beinhaltet sowohl Latex (7%) als auch modifizierte Stärke (4%) als Bindemittel.

Probenbezeichnung	Free-Jet Blade Coater	Film Press	Latex	mod. Stärke
Probe 01	*		*	
Probe 02	*		*	*
Probe 03		*	*	*

### 4.2.2 Validierung der gestrichenen und satinierten Proben

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse des Burnout- Tests der oben genannten LWC-Papier vorgestellt. Anhand von Abbildungen der verkohlten Proben soll die Auswirkung der Satinage untersucht, sowie mögliche Unterschiede aufgrund der Strichrezeptur und des Streichverfahrens diskutiert werden.

Die nächsten Abbildungen 4.6 und 4.7 zeigen das Ergebnis des Burnout- Test der Probe 01 nach dem Strichauftrag sowie einer anschließenden Satinage.

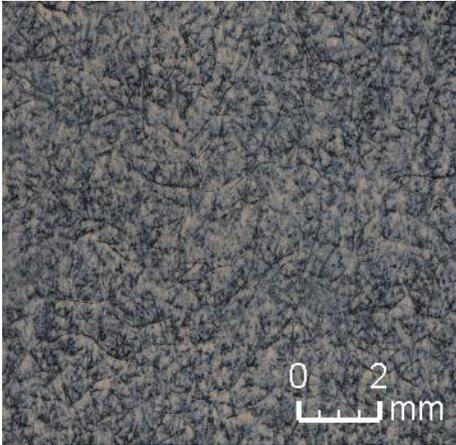


Abbildung 4.6: Probe 01, gestrichenes LWC- Papier

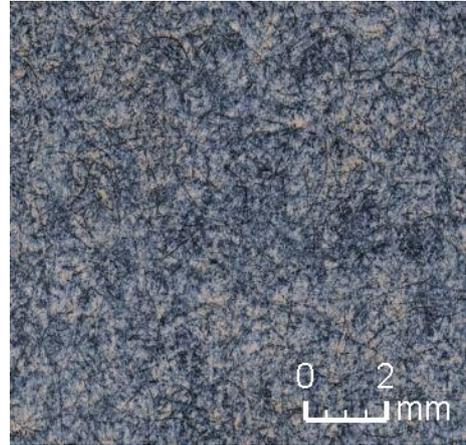


Abbildung 4.7: Probe 01, gestrichen und satiniertes LWC- Papier

Abbildung 4.6 zeigt Probe 01, ein gestrichenes LWC- Papier nach der Durchführung des modifizierten Burnout- Tests.

Der mit einem Free-Jet Blade Coater aufgetragene Strich wurde sehr gleichmässig über die Oberfläche verteilt. Da ausschließlich Latex als Bindemittel eingesetzt wurde, ist die Färbung des Strichs durch den Burnout- Test gering.

In Abbildung 4.7 wird das Ergebnis der Probe 01 nach der Satinage gezeigt. Durch die Komprimierung des Strichs während der Satinage wird der Strich transparenter, wodurch ein höherer Anteil an geschwärzten Fasern durchscheint.

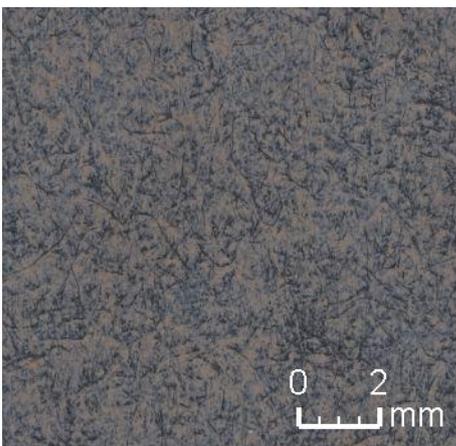


Abbildung 4.8: Probe 02, gestrichenes LWC- Papier

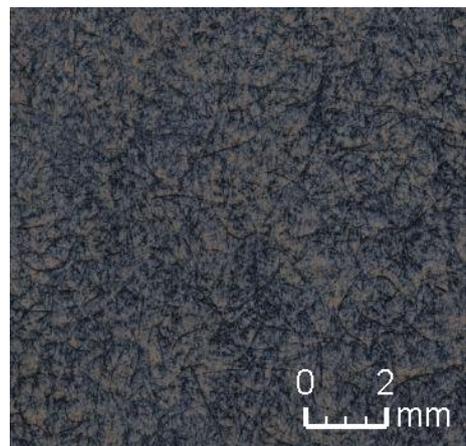


Abbildung 4.9: Probe 02, gestrichen und satiniertes LWC- Papier

Das in Abbildung 4.8 gezeigte LWC- Papier, Probe 02, unterscheidet sich in der Strichzusammensetzung von Probe 01. In der für Probe 02 eingesetzten Streichfarbe wird sowohl Latex als auch modifizierte Stärke als Bindemittel eingesetzt. Vergleicht man die Streichfarbe von Probe 02 mit jener von Probe 01, ist die bereits in Kapitel 3.3 erwähnte Verfärbung von Stärke durch den modifizierten Burnout- Test erkennbar. Trotz des verringerten Kontrastes ist eine Abschätzung der Strichdickenverteilung möglich.

Abbildung 4.9 zeigt Probe 02 nach der Satinage, auch hier ist eine Steigerung der Strichtransparenz erkennbar, der Strich sieht, obwohl die Strichdicke vor und nach der Satinage gleich ist, sehr unterschiedlich aus.

