



Andreas Thaller, BSc

Einfluss unterschiedlicher Feinstoffqualitäten auf Papiereigenschaften

MASTERARBEIT

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur

Masterstudium Verfahrenstechnik

eingereicht an der

Technischen Universität Graz

Betreuer

Dipl.-Ing. Dr. techn. Rene Eckhart

Institut für Papier-, Zellstoff- und Fasertechnik

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Masterarbeit identisch.

Datum

Unterschrift

Die Wissenschaft fängt eigentlich erst da an,
interessant zu werden, wo sie aufhört.

Justus Freiherr von Liebig (1803-1873)

Deutscher Chemiker

Danksagung

Frei nach Friedrich Schiller *ist nichts vergesslicher als die Dankbarkeit*. Daher möchte ich vorneweg all jenen danken, die mich beim Anfertigen dieser Masterarbeit begleitet haben.

Ein besonderer Dank gilt der Initiatorin dieser Arbeit, Frau DI Melanie Mayr, die mir die Bearbeitung dieses hochspannenden Themas ermöglicht hat und auch als Co-Betreuerin fungierte. Vor allem die fachkundige Unterstützung hat mir den Einstieg, in ein für mich neues Themengebiet, ungleich erleichtert. Auch hatte sie bei der Planung und Durchführung der Untersuchungen stets ein offenes Ohr, um mir mit wertvollen Tipps zur Seite zu stehen.

Ganz großer Dank gebührt auch Herrn Dr. Rene Eckhart, der nicht nur meine Arbeit und somit auch mich großartig betreut hat, sondern auch bei der Vorbereitung für Präsentationen und Meetings stets für Fragen zur Verfügung stand und immer eine hilfreiche Antwort parat hatte.

Mein Dank gilt auch der Sappi Gratkorn, in Person von Gerda Kröswang-Adanic und Heribert Winter für die konstruktive Zusammenarbeit im Rahmen des Forschungsprojektes Flippr.

Natürlich möchte ich mich an dieser Stelle auch bei Prof. Dr. Wolfgang Bauer, der mir überhaupt die Anstellung am Institut ermöglicht hat, bedanken.

Ein spezieller Dank gilt dem Laborteam um Heidi, besonders Bianca für die tatkräftige Unterstützung, aber auch Kerstin, Manu, Irmi und Harry für die Hilfestellungen bei der Durchführung und Auswertung meiner Versuche.

Besonders sei auch meinen Kollegen für das angenehme Arbeitsklima am Institut gedankt, Claudia und Kerstin für ihre organisatorische und moralische Unterstützung, sowie meinen Mitstreitern, Sarah und Michael, die mich stets motiviert und mit Tipps versorgt haben.

Auch meinen Eltern sowie meinem Bruder Thomas bin ich zutiefst zu Dank verpflichtet. Sie haben mich nicht nur während der Schulzeit sondern auch während des gesamten Studiums über so herzlich unterstützt. Vor allem in schwierigen Zeiten konnte ich immer auf ihren Rückhalt zählen.

Ein Dankeschön sei auch an all jene gerichtet, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, aber hier nicht namentlich erwähnt wurden. Danke!

Kurzfassung

Die Zielsetzung der vorliegenden Masterarbeit war es, durch Variation der Mahleinstellungen einer industriellen Mahllinie, Feinstoffe unterschiedlichen Charakters herzustellen und deren qualitativen Einfluss auf verschiedene Papiereigenschaften zu ermitteln.

Obwohl Feinstoff verhältnismäßig nur in geringen Mengen im Faserstoff vorhanden ist, werden, bedingt durch die große spezifische Oberfläche, das Entwässerungsverhalten aber auch optische und mechanische Papiereigenschaften maßgeblich davon beeinflusst. In dieser Arbeit wird der Einfluss von zehn unterschiedlichen Feinstoffen, auf die Stoff- sowie Blatteigenschaften untersucht. Diese Untersuchungen wurden anhand von vier unterschiedlichen Langfaserfraktionen durchgeführt.

Dazu werden zwei verschiedene Zellstoffe, ein Sulfit- sowie ein Sulfatzellstoff, bei unterschiedlicher spezifischer Kantenlast SEL sowie Mahlergie SEC gemahlen, um diese anschließend mit einem Drucksortierer in Fasern und Feinstoffe zu fraktionieren. Durch definierte Stoffmischungen vier ausgewählter Faserfraktionen mit jeweils 9% Feinstoff kann der Einfluss der einzelnen Komponenten beurteilt werden. Anhand einer Datenaufbereitungsroutine werden die Messergebnisse gemittelt und normiert, um für die jeweilige Papiereigenschaft den Einfluss des Feinstoffs mithilfe eines Summenparameters zu quantifizieren.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Feinstoffqualität mit den Parametern WRV und Quellbarer Anteil (bestimmt anhand fasermorphologischer Parameter) gut repräsentiert werden kann. Ein hoher WRV-Wert lässt auf stark quellfähiges Material schließen, hohe Werte beim Quellbaren Anteil deuten auf fibrilläres Material hin. Höhere WRV-Werte beim Feinstoff führen zu erhöhten Festigkeiten im Papier (Bruchkraft-Index, Scott Bond). Ebenso zeigen sich Zusammenhänge zu Dichte, Luftdurchlässigkeit, bzw. zu den optischen Eigenschaften. Hier führen beispielsweise Sulfit-Feinstoffe, bedingt durch größere Gestalt, zu höherer Opazität.

Abstract

The main objective of this thesis was to prepare fines of different character by variation of the settings in industrial refining and to determine the qualitative influence of the produced fines fractions on different paper properties.

Although fines are present in pulp only in relatively small amounts, they significantly influence dewatering behaviour as well as optical and mechanical paper properties due to the large specific surface area. This work explores the quality of ten different fines on pulp and sheet properties, which will be done based on four types of long fiber fractions.

For this purpose, two different chemical pulps, sulphite and sulphate, are refined at different settings of specific edge load and specific energy consumption. Afterwards fibers and fines are separated using a laboratory pressure screen. Based on defined mixtures of four different fiber fractions with 9% of the produced fines fractions, the effect of the individual fractions on the respective paper properties can be assessed. Measurement results are averaged and standardised using a data processing routine to quantify the fines influence on the respective properties.

The results show that the quality of fines can be represented quite well using the parameters *WRV* and *Quellbarer Anteil* (determined based on fiber morphological analysis). Higher *WRV* values represent more swellable material, higher values of *Quellbarer Anteil* indicate more fibrillar fines structures. Basically, higher *WRV* values indicate increased paper strength (Tensile Index, Scott Bond). Also, results show a clear correlation to density, air permeability and optical properties. For instance, sulphite fines cause higher opacity due to their in comparison coarser structure.

Inhaltsverzeichnis

Danksagung	I
Kurzfassung	II
Abstract	III
Inhaltsverzeichnis	IV
A. EINLEITUNG	1
B. GRUNDLAGEN	3
1. Faserstoff	3
1.1 Zellwandaufbau	3
1.2 Chemische Zusammensetzung	4
1.3 Gewebesysteme	4
1.3.1 Nadelholz	5
1.3.2 Laubholz	6
1.4 Aufschlussverfahren	7
1.4.1 Mechanische Verfahren	7
1.4.2 Chemische Verfahren	7
1.5 Stoffaufbereitung / Mahlung	8
1.5.1 Mechanische Aspekte	8
1.5.2 Effekte auf die Faser	9
2. Feinstoffe	10
2.1 Definition	10
2.2 Einteilung nach der Form	11
2.2.1 Schleim- und Mehlstoff	11
2.2.2 Fibrils und Flakes	11
2.2.3 Primärer und sekundärer Feinstoff	12
2.3 Entstehung von Feinstoff im Prozess	13
2.4 Chemische Charakterisierung	14
2.4.1 Holzschliff	15
2.4.2 Holzstoff	15

2.4.3 Zellstoff	16
2.5 Quellvermögen.....	17
2.6 Ladung	18
2.7 Beurteilung der Qualität.....	19
2.8 Möglichkeiten der Feinstoffgewinnung im Labormaßstab	20
2.8.1 Bauer McNett.....	20
2.8.2 Dynamic Drainage Jar.....	20
2.9 Feinstoffeinfluss auf die Entwicklung von Papiereigenschaften	21
2.9.1 Mechanische Eigenschaften	22
2.9.2 Optische Eigenschaften	23
C. METHODEN.....	24
3. Morphologische Fibertester-Messungen.....	24
3.1 Faserparameter.....	24
3.1.1 Faserlänge	24
3.1.2 Fasercurl.....	24
3.1.3 Coarseness.....	25
3.1.4 Kink.....	25
3.1.5 Längengewichtete mittlere Faserlänge	25
3.1.6 Fibrillenumfang	25
3.2 Feinstoffcharakterisierung.....	26
3.2.1 Flächenäquivalenter Durchmesser	26
3.2.2 Feinstoffgehalt mit FT+	26
3.2.3 Quellbarer Anteil	26
4. Zellstoff-Prüfungen.....	27
4.1 Mahlgrad nach Schopper-Riegler.....	27
4.2 Wasserrückhaltevermögen.....	27
4.2.1 WRV-Berechnung für Faser und Feinstoff	28
4.3 Feinstoffgehalt mit BDDJ.....	30
4.4 Zetapotential	30
4.4.1 Messung bei Faser und Feinstoff.....	30

5. Papierprüfungen	31
5.1 Oberflächeneigenschaften	31
5.1.1 Flächengewicht	31
5.1.2 Dicke	31
5.1.3 Dichte und spezifisches Volumen	31
5.1.4 Luftdurchlässigkeit	32
5.2 Mechanische Eigenschaften	32
5.2.1 Zugfestigkeit.....	32
5.2.2 Spaltfestigkeit.....	32
5.2.3 Durchreißwiderstand	33
5.3 Optische Eigenschaften	33
5.3.1 Opazität.....	33
5.3.2 Lichtstreuungs- und Absorptionskoeffizient.....	33
6. Datenanalyse	34
6.1 Statistische Versuchsplanung	34
6.1.1 Beschreibung der Datenmatrix.....	34
6.2 Datenaufbereitungsroutine	34
6.2.1 Allgemeines Anwendungsbeispiel.....	35
6.2.2 Darstellung der Ergebnisse	37
D. EXPERIMENTELLER TEIL	38
7. Voruntersuchung	38
7.1 Durchführung	38
7.2 Auswertung	39
7.3 Erkenntnisse	40
7.4 Fazit	41
8. Versuchsvorbereitung	42
8.1 Probenahme.....	42
8.1.1 Beschreibung der Stoffproben	42
8.1.2 Ablauf der Probenahme	42
8.1.3 Konfiguration der Mahlaggregate.....	43