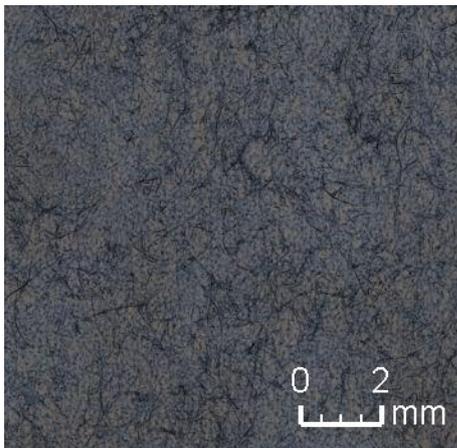


Abbildung 4.10: Probe 03, gestrichenes LWC- Papier

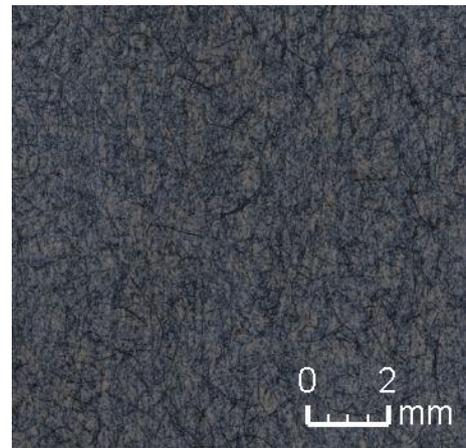


Abbildung 4.11: Probe 03, gestrichen und satinierteres LWC- Papier

Auch der Vergleich von Abbildung 4.10 und 4.11 der gestrichenen und satinierteren Probe 03 zeigt eine deutliche Steigerung der Strichtransparenz. Aufgrund des verstärkten Durchscheinens geschwärtzter Fasern erscheint die satinierter Probe wesentlich dunkler.

Der Unterschied zwischen Probe 03 und 02 liegt im verwendeten Streichaggregat. Der Strich von Probe 02 wurde mittels Free-Jet Blade Coater aufgetragen und mit einem Stiff- Blade nivelliert, für Probe 03 wurde jedoch eine Filmpresse verwendet.

Die Regelung der Strichmenge an der Auftragswalze der Filmpresse erfolgt mit einem glatten Stab (Roll- Blade). Während des Strichauftrags über die Auftragswalze kommt es zu einem tropfenförmigen Abspalten des Strichs, wodurch ein welliges Strichmuster (Orange Peel) siehe 4.10 am Papier entsteht. Dieses Muster wird nach dem Burnout- Test der gestrichenen Probe deutlich sichtbar. Durch die zunehmende Strichtransparenz aufgrund der Satinage ist dieses Muster in Abbildung 4.11 nur mehr schlecht erkennbar.

### 4.2.3 Analyse der Strukturänderung durch die Satinage

Wie bereits bei den Versuchen mit schwarz gefärbten Papier in Abschnitt 4.1 soll auch bei diesen Proben die Veränderung der Struktur mithilfe der Strukturanalyse gezeigt werden. Durch die Satinage wird ein höherer Anteil an geschwärtzten Fasern sichtbar.

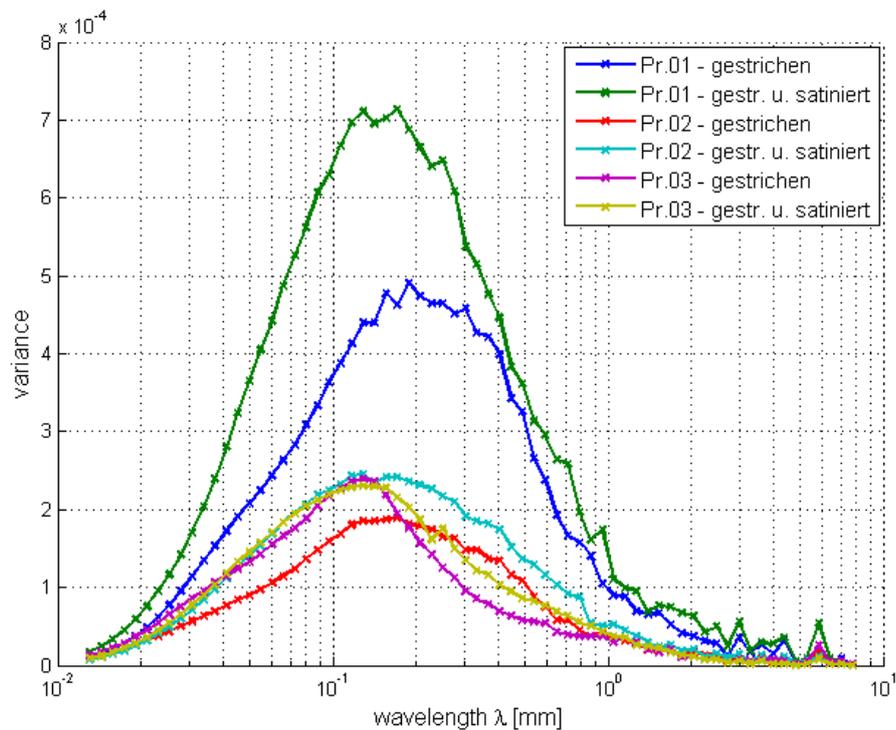


Abbildung 4.12: Strukturanalyseergebnisse der Probe 01 bis 03

Das Ergebnis der Strukturanalyse in Abbildung 4.12 zeigt bei allen 3 Proben eine deutlich Veränderung durch die Satinage. Wie in den Abbildung bereits erkennbar, sind nach der Satinage wesentlich mehr Fasern sichtbar, wodurch auch bei der Analyse mehr Strukturen erkennbar werden.