8.2	Refinereinstellungen.....	44
8.2.1	Definition der Parameter	44
8.2.2	Berechnungsschema	46
8.2.3	Gewählte Mahleinstellungen	47
8.3	Fraktionierung mit Drucksortierer	48
8.3.1	Aufbau und Funktionsprinzip.....	48
8.3.2	Herstellung der Feinstofffraktion	49
8.3.3	Auswaschen der Faserfraktion.....	49
8.4	Ergebnisse der Charakterisierung.....	50
8.4.1	Feinstoffgehalt	50
8.4.2	Schopper Riegler	51
8.4.3	Morphologische Daten	51
8.4.4	Fasercharakterisierung	52
8.4.5	Feinstoffcharakterisierung.....	53
9.	Versuchsdurchführung	54
9.1	Stoffmischungen.....	54
9.1.1	Kombinationen	54
9.1.2	Versuchsmatrix	54
9.2	Prüfblätter.....	55
9.2.1	Blattbildung	55
9.2.2	Aufteilung	55
9.3	Methoden	56
9.3.1	Stoffeigenschaften	56
9.3.2	Papiereigenschaften	56
E.	ERGEBNISSE DER HAUPTVERSUCHE	57
10.	Stoffeigenschaften	57
10.1	Erläuterungen zur normierten Ergebnisdarstellung.....	57
10.2	Feinstoffgehalt der Stoffproben	58
10.3	WRV-Wert.....	59
10.4	Mahlgrad	61

10.5 Zeta-Potential	61
11. Papiereigenschaften.....	62
11.1 Optische Eigenschaften	62
11.1.1 Opazität.....	62
11.1.2 Absorptions- und Streukoeffizient	63
11.2 Luftdurchlässigkeit.....	64
11.3 Festigkeiten.....	64
11.3.1 Bruchkraftindex	65
11.3.2 Scott Bond	66
11.3.3 Elmendorf.....	67
F. DISKUSSION UND AUSBLICK	68
G. ABBILDUNGSVERZEICHNIS.....	70
H. TABELLENVERZEICHNIS.....	72
I. LITERATURVERZEICHNIS	73
J. ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS	76
ANHANG A1. Voruntersuchung - Faserlinien	
ANHANG A2. Voruntersuchung - Feinstofflinien	
ANHANG B1. Hauptversuch - Versuchsmatrix	
ANHANG B2. Hauptversuch - Messdaten	
ANHANG B3. Hauptversuch - Normierte Ergebnisdarstellung	

A. EINLEITUNG

Heutzutage wird zur Papierherstellung fast ausschließlich aus Holz gewonnener Faserstoff eingesetzt. Dabei bestimmt dessen Charakter maßgeblich die späteren Eigenschaften des Produktes Papier.

Die Qualität des Rohstoffes Holz hängt von verschiedenen Faktoren ab. Allgemein differenziert man bei der Baumart zwischen Nadel- und Laubholz. Nadelhölzer weisen längere, schlankere Fasern auf. Die Anzahl an wirksamen Faser-Faser-Bindungen steigt mit der Faserlänge stark an. Selbst nicht bindende Kontakte tragen aufgrund des Flechtwerkeffekts zur Blattfestigkeit bei. Das ist auch der Grund warum man praktisch nicht auf Langfaserzellstoffe verzichten kann, wenn eine hohe Papierfestigkeit verlangt wird. Holzeigenschaften sind somit in erster Linie artspezifisch, allerdings variieren diese auch je nach Wachstumsphase und klimatischen Bedingungen. In Mitteleuropa beispielsweise entsteht im Frühjahr ein weiltumiges und relativ dünnwandiges Frühholz, gegen Ende der Vegetationszeit bildet sich meist dichteres, festigendes Spätholz.

Neben der zuvor erwähnten Herkunft und Morphologie spielen vor allem die Aufschlusstechnologie sowie der Aufbereitungsprozess eine wesentliche Rolle in der Entwicklung der späteren Papiereigenschaften. Um die Fasern aus der Holzmatrix zu lösen wird der Rohstoff dabei entweder nur mechanisch zerkleinert oder zusätzlich chemisch aufgeschlossen. Holzstoff, so wird Faserstoff nach dem mechanischen Aufschluss bezeichnet, enthält Fasern mit hydrophobem Lignin, die steifer sind. Neben der Eigenfärbung bei hohem Lignin-gehalt führt dies auch zu geringen Festigkeiten. Holzstoff kann trotzdem gute Festigkeiten liefern, insofern durch Mahlung Schleimstoff erzeugt wird sowie durch hohe Einzelfaserfestigkeit. Chemische Aufschlussprozesse ausgehend von Hackschnitzeln werden je nach der eingesetzten Chemikalie unterschieden. Der Sulfat-Prozess führt verglichen mit dem Sulfitprozess dabei grundsätzlich zu höheren Festigkeiten.

Insbesondere mechanisch aufbereitete Holzstoffe enthalten meistens einen hohen Anteil an Feinstoff. Zudem sei erwähnt, dass Holzstoff sehr viel mehr feinteiliges Material enthält als ein Zellstoff desselben Holzes. Die dabei anfallende feinste Fraktion im Faserstoff bezeichnet man als primären Feinstoff. Feinstoffe, die beim mechanischen Aufschluss entstehen machen 20 – 40% des Faserstoffs aus und sind wesentlich für die mechanischen Eigenschaften im Papier. Unterteilt werden diese Feinstoffe nach Form in fibrilläre und plättchenförmige. Im Zellstoff fallen wesentlich weniger Feinstoffe an, der Gehalt liegt zwischen ein und 15%.

Mechanische, vorwiegend scherende und quetschende Faserbeanspruchung veredelt die Faser. Diesen Vorgang nennt man Mahlung. Durch Quetschung wird die Sekundärwand aufgrund zunehmender Quellfähigkeit weicher. Eine Fibrillierung der Oberfläche führt zu verbesserter Faser-Faser-Bindung und somit zur Erhöhung der statischen Festigkeiten. Bei diesem Vorgang entsteht zudem sekundärer Feinstoff, der sich deutlich vom primären unterscheidet.

Durch die Mahlgarnituren werden die Fasern auch durch die unerwünschte schneidende Wirkung gekürzt. Dieser aus kurzen Faserbruchstücken bestehende Feinstoff trägt kaum etwas zur Festigkeit bei. Fibrillen am Faserende werden teilweise aus dem dichten Verband der Zellwand gelöst, es bildet sich bindungsfreudiger Schleimstoff, der allerdings die Entwässerung beeinträchtigt.

Die standardmäßige Beurteilung der Eignung von Faserstoff für die Herstellung von Papier erfolgt anhand von Kennwerten, die man aus diversen physikalisch-technologischen Beurteilungsverfahren ermittelt. So werden Blatteigenschaften anhand von Laborblattbildung des vorliegenden Faserstoffs bestimmt. Es handelt sich daher um Summenparameter der einzelnen Komponenten (Faser, Feinstoff, Füllstoff und chemischen Additive), wo-bei speziell die Bedeutung des Feinstoffs für die Entwicklung der Papiereigenschaften unklar ist.

Diese Masterarbeit wurde im Rahmen des Forschungsprojektes Flippr in Zusammenarbeit mit der Firma SAPPI Gratkorn am IPZ der TU Graz erstellt. Ziel ist es den Einfluss der Faser, aber vor allem jenen des Feinstoffs auf die Suspensions- sowie Blatteigenschaften zu untersuchen. Durch die Auftrennung des Faserstoffs in einzelne Fraktionen lassen sich deren Eigenschaften getrennt erfassen. Mischt man nun Faser und Feinstoff in bestimmter Zusammensetzung kann der Einfluss der einzelnen Komponente festgestellt werden.

B. GRUNDLAGEN

1. Faserstoff

Zur Gewinnung von Faserstoff muss Holz in intakte Fasern vereinzelt werden. Diese Zerfaserung kann dabei sowohl mechanisch (Holzstoff) als auch chemisch (Zellstoff) erfolgen. Im realen Prozess entsteht eine Mischung aus verschiedenen Komponenten, die je nach Abmessung in Splitter (Störelemente), Fasern und Feinstoff klassiert werden können.

Bei der Herstellung von Papier werden dessen Eigenschaften wesentlich durch den Faserstoff bestimmt. Je nach Verwendungszweck des Papiers kann durch Wahl des geeigneten Rohmaterials darauf Einfluss genommen werden. Dazu werden weltweit überwiegend Fasern aus Holz verwendet [1].

1.1 Zellwandaufbau

Holzfasern bestehen aus einer mehrschichtigen Zellwand, die sich um das Lumen herum aufbaut (*Abbildung 1*). Diese sogenannten Lamellen setzen sich wiederum aus Fibrillen zusammen und unterscheiden sich sowohl strukturell als auch in der Zusammensetzung. Die äußere Schicht bildet die Mittellamelle (ML), gefolgt von einer Primärwand (P) und der dreischichtigen Sekundärwand (S1-3).

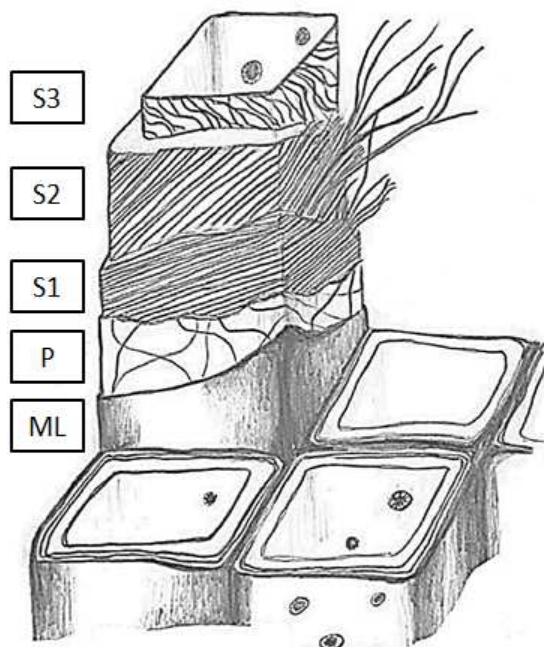


Abbildung 1: Aufbau der Zellwand aus unterschiedlichen Lamellen; adaptiert von [2].

1.2 Chemische Zusammensetzung

Chemisch gesehen ist die Zellwand ein Bioverbundpolymer bestehend aus Zellulose, Hemizellulose, Lignin und Extraktstoffen (Harzen, Fetten und Wachsen).

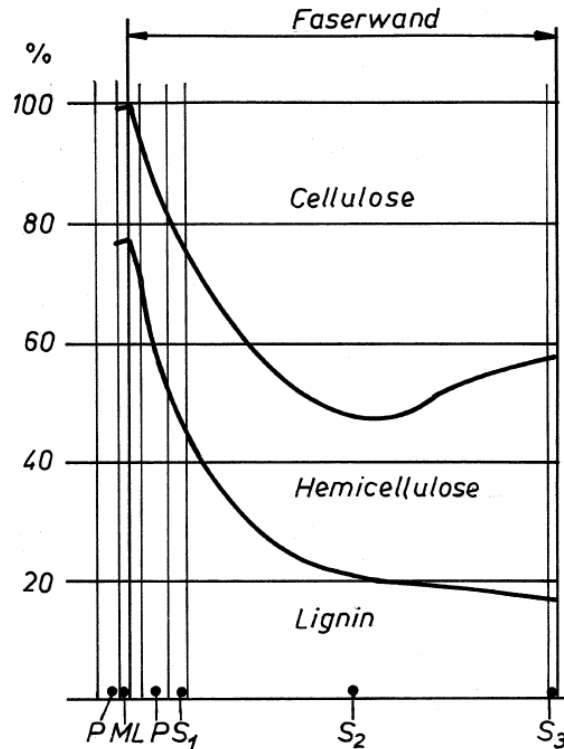


Abbildung 2: Chemische Zusammensetzung der einzelnen Zellwandschichten [1].

Die chemischen Komponenten sind jedoch in der Zellwand sehr unterschiedlich verteilt (*Abbildung 2*). Lignine und Hemicellulosen liegen als amorphe Massen vor, die als Kittsubstanz dienen und die Cellulosefibrillen einbetten. Generell nimmt der Ligningehalt der Faser von außen nach innen ab, während der Gehalt an Cellulose und Hemicellulose zunehmen. So befinden sich in der Mittellamelle 60 - 80% Lignin; in der Sekundärwand S₂ hingegen nur etwa 22%.

1.3 Gewebesysteme

Aufgrund verschiedener Holzstrukturen erfolgt eine Unterteilung in Nadel- und Laubholz, die sich vor allem auf die Konfiguration sowie den unterschiedlichen Aufbau der einzelnen Fasern zurückführen lässt. Dazu spielen artspezifische Eigenschaften sowie die Herkunft in Hinblick auf Klima- und Bodenverhältnisse eine große Rolle. Diese inhomogenen Faserstrukturen werden je nach funktionaler Eigenschaft in Festigungs-, Leit- und Speichergewebe unterteilt [1,3-6].

1.3.1 Nadelholz

Durch den homogenen und einfachen Aufbau ist die Struktur der Nadelhölzer oft sehr ähnlich. Dabei bestehen 89 – 95 % des Gesamtvolumens aus langgestreckten Faserzellen, Tracheiden genannt. Diese sind vorwiegend longitudinal orientiert und weisen eine durchschnittliche Länge von 3 - 4 mm auf. Da Zellgröße, Wandstärke und Lumendurchmesser stark variieren, unterscheidet man Frühholztracheide, die dünne Zellwände und große Lumen zur Stoffleitung ausbilden, vom dickwandigen und englumigen Spätholz, das der Festigung des Stammes dient. Alle Tracheiden verfügen über sogenannte Hoftüpfel, die ein wesentliches Unterscheidungsmerkmal zur Bestimmung der Nadelholzart darstellen. Diese Poren haben die Form doppelter, konzentrischer Kreise und sorgen in der Zellwand für den Stoff- und Wassertransport von Zelle zu Zelle. Markstrahlen sind quer zu den längs liegenden Tracheiden anzutreffen und gewährleisten den Stofftransport in radialer Richtung. Diese Zellen bestehen aus einer Vielzahl kleiner, meist rechteckiger Parenchymzellen oder aus kurzen, dickwandigen Markstrahltracheiden von lediglich 0,1 – 0,2 mm (*Abbildung 3*).

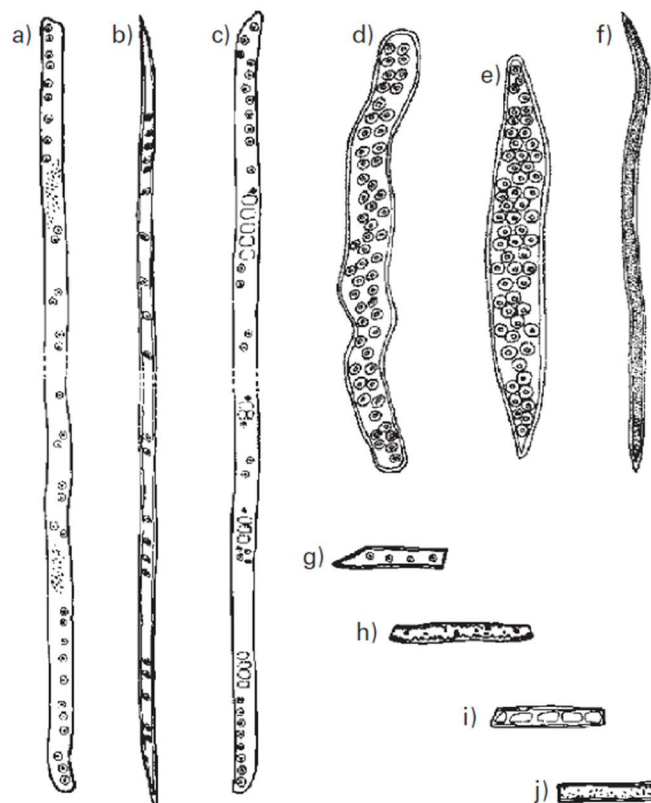


Abbildung 3: Nadelholzmorphologie. a, b) Früh- und c) Spätholztracheiden; d) vasizentrische sowie e, f) vaskuläre Tracheiden; g, h) Markstrahltracheiden; i, j) Parenchymzellen [3].

1.3.2 Laubholz

Im Vergleich mit Nadelholz kommt zum komplexeren Aufbau auch noch eine größere Anzahl an verschiedenen Zelltypen hinzu. Zudem sind Fasern aus Laubholz bei gleicher Dicke viel kürzer. Der Unterschied zwischen Früh- und Spätholz ist nicht so extrem als beim Nadelholz. Die Tüpfelung unterscheidet sich bei einzelnen Arten an den Markstrahlkreuzungsfeldern.

Libriform-, Sklerenchym-, Hart- oder Holzzellen sind für die Festigung des Stammes, Tracheen (Gefäßelemente) für die Leitungsfunktion sowie Holz- und Markstrahlparenchymzellen für die Speicherfunktion zuständig (*Abbildung 4*). Der Anteil der Libriformfasern ist bei den einzelnen Laubholzarten sehr unterschiedlich und beträgt 40 - 75 % der Holzsubstanz. Diese schmalen Zellen sind im Durchschnitt 0,7 – 2,0 mm lang und tragen somit einerseits zu den Festigkeitseigenschaften, hauptsächlich aber zu den gewünschten Oberflächeneigenschaften im Papier, bei. Dagegen weisen Tracheen kaum Fasercharakter und somit nur wenig Potential zur Festigkeitsentwicklung auf. Der geringe Parenchymzellenanteil im Papier rührt daher, dass diese bei der Halbstoffherstellung abgetrennt und zerstört werden. Allerdings sind die Eigenschaften inferior, neben der schwachen Bindungsfähigkeit liefern sie auch kaum Festigkeit.

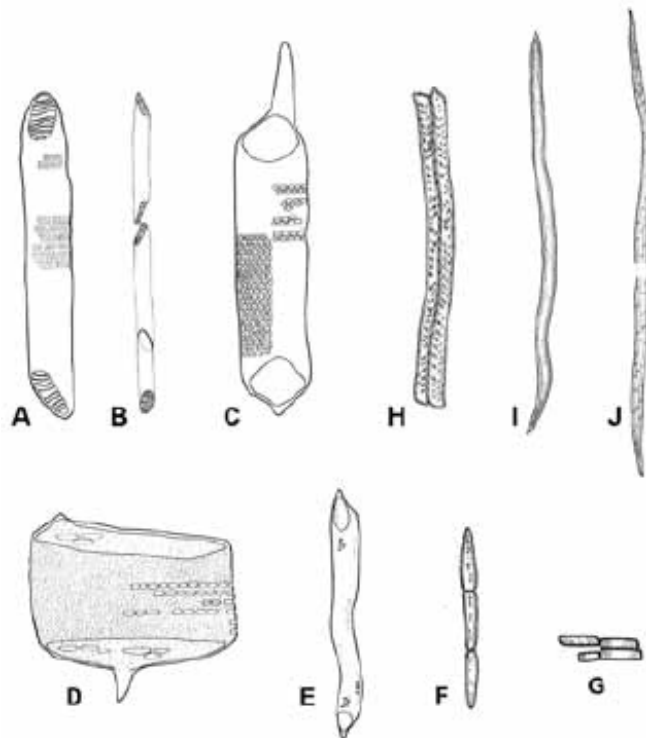


Abbildung 4: Laubholzzellen. A-C) Gefäßelemente; D) Früh- und E) Spätholztracheen; F) Holzparenchymzelle; G) Markstrahlparenchymzelle; H,I) Tracheiden; J) Libriformfaser [7].