Ein deutlicher Unterschied zeigt sich im Vergleich der Ergebnisse von Probe 01 mit Probe 02 und 03, die Maxima der Ergebniskurven liegen deutlich höher. Da in der Strichrezeptur für Probe 01 ausschließlich Latex als Bindemittel eingesetzt wurde, färbte sich der Strich während der Verkohlungsphase des modifizierten Burnout- Tests deutlich weniger. Dadurch wird ein hoher Kontrast erreicht und ein höherer Anteil an feinen Strukturen durch die Analyse erkannt.

In der Streichfarbe von Probe 02 und 03 wurde neben Latex auch modifizierte Stärke als Bindemittel eingesetzt. Aufgrund der Anwesenheit der Stärke färbte sich der Strich während des Burnout- Tests stärker, ein deutlich niedrigerer Kontrast wurde erreicht und somit sind auch bei der Analyse weniger feine Strukturen erkennbar.

## Kapitel 5

# Anwendung des Burnout- Tests auf SCA- Papieren

In diesem Kapitel soll die Anwendung des modifizierten Burnout- Test an SCA- Papieren vorgestellt werden. Es sollen die einzelnen Parameter der Durchführung erläutert werden, sowie einige Ergebnisse vorgestellt und diskutiert werden.

Die bisherigen Versuche mit dem modifizierten Burnout- Test wurden hauptsächlich mit LWC- Papieren durchgeführt. Das Ziel dieser Versuche war es, mit Hilfe des Burnout- Test die Strichverteilung am Papier sichtbar zu machen. Dafür war es notwendig, einen ausreichend guten Kontrast zwischen Faserstoff und Strich zu erzielen.

In diesem Teil der Arbeit soll versucht werden, die Füllstoffverteilung bei SCA- Papieren mithilfe des Burnout- Tests sichtbar zu machen.

Im Rahmen der Dissertation von Voura [4] wurde die Verkohlung von SCA- Papieren zur Analyse der Füllstoffverteilung mittels Burnout- Test mit Brandschutzmittel erstmals durchgeführt. Ausgehend von dieser Arbeit wurde die Verkohlung von SCA- Papier mit Brandschutzmittel als Imprägniermittel untersucht und einige Durchführungsparameter verändert.

### 5.1 Durchführung des modifizierten Burnout- Tests bei SCA- Papier

In diesem Abschnitt soll kurz auf die Durchführung des modifizierten Burnout- Test bei SCA- Papieren eingegangen werden. Dabei sollen die von Voura festgelegten, sowie die im Rahmen dieser Arbeit angewandte Durchführungsparameter vorgestellt werden.

#### 5.1.1 Durchführung des Burnout- Test mit Brandschutzmittel

Die Parameter, der von Voura vorgestellten Durchführung des Burnout- Tests mit Brandschutzmittel wurden bereits in Kapitel 1.3 besprochen, sollen hier jedoch noch einmal zusammengefasst werden.

Die Imprägnierung des Papiers mit dem Brandschutzmittel erfolgt für die Dauer von 4 min. Anschließend werden die Proben zwischen 2 Löschpapierblätter abgegauscht um den Großteil der Flüssigkeit zu entfernen und luftgetrocknet. Nach der Trocknung werden die Proben bei 300°C für die Dauer von 5 min verkohlt.

### 5.1.2 Durchführung des modifizierten Burnout- Tests

Da während der Untersuchungen für diese Arbeit aus technischen Gründen eine Verkohlungs-temperatur von 300°C nicht erreicht werden konnte, mussten die Durchführungsparameter verändert werden um ein gutes Ergebnis zu erzielen.

Es stellte sich heraus, dass die Anwendung des modifizierten Burnout- Tests nach den in Abschnitt 2.1 beschriebenen Parametern für eine vollständige Verkohlung von SCA- Papier ausreichend gute Ergebnisse liefert.

Die Durchführung des modifizierten Burnout- Tests soll hier noch einmal kurz beschrieben werden, dazu siehe auch Abschnitt 2.1

Als Imprägniermittel wurde eine Mischung aus Brandschutzmittel *Eucam Pappe/Papier* mit 10 Vol% Ethanol verwendet. Die Probengröße richtet sich nach den Abmessungen des für die Verkohlung benötigten Metallgestells. In dieser Arbeit wurde eine Probengröße von [80x60mm] gewählt.

Die Imprägnierung der Proben erfolgt für die Dauer von 30 min und setzt sich aus drei Phasen zusammen. In der ersten und dritten Phase werden die Proben für 10 min unter Vakuum imprägniert, die zweite Phase erfolgt unter atmosphärischem Druck.

Nach der Imprägnierung werden die Proben zwischen 2 Löschpapierblätter abgegauscht und im Trockenschrank für 30 min bei 110°C getrocknet.