1.4 Aufschlussverfahren

Da die Fasern von einer Ligninmatrix umgeben sind müssen diese erst freigelegt werden. Man spricht vom Aufschluss und unterscheidet grundsätzlich zwischen mechanischen und chemischen Verfahren [1,8].

1.4.1 Mechanische Verfahren

Die mechanische Zerfaserung zu Holzstoff erfolgt heute nach zwei Arten. Beim Stein-Verfahren erhält man durch das Verschleifen von Holz mit einem rotierenden Schleifstein (SGW/PGW) Holzschliff. Alternativ wird die Zerfaserung zu Holzstoff nach Zerkleinerung in Hackschnitzel auch zwischen zwei rotierenden Scheiben des namensgebenden Refiners (RMP) realisiert. Dies kann zusätzlich unter Wärme und Druck (TMP) oder chemo-thermisch (CTMP) erfolgen.

1.4.2 Chemische Verfahren

Fasern die hingegen mithilfe eines chemischen Aufschlusses aus dem Holz herausgelöst werden, bezeichnet man als Zellstoff. Je nach Art der eingesetzten Chemikalie differenziert man zwischen Sulfat- und Sulfitverfahren.

Mit etwa 85% der Weltzellstoffproduktion ist das Sulfatverfahren das dominierende Verfahren um Holz aufzuschließen. Der Name stammt aus dem Rückgewinnungskreislauf, wo Natriumsulfat als Make-Up Chemikalie eingesetzt wird um Natrium- und Schwefelverluste zu kompensieren. Vorteilhaft ist neben der Möglichkeit alle Holzarten (vorwiegend Kiefern- und Eukalyptusholz) einzusetzen, auch die Tatsache, dass Sulfatzellstoffe eine wesentlich höhere Festigkeit aufweisen. Von daher stammt auch der Name „*Kraftzellstoff*“.

Der Name Sulfitverfahren leitet sich von der sulfithaltigen Kochflüssigkeit ab, die sich aus einer Mischung von schwefeliger Säure mit einer Base ergibt. Je nach Art des chemischen Aufschlusses kann dieser sauer, neutral oder alkalisch erfolgen. Allerdings lassen sich nur harz- und kieselsäurearme Hölzer, vor allem Fichte und Birke damit aufschließen.

1.5 Stoffaufbereitung / Mahlung

Bei der Mahlung handelt es sich aus verfahrenstechnischer Sicht um einen Zerkleinerungsprozess. Papiertechnisch gesehen wird durch Veränderung des Faserstoffs die Suspensions- bzw. Papiereigenschaft eingestellt.

Ziel ist es, den Faserstoff in einen Zustand zu bringen, den die herzustellende Papiersorte erfordert. Der Mahlvorgang findet in einem sogenannten Refiner nach Rotor-Stator-Prinzip unter Anwesenheit von Wasser statt. Durch Wechselwirkung der Fasern mit den verstellbaren Mahlgarnituren werden die gewünschten Eigenschaften eingestellt. Die Fasern können entweder verstärkt geschnitten (rösche Mahlung) oder fibrilliert (schmierige Mahlung) werden. Bei heutigen Refinern gelangt nur ein geringer Faseranteil in diese Mahlzonen [1,9,10].

1.5.1 Mechanische Aspekte

Die kleinste denkbare Wirkpaarung in der Verfahrenstechnik ist jene zwischen Maschine und Gut. Beim Mahlvorgang unterscheidet man 3 charakteristische Zonen, die von der Faser durchlaufen werden (*Abbildung 5*).

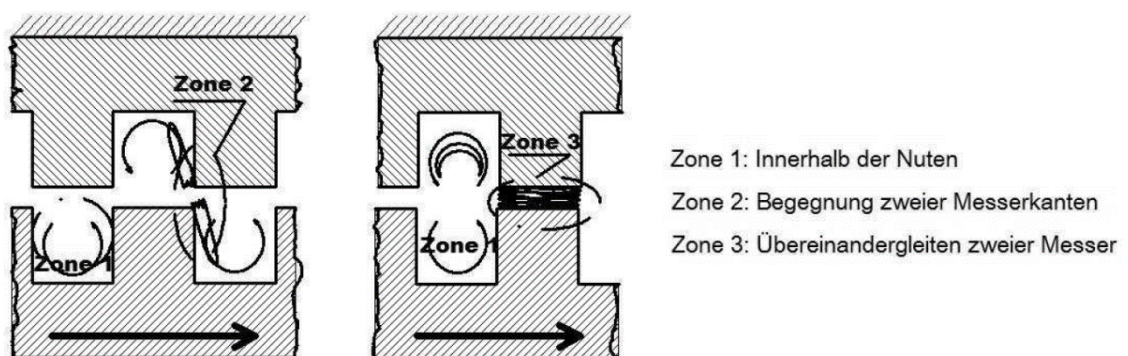


Abbildung 5: Wirkzonen in einer messergarnierten Mahlmaschine [1].

In **Zone 1** wird der Faserstoff transportiert, während es zum Zerfall und zur Neubildung von Fasernetzwerken kommt. Es erfolgt auch der Abtransport des Feinstoffs aus der Mahlzone. Im Bereich der **Zone 2** kommt es zur Konsistenzhöhung. Faserkürzung durch radiale Scherung sowie Fibrillierung durch Prallbeanspruchung sind die Folge. Die Kraftübertragung vom Messer auf die Faser, oder bei großem Mahlpalt überwiegend von Faser zu Faser, erfolgt bei noch höherer Stoffdichte in **Zone 3**. Scherkräfte rufen eine Fibrillierung der Fasern hervor. Hier wird besonders bindungsaktiver Feinstoff erzeugt.

1.5.2 Effekte auf die Faser

Die Mahlung ruft eine Änderung der Fasermorphologie hervor, die zur Ausbildung bindungsaktiver Flächen führt. Dies geschieht durch Fibrillierung und Faserkürzung, wobei nach Levlin [10] immer beide Effekte auftreten.

Abbildung 6 zeigt die Effekte auf die Faser durch den Mahlvorgang. Bei **Externer Fibrillierung** wird die spezifische Oberfläche vergrößert, die Faserlänge bleibt erhalten. Die **Interne Fibrillierung** delaminiert die Faser, der Faserquerschnitt kollabiert und ändert somit seine Form von zylindrisch zu bandförmig. Letztendlich steigt der Entwässerungswiderstand gering an, das Wasserrückhaltevermögen nimmt zu und die Faserflexibilität wird erhöht.

Faserkürzung bedingt scharfe Schnittkanten an den Faserenden. Der Entwässerungswiderstand steigt stark an, die statische Festigkeit steigt leicht, die dynamische sinkt sofort. Kürzere Fasern ergeben zudem bei gleichbleibender Opazität eine gute Formation im Papier. Daneben entstehen zusätzlich **Feinstoffe**.

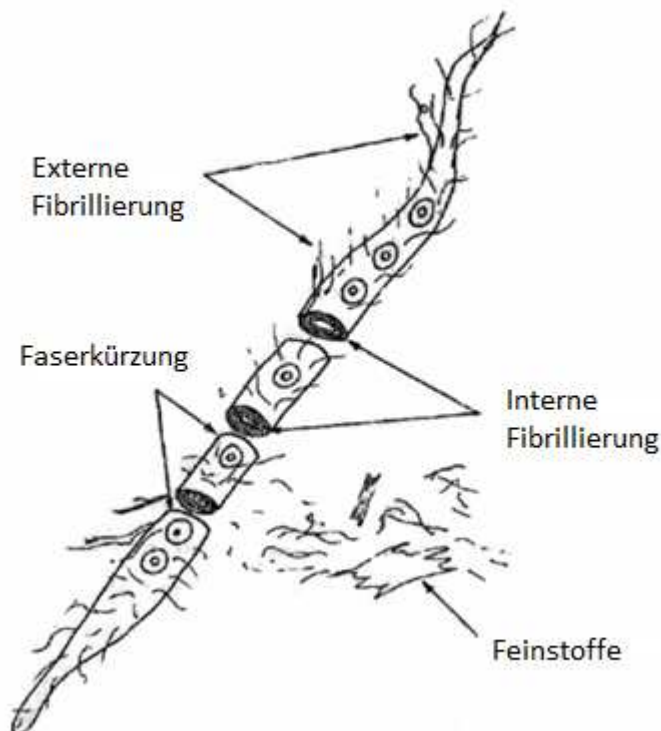


Abbildung 6: Effekte auf die Faser durch den Mahlvorgang; adaptiert von [11].

2. Feinstoffe

2.1 Definition

Da Faserstoffteilchen in ihrer Größe stark variieren, unterscheidet man grundsätzlich zwischen Fasern und Feinstoffen. Letztere umfassen sehr kurze Fasern, Faserbruchstücke (1) sowie Teile der Zellwand (*Abbildung 7*). Dazu zählen Fragmente der Primärwand und Mittellamelle (2), Fibrillen, Lamellen, Fibrillenbündel, sowie fadenförmige, bandförmige oder fibrilläre Teilchen [12-14] inklusive kolloidalem Feinstoff (3), Leitgewebe (4) und zusätzlich andere Partikel wie etwa Parenchym- und Strahlzellen (5) oder Teile davon [15,16].