Für die Verkohlung werden die getrockneten Proben in ein Metallgestell eingespannt, sodass der Großteil der Fläche durch Wärmestrahlung verkohlt werden kann. Die Verkohlung selbst erfolgt in einem Trockenschrank bei 225°C für die Dauer von 90 min.

## 5.2 Ergebnisse des modifizierten Burnout- Tests bei SCA- Papier

In diesem Abschnitt soll das Ergebnis des Burnout von SCA- Papier vorgestellt und mit dem Ergebnis des Burnout- Tests mit Ammoniumchlorid verglichen werden.

Weiters wird die Schwärzung des Papiers in Abhängigkeit von der Verkohlungsdauer untersucht und dargestellt. Um diese Ergebnisse quantifizieren zu können wurde eine Helligkeitsanalyse sowie eine Strukturanalyse durchgeführt, deren Ergebnisse ebenfalls vorgestellt werden.

### 5.2.1 Vergleich zwischen modifiziertem Burnout und Burnout mit Ammoniumchlorid

In diesem Abschnitt sollen die Ergebnisse der Verkohlung von SCA- Papier mit Ammoniumchlorid sowie mit Brandschutzmittel verglichen werden.

Es soll sowohl auf die Faserschwärzung als auch auf die Sichtbarkeit der Füllstoffverteilung eingegangen werden.

Abbildung 5.1 zeigt eine SCA- Papierprobe nach dem Burnout- Test mit Ammoniumchlorid. Da nach einer Verkohlungsdauer von 6 min keine Schwärzung des Papiers erreicht werden konnte, wurde diese auf 60 min erhöht. Dadurch konnte zumindest ein Teil der Fasern geschwärzt werden, ein Teil liegt weiterhin als braune Faser vor. Eine weitere Erhöhung der Verkohlungsdauer brachte keine Verbesserung.

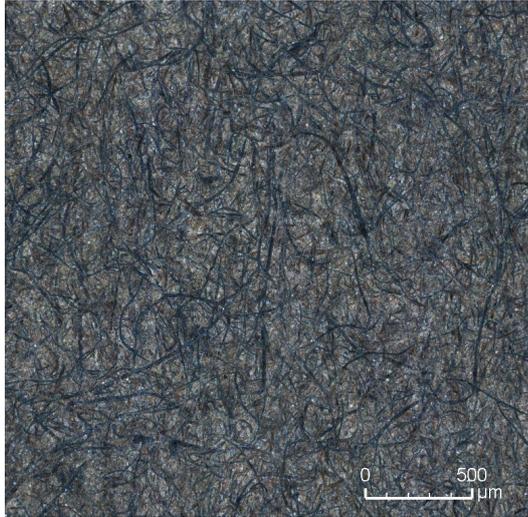


Abbildung 5.1: SCA-Papier nach Burnout- Test mit Ammoniumchlorid und einer Verkohlungsdauer von 60 min

Der Kontrast zwischen Faser und Füllstoff ist aufgrund der nicht vollständig geschwärzten Fasern nicht optimal, wodurch keine genaue Aussage über die Füllstoffverteilung getroffen werden kann.

Die relativ gut erkennbaren weiß bis gräulichen Bereiche in dieser Abbildung könnten möglicherweise durch Füllstoffe gebildet werden. Es wird jedoch vermutet, dass an diesen Stellen der Faserstoff nicht gefärbt wurde und somit das Ergebnis verfälscht. Beim Burnout- Versuch von reinem Holzstoff, siehe Abbildung 3.7, wurde ein großer Anteil der Fasern nicht verkohlt, sondern lagen nahezu unverfärbt vor.

Aufgrund dieser Erkenntnisse kann mit dieser Burnout- Methode keine genaue Aussage über die Füllstoffverteilung getroffen werden.

Aus diesem Grund wurde das SCA- Papier mithilfe des modifizierten Burnout- Tests verkohlt. Das Ergebnis dieses Versuches ist in der nächsten Abbildung ersichtlich.

In Abbildung 5.2 ist das Ergebnis des modifizierten Burnout- Tests dargestellt. Es ist deutlich erkennbar, dass der gesamte Faserstoff vollständig geschwärzt werden konnte. Bei den in der Abbildung grau erscheinenden Stellen vermuten wir, dass es sich um Füllstoffe handelt.

Es handelt sich um Füllstoffe die sich nach der Blattbildung an der Oberfläche des Papiers angesammelt haben, ein großer Anteil der Füllstoffe wird von den geschwärzten Fasern verdeckt und ist daher in der Abbildung nicht sichtbar. Aufgrund des hohen Schwärzungsgrades der Fasern ist das Durchscheinen darunterliegender Füllstoffe auszuschließen.

### 5.2.2 Schwärzung von SCA- Papier in Abhängigkeit der Verkohlungsdauer

In diesem Abschnitt soll der Einfluss der Verkohlungsdauer auf den Schwärzungsgrad von SCA- Papier gezeigt werden. Um den Verlauf der Schwärzung zu quantifizieren wurde eine Helligkeitsanalyse durchgeführt.