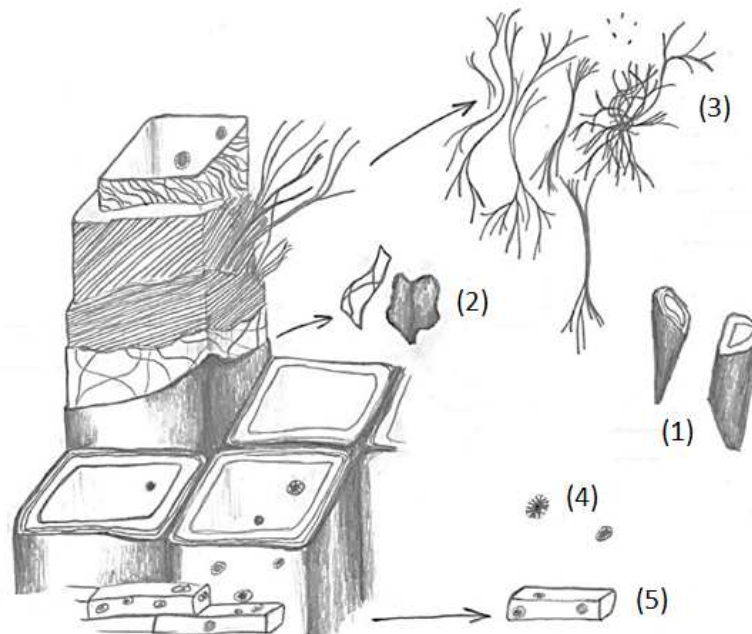


Abbildung 7: Herkunft von Feinstoff aus Teilen der Zellwand; adaptiert von [2].

Trotz der unbestrittenen Wichtigkeit von Feinstoffen ist nur sehr wenig über deren Charakteristik bekannt. So gibt es nicht einmal eine einheitliche Definition der Größe, weshalb die Trennungslinie beliebig gewählt wird [17]. Grund dafür ist, dass die Partikelgrößen je nach angewandter Analysenmethode stark variieren. In der Literatur wird empfohlen jene Partikel, die ein Sieb mit 76 µm Lochdurchmesser oder 200 Mesh (75 µm) passieren, als Feinstoffe zu bezeichnen [15,18]. In der vorliegenden Arbeit sind das jene Faserstoffteilchen, die durch einen Lochsieb mit 100 µm Lochdurchmesser gelangen.

2.2 Einteilung nach der Form

Neben der Größe wird die Charakteristik der feinsten Fraktion auch durch deren Form, abhängig von der Morphologie u.a. bedingt durch die Herkunft, bestimmt.

2.2.1 Schleim- und Mehlstoff

Beim Holzschliff wird der Formcharakter des Feinstoffs nach Brecht [19] in Schleim- und Mehlstoff (*Abbildung 8*) unterteilt. Der als Kitzsubstanz im Fasergefüge wirkende fibrillenreiche Schleimstoff entsteht durch die Quetschwirkung, der körnig-pulvrige Mehlstoff durch die ritzende Reibung beim Schleifen. Schleimstoffe sind längliche, fadenförmige Teilchen [20-23], hauptsächlich Bruchstücke aus der Primär- und Sekundärfaserwand [24,25]. Mehlstoffe dagegen sind Faserbruchstücke von quaderartiger Gestalt [20,23] aus der Mittellamelle sowie den Markstrahlzellen [24,25].



Abbildung 8: Schleimstoff (links) und Mehlstoff (rechts) [19].

2.2.2 Fibrils und Flakes

Luukko [26] unterscheidet beim Holzstoff zwischen *Fibrils* und *Flakes*. Fibrils sind fibrilliertes Material, das durch externe Fibrillierung entsteht. Flakes sind steifere, plättchenförmige Teilchen wie Zellwandfragmente (*Abbildung 9*).

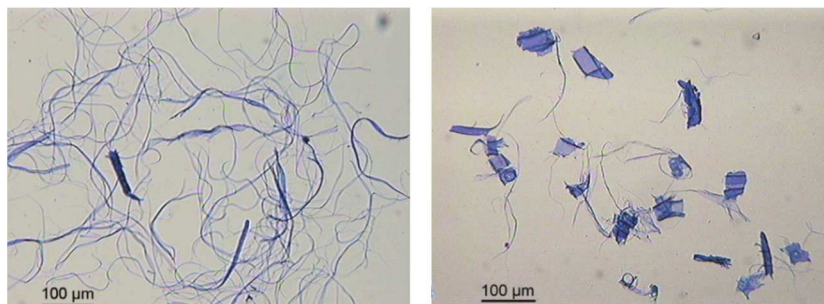


Abbildung 9: Fibrils (links), Flakes (rechts) [26].

2.2.3 Primärer und sekundärer Feinstoff

Primäre Feinstoffe befinden sich nach der Kochung bereits vor jeglicher weiterer Behandlung der Fasern im Faserstoff. Es handelt sich dabei um die Feinstoffe, wie Faserbruchstücke, Gefäßelemente oder Parenchymzellen, die im ungemahlenden Stoff vorhanden sind. Durch die Mahlung erhält man sekundäre Feinstoffe, die beim Ablösen der äußersten Faserschicht entstehen (*Abbildung 10*).

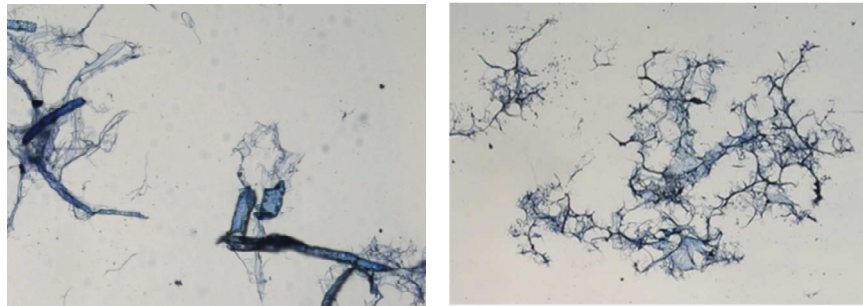


Abbildung 10: primärer (links) und sekundärer Feinstoff (rechts).

Holzstoffe enthalten einen vergleichsweise großen Anteil an primärem Feinstoff. Durch die mechanische Einwirkung zur Faservereinzelung werden vorwiegend Faserfragmente aus der ligninreichen S1 und S2 Schicht der Zellwand gelöst.

Ungemahlener Zellstoff dagegen verfügt über sehr wenig primären Feinstoff, da aufgrund des Aufschlussverfahrens nur eine geringe mechanische Energie auf die Fasern wirkt. Der Anteil liegt typischerweise bei unter 1 (2)%, durch die Mahlung kann der Feinstoffgehalt allerdings auf bis zu 15% erhöht werden [27-29].

Die Informationen in den Kapiteln 2.3 *Entstehung von Feinstoff im Prozess*, 2.4 *Chemische Charakterisierung*, 2.5 *Quellvermögen*, 2.6 *Ladung* sowie 2.9 *Feinstoffeinfluss auf die Entwicklung von Papiereigenschaften* orientieren sich an einem Review von Odabas et al. [30], der sich explizit mit dem Thema Feinstoff auseinandersetzt.

2.3 Entstehung von Feinstoff im Prozess ^[30]

Beim chemischen Aufschluss wird vergleichsweise wenig mechanische Energie eingesetzt. Dadurch entstehen größtenteils intakte Fasern, die in der Größenverteilung jenen im Holz ähneln und nur geringe Mengen primärer Feinstoff. Diese Feinstofffraktion umfasst kaum Faserfragmente, sondern hauptsächlich Markstrahlzellen, die bei der Kochung aus der Holzmatrix gelöst werden. Zellstoffe aus Laubholz enthalten bedingt durch die komplexere Gewebestruktur (Kapitel 1.3 *Gewebesysteme*) mehr primären Feinstoff im Vergleich zu Nadelholz.

Weitere Zellstofffeinstoffe entstehen bei der darauffolgenden mechanischen Aufbereitung. Nach der Kochung formen sich die Fasern eher zu bandförmigen Teilchen als etwa jene aus der Holzstofferzeugung. Nichtsdestotrotz sind die Fasern noch nicht flexibel genug um ausreichend Bindungsstellen zu formen. Erst durch die Mahlung (Kapitel 1.5.2 *Effekte auf die Faser*) eignet sich die Faser für die Papierproduktion. Beim Kraftzellstoff überwiegen Primärfeinstoffe gewichtsmäßig den Sekundärfeinstoffen, obgleich die Anzahl an letzterem höher ist.

In all diesen Verfahren wird ein beträchtlicher Anteil des Holzes in Feinstoffe umgewandelt (*Abbildung 11*). Diese Fraktion ist beim CTMP mit bis zu 20% am geringsten. TMP enthält etwa 30%, GW-Holzstoff 30 bis 40% Feinstoff. Der Anteil, der bei TMP entsteht steigt mit dem spezifischen Energiebedarf, nahezu unabhängig von der Holzart im Gegensatz zu GW-Holzstoff.

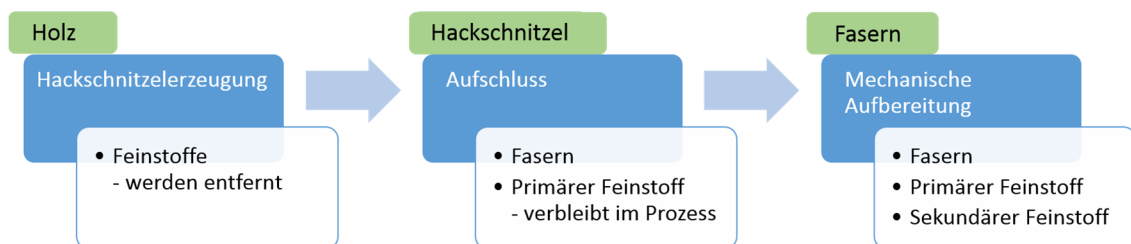


Abbildung 11: Orte der Entstehung von Feinstoff im Aufbereitungsprozess.

2.4 Chemische Charakterisierung ^[30]

Die chemische Zusammensetzung sowie die physikalischen Eigenschaften der Faserstofffraktionen werden nicht nur durch den Rohstoff, sondern auch vom Aufschlussverfahren bestimmt. So hängen die Eigenschaften des Feinstoffes größtenteils von deren Herkunft ab, wohingegen die chemische Zusammensetzung vom Faserstoff abweicht.

Feinstoffe enthalten aufgrund des Zellwandaufbaus tendenziell weniger Zellulose als Fasern. Diverse Untersuchungen zeigten, dass die Ligninkonzentration an der Faseroberfläche am höchsten ist. Dabei wurde die äußerste Schicht von Heijnesson mechanisch abgelöst bzw. von Laine et al mit Elektronenspektroskopie chemisch analysiert. Nach Wågberg and Annergren war dies aufgrund der ligninreichen Mittellamellenfragmente der Oberfläche zu erwarten. Zudem besteht die primäre Zellwand vorwiegend aus Hemizellulose, pektischen Stoffen und Lignin.

Ein weiterer bedeutender Bestandteil von Holzfasern sind Extraktstoffe. Das sind organische Stoffe mit niedrigem Molekulargewicht, die mit einem organischen Lösungsmittel extrahierbar sind. Oftmals wird der Begriff in der Literatur auch als Synonym für Harze verwendet. Allgemein wird die Extraktion der Feinstoffproben vor der Untersuchung auf deren chemische Zusammensetzung empfohlen. Verschiedene Lösungsmittel wie Dichlormethan, Hexan, Aceton oder MTBE werden dafür verwendet. Die Wahl des Lösungsmittels beeinflusst die chemische Zusammensetzung des extrahierten Stoffs sowie jene des Extraktstoffs.

Bei der mechanischen Behandlung bleibt ein Teil des Harzes in den Parenchymzellen zurück, etwa die Hälfte geht in die Wasserphase über, wo es in kolloidaler Partikelform von 0,1-1µm vorliegt. Die Adsorption, abhängig von pH, Ionenstärke und Konzentration der kolloidalen Substanz auf der Oberfläche von Faser und Feinstoff ist reversibel, nimmt beispielsweise durch Auswaschen mit Wasser stark ab. Daher variiert der Bedeckungsgrad bei TMP Feinstoffen in der Literatur von 10 bis 30%. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass Flakes und Strahlzellen mit mehr Extraktstoffen umhüllt sind als lange Fasern.

2.4.1 Holzschliff

Beim Holzschliff unterscheiden sich Feinstoffe in der chemischen Zusammensetzung deutlich. Schleimstoffe weisen wesentlich geringere Mengen an Lignin und Extraktstoffen auf als Mehlstoffe. Dadurch kommt es auch zu unterschiedlichem Absorptionsverhalten von Strahlung im UV-Wellenlängenbereich als auch zu höheren Lichtabsorptionskoeffizienten bei Schleimstoffen. Die Adsorption von Farbstoffen sowie hydrophober Substanzen ist bei Mehlstoffen bedingt durch den höheren Ligningehalt besser. Nach Felsch und Lichtenthäler gibt es keine Unterschiede im Farbaufnahmeverhalten.

2.4.2 Holzstoff

Feinstoffe aus Holzstoff enthalten mehr Lignin, Hemizellulose sowie Extraktstoffe als Fasern. Das liegt zum einen an den hohen Ausbeuten von 95% und mehr, wodurch die Komponenten im Holz in der gleichen Zusammensetzung im Feinstoff vorkommen, ausgenommen wasserlösliche Bestandteile wie Galactoglucomannan. Der Zelluloseanteil im Holzstoff ist quasi jener im Holz selbst, allerdings im Feinstoff geringer. Im TMP liegt der Zelluloseanteil bei 39%, fibrillärer Feinstoff enthält 33%, Flakes 24% und Strahlzellen lediglich 20%. Bei gebleichtem TMP ist der Zellulosegehalt in Fasern und Fibrillen höher. Der vergleichsweise höhere Zellulosegehalt in Fibrillen als bei Flakes hängt mit der Entstehung in der Zellwand ab. Fibrillen stammen aus der primären und äußeren sekundären Zellwandschicht, sowie aus der mittleren Sekundärwand bei stärkerer Mahlung. Flakes entstammen der Mittellamelle und der primären Zellwand sowie von der äußeren Sekundärwand bei fortschreitender Mahlung. Holzstoff enthält etwa 27% Lignin, dessen Feinstoff je nach Art bis zu 40%. Insbesondere Markstrahlzellen weisen einen höheren Ligningehalt im Vergleich zu anderen Feinstoffen auf. Der Anteil in der Oberfläche hängt von der Feinstoffform ab, bei Flakes 54% und bei Fibrillen etwa 40%, geringere Werte erhält man bei Teilen aus dem inneren der Zellwand, da die Bulkonzentration zwischen 35 und 39% liegt.

2.4.3 Zellstoff

Bei Feinstoffen aus Zellstoff werden große Ligninanteile und, abhängig vom Aufschlussprozess, Hemicellulosen wie Xylan oder Mannan entfernt. Beim Kraftprozess bleiben weniger als 10% an Lignin und Extraktstoffen über, beim Sulfitprozess ist der Verlust an Hemizellulose höher.

Primärer Feinstoff enthält mehr Lignin als sekundärer Feinstoff, speziell an der Oberfläche. Die Veränderung der chemischen Zusammensetzung der Feinstoffe und Fasern hängt von den Prozessparametern und der erzeugten Feinstoffmenge ab. Je mehr Partikel von der Oberfläche gelöst werden, umso geringer ist der Ligningehalt. Nach Heijnesson et al. ist der Ligningehalt in primären Feinstoffen von ungebleichtem Kraftzellstoff abgetrennt mit einem 20 µm Sieb um das Fünffache höher als im ursprünglichen Stoff, jener der sekundären Feinstoffe dazwischen.

Schon Richter zeigte, dass durch Entfernung der Feinstoffe der hohe Extraktstoff-Anteil im Zellstoff reduziert werden kann. Laub- und Nadelhölzer enthalten einen ähnlichen Anteil an Extraktstoffen, jedoch unterscheidet sich die Zusammensetzung. Nahezu das halbe Harz in Nadelholz setzt sich aus Harzsäure und freien Fettsäuren zusammen, im Laubholz ist diese Fraktion nur sehr gering vorhanden. Letztere besteht aus Fettsäurealkylester, Sterin, Sterylester sowie weiteren neutralen Komponenten. Sowohl Feinstoffe aus Kraftzellstoff als auch Sulfitzellstoff sind reich an Extraktstoffen. Wie bei TMP nehmen der Ligningehalt und jener an Extraktstoffen im Feinstoff mit zunehmender Mahlung ab, sprich das Verhältnis ändert sich, da mehr davon erzeugt wird. Bei Birkenkraftzellstoff konnten in 4% primärem Feinstoff bis zu 85% des gesamten Extraktstoffs nachgewiesen werden.

2.5 Quellvermögen ^[30]

Im Vergleich zu Fasern sind Feinstoffe stark quellfähig. So kommt es, dass ihre Dichte trocken zwischen 1,3 - 1,5 g/cm³ sowie nass in der Suspension bei 1 g/cm³ liegt.

Die Quellung von Fasern und Feinstoffen steigern die Flexibilität in einem Maß, das die Produktion von Papier mit ausreichenden Festigkeiten ermöglicht. Dieser Effekt wird durch interne und externe Fibrillierung aufgrund größerer spezifischer Oberfläche und somit erhöhter Wasseraufnahme verstärkt. Speziell bei Feinstoffen mit ihrer großen spezifischen Oberfläche wurde bereits früh ein „schleimiges“ Verhalten im nassen Zustand sowohl bei Holzstoff als auch bei Zellstoff erkannt. Hohes Quellvermögen ermöglicht den Feinstoffen sich in bereits geformte Netzwerkstrukturen einzufügen um dabei lokale Spannungszustände zu verringern.

Um die Quellung zu erfassen, kann das Wasserrückhaltevermögen, das zurückgehaltene Wasser nach dem Zentrifugieren, gemessen werden. Feinstoffe quellen ungefähr doppelt so stark als der Faserstoff aus dem sie stammen. Zellstofffasern halten mehr Wasser als jene von Holzstoff. Bei letzteren ist ein Zusammenhang zwischen fibrillärem Material und dem Quellvermögen bekannt. Wenn Flakes vorliegen ist das Quellverhalten ähnlich jenem der Faser, Fibrils verhalten sich fast wie Fasern aus Zellstoff. Das hat nicht nur mit der Struktur zu tun, sondern auch mit Unterschieden in der Ladung und dem Ligningehalt. Zellstofffeinstoff quillt mehr als dessen Fasern, speziell wegen der größeren spezifischen Oberfläche. Oberflächenladung und WRV sind für sekundären Feinstoff höher als beim primären und insgesamt um ein Vielfaches größer als die dazugehörige Faserfraktion.

Feinstoffe jeglicher Herkunft erhöhen den Widerstand der Entwässerung. Je kleiner die Partikel sind, desto schlechter wird die Entwässerungsfähigkeit. So verlangsamen primäre Feinstoffe die Entwässerung von Faserstoff erst ab 20% signifikant und haben somit einen vernachlässigbar kleinen Effekt aufgrund der wesentlich geringeren Anteile im Zellstoff. Sekundärfeinstoff dagegen hat einen großen Einfluss auf die Drainage von Faserstoffen. Bei nur 5% wird die Filtration deutlich verlangsamt. Bei gleichen Anteilen zeigte Chen et al., dass CTMP Feinstoffe die Drainage stärker beeinflussen als Sekundäre Feinstoffe von Kraftzellstoff. Nach Ansicht der Autoren liegt dies an der großen Anzahl sehr kleiner Teilchen im Vergleich zu Zellstoff. Taipale et al. berichtet von einer geringeren Partikelgröße bei Feinstoffen aus mechanischer Behandlung verglichen mit der chemischen.