Da sich das SCA- Papier vor allem zwischen den ersten 5 bis 10 min der Verkohlung stark

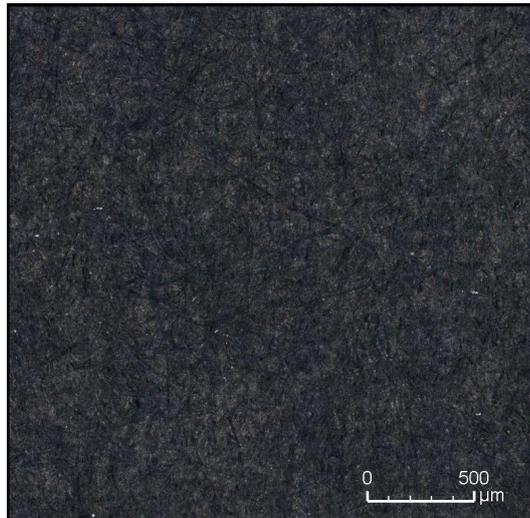


Abbildung 5.2: SCA-Papier nach dem modifizierten Burnout- Test

färbt wird dieser Verlauf pro Minute dargestellt. Weiters sollen die Ergebnisse nach 60, 90 und 120 min vorgestellt werden.

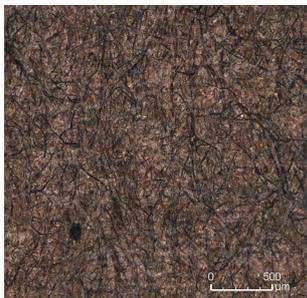


Abbildung 5.3:  
Verkohlungsdauer 5  
min

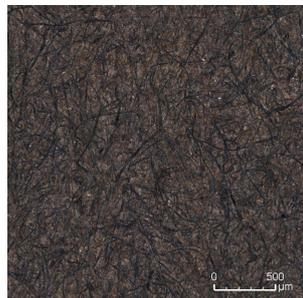


Abbildung 5.4:  
Verkohlungsdauer 6  
min

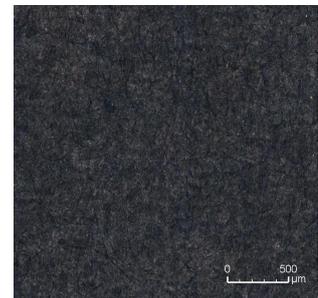


Abbildung 5.5:  
Verkohlungsdauer 7  
min

Vor allem in den ersten 10 min verändert sich die Färbung der Fasern deutlich. Die zu Beginn noch hellbraunen Fasern werden mit zunehmender Verkohlungsdauer dunkler. Die stärkste Färbung ist zwischen einer Verkohlungsdauer von 5 auf 6 min, siehe Abbildung 5.3 und 5.4 zu beobachten. Nach 6 min sind die Fasern bereits dunkelbraun, teilweise bereits schwarz.

Die in Abbildung 5.5 dargestellte Probe wurde für 7 min verkohlt, zu diesem Zeitpunkt sind die Fasern bereits teilweise stark geschwärzt und der Füllstoff schon sichtbar.

Aus Abbildung 5.6 bis 5.8 geht hervor, dass die Schwärzung der Fasern nur mehr sehr



Abbildung 5.6:  
Verkohlungsdauer 8  
min

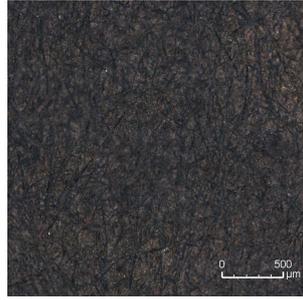


Abbildung 5.7:  
Verkohlungsdauer 9  
min

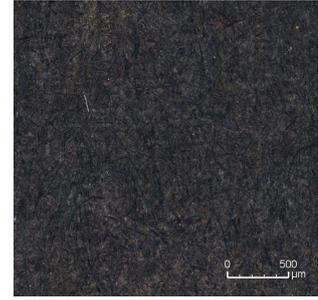


Abbildung 5.8:  
Verkohlungsdauer  
10 min

langsam zunimmt. Fasern, die an der Probenoberfläche liegen sind bereits vollständig geschwärzt, während tiefer liegende Bereiche noch dunkelbraun sind. Eine genaue Aussage über die Füllstoffverteilung ist zu diesem Zeitpunkt noch nicht möglich, hierfür ist eine vollständige Verkohlung erforderlich.

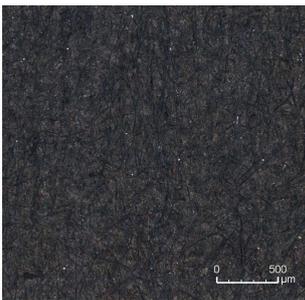


Abbildung 5.9:  
Verkohlungsdauer  
60 min

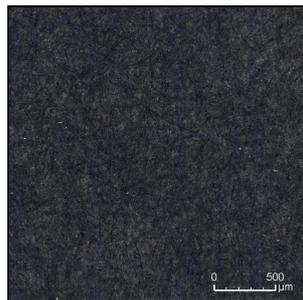


Abbildung 5.10:  
Verkohlungsdauer  
90 min

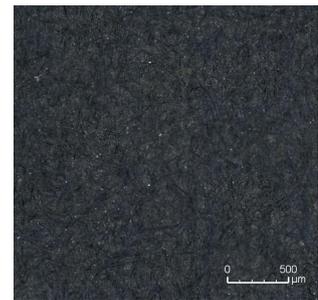


Abbildung 5.11:  
Verkohlungsdauer  
200 min

Eine wesentliche Verbesserung des Schwärzungsgrades der Fasern konnte erst nach einer Verkohlungsdauer von 60 min erreicht werden. Dieses Ergebnis wird in Abbildung 5.9 dargestellt. Eine vollständige Verkohlung konnte auch nach 60 min nicht erreicht werden. Faserteile in den tieferen Schichten weisen auch noch zu diesem Zeitpunkt eine dunkelbraune Färbung auf. Durch eine Erhöhung der Verkohlungsdauer auf 90 min, siehe Abbildung 5.10 können auch diese Faserteile weitgehend geschwärzt werden.

Versuche haben gezeigt, dass ab diesem Zeitpunkt keine wesentlichen Verbesserungen erreicht werden kann, im Vergleich mit Abbildung 5.11 ist dies deutlich zu sehen.

Ein weiterer Effekt, der mit zunehmender Verkohlungsdauer deutlicher wird, ist dass Markierungen sichtbar werden.

Ob mithilfe des Burnout- Tests der gesamte an der Oberfläche liegende Füllstoffanteil sichtbar gemacht werden kann erfordert weitere Untersuchungen, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden.

## Helligkeitsanalyse

Da ab einer Verkohlungsdauer von ca. 10 min eine Zunahme der Schwärzung der Proben mit dem freien Auge nur mehr schwer zu erkennen ist, wurde eine Helligkeitsanalyse durchgeführt. Diese soll den zunehmenden Schwärzungsgrad der Proben über die Zeit darstellen und in weiterer Folge zeigen, zu welchem Zeitpunkt die Verkohlung abgebrochen werden kann.

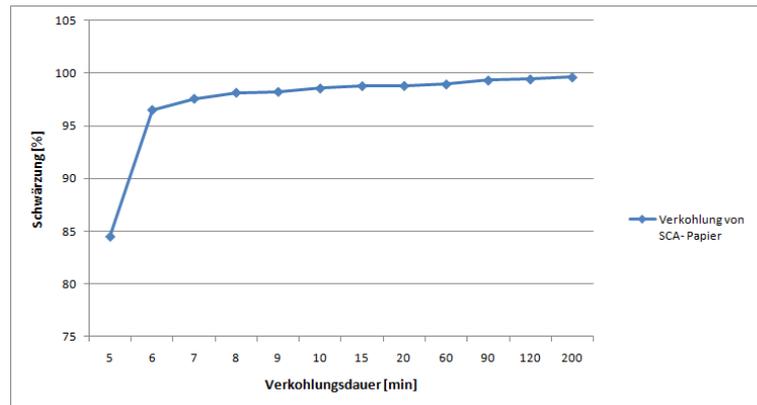


Abbildung 5.12: Verkohlungsverlauf über die Zeit

Aus diesem Diagramm geht deutlich hervor, dass mit zunehmender Verkohlungsdauer die Schwärzung der Proben zunimmt. Die stärkste Zunahme des Schwärzungsgrades erfolgt in den ersten 6 min der Verkohlung. Bereits nach 5 min konnte eine Schwärzung von 84,5% erreicht werden, welche nach einer Verkohlungsdauer von 6 min über 96% liegt. Diese Veränderung ist auch in den Abbildungen 5.3 und 5.4 deutlich erkennbar. Nach 6 min nimmt die Steigung zwischen den einzelnen Punkten jedoch ab und es sind immer längere Verweilzeiten im Trockenschrank nötig um eine sichtbare Zunahme des Schwärzungsgrades zu erreichen. Durch eine Verkohlungsdauer von 90 min konnte ein Schwärzungsgrad von ca. 99% erreicht werden. Obwohl die Schwärzung nach einer Verkohlung von 90 min weiterhin zunimmt, soll diese hier abgebrochen werden da, wie der Vergleich der Abbildungen 5.10 und 5.11 zeigt, ab diesem Zeitpunkt keine deutlich zunehmende Faserschwärzung erreicht wird.

## Strukturanalyse

Um Veränderungen der Struktur während der Verkohlung untersuchen zu können wurde eine Strukturanalyse durchgeführt.

Aus Diagramm 5.13 ist eine Abnahme der Struktur mit zunehmender Verkohlungsdauer erkennbar. Aufgrund des steigenden Schwärzungsgrades der Fasern verschwinden die Konturen der Einzelfasern, womit sich auch die erkennbaren Strukturen verringern. Auffallend ist auch der Peak der einzelnen Kurven im Bereich zwischen 3 bis 4 mm. Diese Spitzen weisen auf einen Markierungen, welche auch in Abbildung 5.11 erkennbar sind. Das es sich hierbei um einen Siebdruck handelt, zeigt sowohl die Größenordnung in der sich die