2.6 Ladung ^[30]

Holzfasern sind grundsätzlich negativ geladen, das ist auch bei Feinstoffen der Fall. Carboxylgruppen der Uronsäure sind dafür Hauptverantwortlich. Bei Nadelholz beträgt der Uronsäureanteil 2,5%, bei Laubholz sogar 5%. Feinstoffe enthalten viel mehr Galacturonsäure, den Hauptbestandteil von Uronsäure, als Fasern. Der Beitrag der Feinstoffe zur Gesamtladung ist etwa 50% höher als sein Massenanteil. Sowohl Gesamt- als auch Oberflächenladung können durch Titration mit niedrig- und hochmolekularen Polymeren bestimmt werden. In einem Laborexperiment entfernte Moysbe et al. Feinstoffe aus Fichten-Hackschnitzel an 3 verschiedenen Mahlstufen und stellte fest, dass der Gehalt an Galacturonsäure und dadurch die Gesamtladung nach jeder Stufe abnahm, die Oberflächenladung hingegen nahm zu. Diese Divergenz ist auf die Zunahme der spezifischen Oberfläche und der Abnahme der Oberflächenbedeckung von Lignin zurückzuführen. Fasern aus CTMP oder gebleichtem TMP enthalten mehr anionische Gruppen als ungebleichter TMP. Fibrils sind stärker negativ geladen als die dazugehörigen Fasern, im Fall von Flakes sind sowohl TMP als auch CTMP zweimal so reich an anionischen Gruppen als ungebleichter TMP. Auch Fett- und Harzsäuren enthalten Carboxylgruppen, deren Anteil ist auf die Gesamtladung von Fasern und Feinstoffen jedoch vernachlässigbar.

Zellstofffeinstoffe enthalten sowie Holzstoff geringere Mengen an Zellulose, mehr Lignin und Extraktstoffe sowie mehr Xylan als die Faserfraktion. Bedingt durch mehr Carboxylgruppen und Metallionen ist die Gesamtladung höher. Feinstoffe aus ungebleichtem Sulfitzellstoff enthalten sowohl bei Laubholz als auch bei Nadelholz mehr Lignin als die dazugehörigen Fasern. Dasselbe gilt für ungebleichten Fichtenkraftzellstoff. Große Teile der Feinstoffoberfläche sind von Lignin umgeben, bei gebleichtem Kraftzellstoff mit nur 1% Ligningehalt wird von einer Oberflächenabdeckung von 30-50% berichtet.

Die Anionizität von Feinstoffen ist bei Zellstoffen größer als die der Fasern. Nach Heijnesson et al. enthalten primäre sowie sekundäre Feinstoffe, die ein 20 µm Sieb passieren mehr Carboxylgruppen als jene die nur durch das 100 µm Sieb gelangen. Kraftzellstofffeinstoffe enthalten größere Mengen an Metallionen wie Kupfer, Eisen, Magnesium, Mangan und Calcium als deren Fasern. Diese sind vor allem in Markstrahlzellen, der Mittellamelle und im Leitgewebe reichlich vorhanden. Heijnesson et al. konnte zudem eine Korrelation zwischen dem Metallionengehalt und Pektin sowie Lignin in unterschiedlichen Stofffraktionen aufzeigen.

2.7 Beurteilung der Qualität

Eine einfache und direkte Methode um die Feinstoffqualität zu bewerten, ist die Isolation von Feinstoffen, um diese anschließend in definierter Menge reinem Faserstoff zuzugeben. In der darauffolgenden Untersuchung kann der Faserstoff auf diverse Eigenschaften der Suspension bzw. der Papierblätter hin analysiert werden. Diese Art der Qualitätsbeurteilung von Feinstoff wurde auch in dieser Arbeit angewandt.

Durch die direkte Messung kann anhand des Messwertes die Feinstoffqualität sofort beurteilt werden. Nachfolgend werden indirekte Messmethoden angeführt, die aufgrund der fehlenden Kenntnis des Zusammenhangs zwischen Messwert und Feinstoffqualität nur der Vollständigkeit halber erwähnt werden sollen.

Eine Möglichkeit ist die Beurteilung des Sedimentationsverhaltens [31] um Rückschlüsse auf die Oberflächenaktivität zu ziehen, die eine Aussage über das Flockungsverhalten von Feinstoffen möglich macht. Hohe Oberflächenaktivität, ermittelt durch ein hohes Sedimentationsvolumen, heißt größere spezifische Oberfläche und somit bessere Festigkeitseigenschaften. Wie insgeheim zu erwarten war, ist das Sedimentationsvolumen von Schleimstoff höher als jenes von Mehlstoff. Um die Qualität der Feinstoffe direkt vergleichen zu können, haben Blechschmidt, Mallon und Schramm [31] ein Messverfahren entwickelt, mit dem anhand von einer CCD-Kamera das Sedimentationsvolumen von Feinstoffen im Zentrifugalfeld quantitativ erfasst werden kann.

Neben der physikalischen gibt es auch die Möglichkeit der chemischen Beurteilung [32]. In der Primär- und Sekundärwand, dem Ursprung der Schleimstoffe, ist der Ligningehalt signifikant niedriger als in der Mittellamelle und somit beim Mehlstoff.

Häufig findet man in der Literatur auch die Anwendung bildanalytischer Verfahren [33-35] um Feinstoffe qualitativ zu beurteilen. Das Verhältnis der Fibrils und Flakes lässt eine Aussage über die Feinstoffqualität zu.

Eine weitere Alternative ist die Messung der Faserstofftrübung [36]. Je stärker die Trübung, desto größer ist die spezifische Oberfläche der Feinstoffe.

2.8 Möglichkeiten der Feinstoffgewinnung im Labormaßstab

Die zwei am häufigsten eingesetzten Methoden um Feinstoffe aus der Suspension abzutrennen sind der Bauer-McNett Fraktionierer und der Dynamic Drainage Jar, entwickelt von Britt und Unbehend.

2.8.1 Bauer McNett

Der Bauer McNett Fraktionierer dient in erster Linie der Auftrennung des Faserstoffs in mehrere Längen- bzw. Größenklassen. Dies geschieht in bis zu 5 Fraktioniereinheiten mit verschiedenen Siebmaschenweiten, die jeweils mit einem Paddel gerührt werden um den Faserstoff an das Sieb zu transportieren. Feinstoffe sowie Fasern, die kleiner als die Maschenweite des Siebes sind, gelangen am Überlauf jeweils in die nächste Einheit bis nur noch kleinste Faserbestandteile durch das letzte Sieb in die Wanne fließen.

Zum Zweck der Feinstoffgewinnung hat der Bauer-McNett Klassierer den gravierenden Nachteil der schlechten Reproduzierbarkeit und des großen Bedarfs an Wasser. Diese Wassermengen beeinflussen zudem die Oberflächeneigenschaften des Feinstoffs.

2.8.2 Dynamic Drainage Jar

Der DDJ besteht aus einem zylindrischen Probenhalter mit Rührer zur Erzeugung von Turbulenz sowie einem Siebeinsatz am Boden, auf dem die Faserfraktion als Filterkuchen zurückbleibt und der Feinstoff im Filtrat abgezogen wird.

Vorteile sind die praktische Handhabung und der geringe Wasserbedarf, allerdings ist diese Methode nur bei kleineren Probenmengen geeignet.

2.9 Feinstoffeinfluss auf die Entwicklung von Papiereigenschaften ^[30]

Obwohl Feinstoff verhältnismäßig nur in geringen Mengen im Faserstoff vorhanden ist, spielt er eine wichtige Rolle im Entwässerungsverhalten sowie in den Papiereigenschaften. Durch die große spezifische Oberfläche werden diese vor allem in Hinblick auf Optik und Festigkeit massiv verändert.

In der Literatur findet man unzählige Informationen über den Effekt von Feinstoff auf die Papiereigenschaften. Eine Zusammenfassung von Retulainen et al. [37] der Auswirkungen auf die Stoff- und Blatteigenschaften bedingt durch die Erhöhung des Feinstoffanteils im Faserstoff zeigt *Tabelle 1*. Eigenschaften, die durch Feinstoffzugabe verbessert werden können sind Blattdichte, Faserbindungsvermögen und somit Festigkeiten. Entwässerungsfähigkeit und Bleichbarkeit verschlechtern sich dagegen.

Tabelle 1: Effekt auf die Stoff- und Blatteigenschaften durch Feinstoffzugabe.

Eigenschaft	Effekt
Entwässerungswiderstand	++
Blattdichte	++
Luftdurchlässigkeit	--
Initiale Nassfestigkeit	+
Zugfestigkeit	+
Reißfestigkeit	+
Reißlänge	+
Spaltfestigkeit (z-Festigkeit)	
Primärer Feinstoff	-
Sekundärer Feinstoff	+
Druckfestigkeit	+
Dauerbiegefestigkeit	+
Dehnung	+
Schrumpfung	+
Lichtstreuung	
Chemisch erzeugter Feinstoff	-
Mechanisch erzeugter Feinstoff	++
Bleichbarkeit	-

2.9.1 Mechanische Eigenschaften

Erste Untersuchungen des Einflusses von Feinstoffen aus GW betrachteten Schleim- und Mehlstoff. Mit zunehmender Feinstoffmenge in GW-Faserstoff konnten Brecht und Süttinger bei beiden Arten eine starke Zunahme mit einem Maximum der Papierfestigkeit bei 20% durch den Schleimstoff feststellen, wohingegen Mehlstoff diese Eigenschaften verschlechtert.

Jahre später stellten Brecht und Klemm anhand von Holzschliff fest, dass vor allem das Verhältnis von Feinstoffen zu Fasern der entscheidende Faktor für viele Papiereigenschaften ist. Somit hat neben der Qualität des Feinstoffs auch die Menge eine entscheidende Bedeutung. Mit zunehmendem Feinstoffanteil steigt zunächst die Reißlänge bis zu einem Grenzzustand an. Hier sind alle freien Stellen zwischen den Fasern mit Feinstoffen ausgefüllt.

Später beschrieben auch Luukko, Nieminen und Retulainen, Bäckström et al. und Hucke, dass gewisse Eigenschaften von Laborblättern wie Bruchkraft in Form der Reißlänge oder auch die Weiterreißarbeit sich durch Feinstoffzugabe verändern. Im Gegensatz zu Brecht und Klemm zeigten Luukko und Paulapuro eine höhere Zunahme der Zugfestigkeit und Blattdichte durch fibrillenreichen Feinstoff als durch plättchenförmigen Feinstoff wie in TMP.