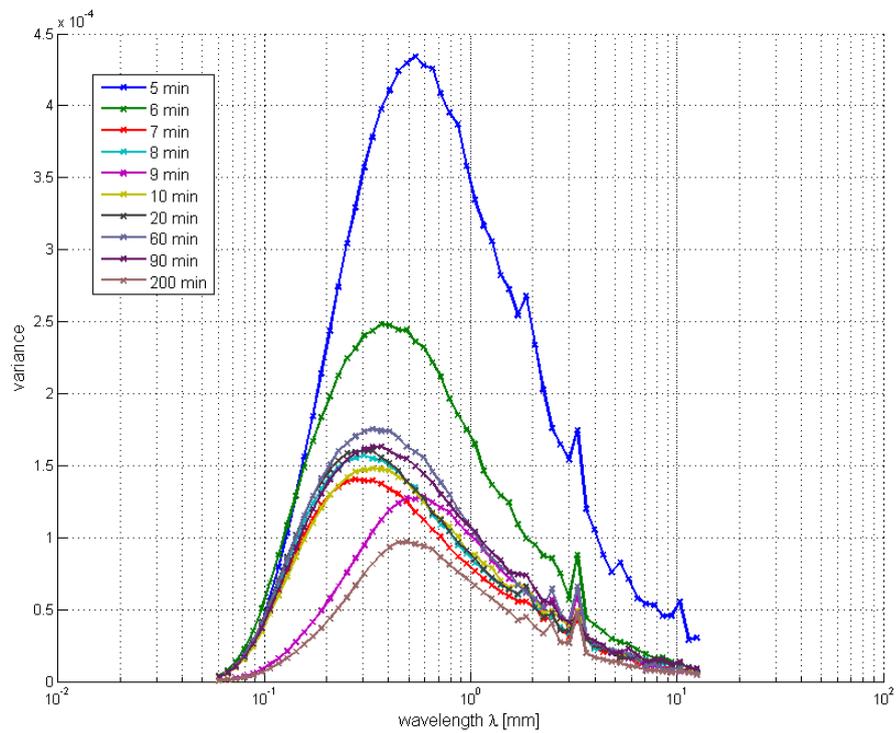


Abbildung 5.13: Verkohlungsverlauf über die Zeit

Peaks befinden, sowie auch die Tatsache das dieser in jeder Kurve vorhanden ist. Vergleicht man die einzelnen Kurven untereinander, so kann man eine laufenden Zu- und Abnahme erkennbarer Strukturen feststellen. So sind beispielsweise, nach einer Verkohlungsdauer von 8 min deutlich mehr Strukturen erkennbar als nach 7 min, wobei zuvor eine steigende Verkohlungsdauer eine Abnahme dieser bewirkte. Die genaue Ursache dieser Schwankungen konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht festgestellt werden. Da jedes analysierte Ergebnis der Verkohlungsdauer von einer eigenen Probe stammt, wird von Unregelmäßigkeiten der Proben untereinander ausgegangen. Dies könnten auch Inhomogenitäten der Füllstoffverteilung sein.

## Kapitel 6

# Analyse des Brandschutzmittels

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Brandschutzmittel *Eucam - Pappe/Papier* wurde von der Firma Endotherm bezogen.

Da es sich hierbei um ein kommerzielles Produkt handelt sind keine Informationen über die Zusammensetzung dieses Mittels vorhanden.

Da eine Änderung der Rezeptur von Seiten des Herstellers das Ergebnis des modifizierten Burnout- Tests beeinträchtigen könnte, wurde mithilfe des Institutes für Analytische Chemie und Lebensmittelchemie der Technischen Universität Graz versucht, die Einzelkomponenten des Brandschutzmittels zu analysieren.

Die vom Hersteller bekannten physikalischen und chemischen Produktdaten sind in folgender Tabelle zusammengefasst.

physikalische und chemische Eigenschaften	
Aggregatzustand	flüssig
Geruch	geruchlos
Farbe	farblos
Viskosität	1,7 cSt
Siedebereich	ca. 100°C bei Normaldruck
Dichte	1,23 g/cm <sup>3</sup>
pH- Wert	6,5
Wasserlöslichkeit	unbegrenzt

Die Untersuchung des Brandschutzmittels nach Einzelkomponenten erfolgte mit folgenden Analysemethoden

- Trockenrückstandsmessung
- Potentiometrie
- qual. Nachweisreaktionen
- UV-Vis Spektrometrie
- IR- Spektrometrie

Um diese Untersuchungen durchführen zu können wurden Referenzmuster der Einzelkomponenten benötigt, da diese jedoch nicht bekannt waren wurden aufgrund von Information verschiedener Chemikalienlieferanten folgende 4 Muster gewählt.

- Ammoniumpolyphosphat (CAS: 68333-79-9)
- Diammoniumphosphat (CAS: 7783-28-0)
- Monoammoniumdihydrogenphosphat (CAS: 7722-76-1)
- Monoammoniumphosphat

Mithilfe dieser Analysemethoden und der gewählten Referenzmuster konnten folgende Informationen über das Brandschutzmittel gewonnen werden:

1. Das Eucam Brandschutzmittel besteht aus einer wässrigen Lösung der Dichte  $1,23 \text{ g/mL}$  mit einer Trockensubstanz von  $28,05 \text{ g/L}$ .
2. Sämtliche Bestandteile sind wasserlöslich.
3. Die Lösung enthält eine Mischung aus Diammoniumphosphat  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  und mono-Ammoniumdihydrogenphosphat  $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ . Das Mischungsverhältnis wird automatisch durch den pH- Wert der Lösung bestimmt. Der pH- Wert der gebrauchsfertigen Lösung beträgt 6,5.
4. Das Vorhandensein von Stärke ist in der Lösung nachzuweisen.
5. Ammoniumpolyphosphat der Zusammensetzung entsprechend der mitgelieferten Referenzsubstanz ist nicht hinreichend wasserlöslich und somit praktisch nicht vorhanden.
6. Die Summe der Massenanteile von Diammoniumphosphat, Monoammoniumdihydrogenphosphat, Ammoniumpolyphosphat und Stärke beträgt somit  $28,05 \text{ g/L}$ . Die exakten Anteile der einzelnen Substanzen sind aufgrund fehlender Referenzmuster nicht ermittelt.

# Kapitel 7

## Zusammenfassung und Ausblick

### 7.1 Zusammenfassung

Untersuchungen haben ergeben, dass sich das verwendete Brandschutzmittel Eucam Pappe/Papier eindeutig besser zur Verkohlung von Fasern eignet als Ammoniumchlorid. Die Mischung aus Brandschutzmittel mit 10 Vol% Ethanol, sowie einige weitere Veränderungen im Bereich der Imprägnierung, Vortrocknung und Verkohlung ist es gelungen, holzfreie als auch holzhaltige Papiere vollständig zu verkohlen.

Die Untersuchung des modifizierten Burnout- Test an gestrichenem Papier (LWC) hat gezeigt, dass die Fasern vollständig geschwärzt werden können, ohne die Farbe des Striches wesentlich zu beeinflussen. Dadurch entsteht ein guter Kontrast zwischen Strich und Fasermaterial.

Mit den erhaltenen Ergebnissen ist es möglich, die Verteilung des Striches am Papier zu visualisieren, wodurch in weiterer Folge unter anderem die Auswirkung in der Strichverteilung auf die Bedruckbarkeit untersucht werden können. Weiters ist über eine Messung der Farbinintensität der durch den Strich durchscheinenden Fasern eine Abschätzung der Strichdicke und somit der Strichdickenverteilung am Papier möglich.

Die Untersuchung von gestrichenen und gestrichen satinierten Papier mithilfe des Burnout-Tests haben ergeben, dass die Einwirkung von hohem Druck und Temperatur durch die Satinage eine Verdichtung des Striches bewirkt. Aufgrund dieser Verdichtung wird der Strich transparenter, wodurch ein höherer Anteil der geschwärzten Fasern durchscheint, die Abschätzung der Strichverteilung am Papier wird dadurch ungenauer.

Die Anwendung des Burnout- Tests an ungestrichenem Papier (SC) brachte ebenfalls gute Ergebnisse. Bei gleicher Durchführung des Tests wie bei gestrichenem Papier, konnte das Fasermaterial vollständig verkohlt werden, ohne den Füllstoff wesentlich zu beeinflussen. Jedoch konnte im Rahmen dieser Arbeit keine genaue Aussage über die Visualisierung der Füllstoffverteilung gemacht werden.

### 7.2 Ausblick

Mithilfe der durch die Analyse des Brandschutzmittels Eucam Pappe/Papier erhaltenen Informationen, soll versucht werden, ein Imprägniermittel herzustellen welches die gleichen Ergebnisse wie das kommerzielle Produkt liefert. Das Ziel dieser Untersuchungen ist es, von etwaigen Änderungen der Zusammensetzung des Brandschutzmittels von Seiten des Herstellers unabhängig zu sein.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen haben gezeigt, dass die Strichverteilung, sowie die Strichdickenverteilung mithilfe des Burnout- Tests sichtbar gemacht werden kann. In weiterer Folge soll versucht werden, eine bildanalytische Methode zu entwickeln mit welcher über die Färbung des Striches die Strichdicke berechnet werden kann.

Weiters sollen Untersuchungen im Bereich der Visualisierung der Füllstoffverteilung durchgeführt werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine Möglichkeit gefunden, das Fasermaterial vollständig zu schwärzen, jedoch sind weitere Untersuchungen notwendig um eine genaue Aussage über die Füllstoffverteilung treffen zu können.

Im Bereich der Bildaufnahmetechnik sind ebenfalls Verbesserungen erforderlich. Durch die relativ hohe Aufnahmedauer der Burnout- Proben mittels der Infinite Focus Methode, lagern sich Staubpartikel an der Probenoberfläche ab, welche das Ergebnis der Analyse beeinträchtigt. Durch Installation einer Abdeckung im Aufnahmebereich sollen diese Ablagerungen verhindert werden.

# Literaturverzeichnis

- [1] **Irby, W.** *Controll= Economy when you´re coating board*, Pulp Paper 41(10), 1967, S 35-38
- [2] **Ronald, L. Dobson**, *Bornout, a coat weight determination test re-examined*, Chicago : TAPPI Atlanta, April 21-23 1975, ISSN 0272-7269, S 123-131
- [3] **O´Neil, M. und Jordan, B.** *The Bornout Test Revisited*, JPPS. 2000, Bd. 26, No.4, S 131-134
- [4] **Voura, C.** *Untersuchung des Penetrationsverhaltens von niedrigviskosen Druckfarben in CaCO<sub>3</sub>- haltigen Papierstrukturen*, Dissertation, Techn. Univ. Graz, August 2008, S 113-151
- [5] **Atkins, P. W.** *Physikalische Chemie*, 2. Auflage, VCH Verlagsgesellschaft GmbH, Weinheim.
- [6] **Press, William H.** *Numerical Recipes in C book set: Numerical recipes in C. The art of scientific computing* 2.Auflage, Cambridge University Press, Oktober 1992, 994 Seiten
- [7] **Dauer, M.** *Die Fouriertransformation als Werkzeug zur Strukturanalyse* Forschungsbericht zum Projekt Modellierung der Farbubertragung aus lokalen Papiereigenschaften, Technische Universitat Graz, 2010