Studien zu gebleichtem Zellstoff zeigen, dass primäre und sekundäre Feinstoffe sich unterschiedlich auf die mechanischen Festigkeiten im Papier auswirken. Bei einem definierten Feinstoffanteil steigern sekundäre Feinstoffe die Zugbeanspruchung mehr als primärer. Dazu wird das Bruchlastverhalten durch primären Feinstoff verschlechtert. Es wird vermutet, dass festigkeitssteigernde Fähigkeiten der sekundären Feinstoffe auf deren größere hydrodynamische Oberfläche zurückzuführen ist. Dadurch diese Verdichtung des Blattes wird die Festigkeitserhöhung durch Spannungskonzentrationsreduzierung und gleichmäßigere Verteilung durch die Anwesenheit von Feinstoffen im Papier erzielt. Kibblewhite fand heraus, dass die Qualität sowie Quantität von Feinstoffen verhältnismäßig geringe Auswirkungen auf die Zugfestigkeiten hat, sondern sehr stark das Entwässerungsverhalten beeinflusst. Retulainen et al. zeigte in einer Studie mit Feinstoffen aus unterschiedlichen Mahleinstellungen, durch Zugabe dieser zu einem Referenzstoff, selbiges. Prüfungen auf mechanische Eigenschaften zeigten keinen signifikanten Einfluss auf die Zugbeanspruchung der Laborblätter.

2.9.2 Optische Eigenschaften

Für viele Anwendungen soll Papier gute Werte für Opazität und Weiße liefern. Um diese Größen mathematisch zu erfassen kann die Kubelka-Munk Theorie herangezogen werden, berechnet mit dem Adsorptions- und Streukoeffizienten. Letzterer ist eine Messgröße, die den an der Faseroberfläche durchgehenden Anteil des einfallenden Licht an beispielsweise nichtgebundenen Stellen, da Licht nur an Phasengrenzen gestreut wird, erfasst. Dieser hängt somit größtenteils von der Faserfraktion ab. Das Hinzugeben von Feinstoffen aus Holzstoff verringert diesen Wert, der nur von der Menge abhängt. Rundöf berichtet von abnehmenden Werten bei bis zu 40 % Feinstoff. Für höhere Feinstoffmengen konnte die Theorie, dass das Verhältnis von Fibrils und Flakes entscheidend für die Abnahme des Lichtstreukoeffizienten ist, bestätigt werden. Bei typischen Feinstoffmengen im Zellstoff, die einen hohen Anteil an fibrillärem Material aufweisen, der zur Abnahme des Lichtstreukoeffizienten führt, konnte kein großer Einfluss auf die optischen Eigenschaften im Papier nachgewiesen werden.

Um bessere Weiße-Werte zu erhalten werden Holzstoffe oftmals mit Hydrogenperoxid gebleicht. Umso höher der Feinstoffgehalt, desto weniger effektiv ist dies bei TMP und GW-Stoff. Dieser Nachteil kann teilweise durch bessere Lichtstreuung kompensiert werden. Durch den höheren Gehalt an Metallionen und Extraktstoffen benötigen Feinstoffe größere Mengen an Bleichchemikalie verglichen mit der Faserfraktion.

C. METHODEN

3. Morphologische Fibertester-Messungen

Die folgenden Parameter sind entweder Messdaten oder Kennzahlen aus solchen, die allesamt mit dem Fibertester FT+ ermittelt werden.

3.1 Faserparameter

Die Morphologie der Gesamtstoffe wird in Hinblick auf die Faserform (Curl, Kink), Coarseness, Fibrillenumfang sowie der mittleren Faserlänge untersucht.

3.1.1 Faserlänge

Allgemein versteht man unter der Faserlänge entweder die Länge der Kontur L oder der Projektion l der Faser von einem Endpunkt zum anderen (*Abbildung 12*).

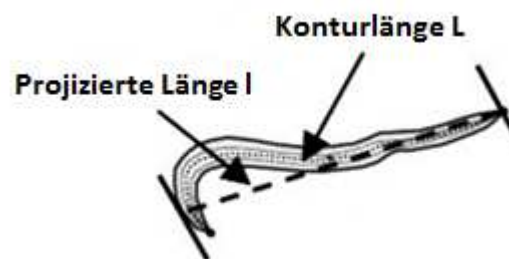


Abbildung 12: Definition der Konturlänge und der projizierten Länge.

3.1.2 Fasercurl

Der Fasercurl beschreibt die Krümmung der Faser. Nach Jordan et al. [38] wird der Curl [%] aus der echten und projizierten Länge gebildet (1).

$$Curl = \left(\frac{L}{l} - 1 \right) \cdot 100 \quad (1)$$

L ... "echte" Faserlänge [mm]

l ...projizierte Faserlänge [mm]

3.1.3 Coarseness

Die Coarseness [$\mu\text{g}/\text{m}$] gibt Auskunft über den Einfluss der Fasersteifigkeit sowie des Faserkollaps und wird aus der Trockenmasse der vermessenen Fasern sowie der gesamten Länge der Fasern gebildet (2).

Es ist darauf zu achten, dass auch der Feinstoff bei der Analyse mit erfasst wird, wodurch nicht immer direkt auf die Faserwanddicke geschlossen werden kann. Zudem muss die exakte Probenmenge ermittelt werden um die Coarseness auf den „richtigen“ Wert zu korrigieren.

$$\text{Coarseness} = \frac{m_{\text{Probe}}}{\sum L} \quad (2)$$

m_{Probe} ... Masse der vermessenen Fasern

3.1.4 Kink

Ein Kink oder auf Deutsch Knick wird durch Beschädigungen an der Faser herbeigeführt. Kibblewhite u. Brookes [39] definieren den Kink [-] nach Gleichung 3.

$$\text{Kink} = \frac{2n_{(21-45^\circ)} + 3n_{(46-90^\circ)} + 4n_{(91-180^\circ)}}{\sum L} \quad (3)$$

n_i ... Knickanzahl der Klasse i

3.1.5 Längengewichtete mittlere Faserlänge

Die Berechnung der längengewichteten (LW) mittleren Faserlänge L_L [mm] erfolgt anhand der Anzahl und Länge der Fasern in der jeweiligen Klasse i (4).

$$L_L = \frac{\sum(n_i \cdot L_i^2)}{\sum(n_i \cdot L_i)} \quad (4)$$

n_i ... Faseranzahl der Klasse i

L_i ... Faserlänge der Klasse i

3.1.6 Fibrillenumfang

Unter dem Fibrillenumfang [%] versteht man einen Fibrillierungs-Index, der die Faser ohne und mit Fibrillen betrachtet und auf Basis der sich daraus ergebenden unterschiedlichen Umfänge berechnet wird.

3.2 Feinstoffcharakterisierung

Neben dem äquivalenten Durchmesser wird der Feinstoff durch eine von Mayr u. Meitinger eingeführten Kennzahl, dem Quellbaren Anteil [40], charakterisiert.

3.2.1 Flächenäquivalenter Durchmesser

Aus der mittleren Fläche aller erfassten Feinstoffteilchen A [mm^2] wird der Flächenäquivalente Durchmesser nach (5) berechnet.

$$\text{Flächenäquivalente Durchmesser} = \sqrt{\frac{4 \cdot A}{\pi}} \quad (5)$$

3.2.2 Feinstoffgehalt mit FT+

Der mit dem Fibertester ermittelte Feinstoffgehalt ist volumenbezogen (Feinstoff Grenze_Volumen). Die Trenngrenze für Feinstoffe liegt bei 200 μm .

3.2.3 Quellbarer Anteil

Beim Quellbaren Anteil [%] handelt es sich ausschließlich um eine Größe zur Charakterisierung des Feinstoffs. Damit wird hier jenes Material in der Faserstoffsuspension bezeichnet, welches nicht mit dem Fibertester detektiert werden kann. Dies hat nichts mit der Größe der Teilchen oder gar der Auflösung sondern nur mit der Quellung und dem damit verbundenen Kontrastverlust, wodurch diese Partikel transparent werden, zu tun. Durch diese Abnahme an detektiertem Faserstoff AdM_x [$\text{mm}^2/\text{g}\cdot\text{s}$] gegenüber dem Referenzwert von 8,3 [$\text{mm}^2/(\text{g}\cdot\text{s})$] des ungemahlten Stoffs kann diese Kennzahl nach Gleichung (6) bestimmt werden.

$$\text{Quellbarer Anteil} = \left(\frac{AdM_{Reference}}{AdM_x} - 1 \right) \cdot 100 \quad (6)$$

Neben der Feinstoffgesamtfläche $A_{Feinstoff}$ [mm^2] werden die mit 200 [s] konstant gehaltene Messdauer t_m [s] und Trockenprobemenge $m_{Feinstoff}$ [g] benötigt (7).

$$AdM_x = \left(\frac{A_{Feinstoff}}{t_m \cdot m_{Feinstoff}} \right) \quad (7)$$

Es handelt sich somit um ein direktes Maß für die Zunahme an fibrilliertem Material. Der Quellbare Anteil steigt mit zunehmender Mahlenergie an, womit sich auch der Anstieg durch die Mahlung erklären lässt.

4. Zellstoff-Prüfungen

4.1 Mahlgrad nach Schopper-Riegler

Eine gängige Methode um das Entwässerungsverhalten einer Stoffsuspension zu ermitteln ist die Messung des Mahlgrads, auch Freeness genannt. Dazu werden zwei unterschiedliche Messapparaturen - die einander sehr ähnlich sind - verwendet, die Canadian Standard Freeness (CSF) und der Schopper-Riegler (SR). Bei beiden Verfahren bilden die Fasern in der Suspension auf einem Sieb im Zuge der Entwässerung einen Filterkuchen. Je dicker die Fasermatte, desto größer ist der Entwässerungswiderstand. Neben der Höhe ist dieser Vorgang stark von Feinstoffanteil, Filterkuchenporosität und Wasserqualität abhängig. Solange das Wasser schnell abläuft, die Geschwindigkeit beträgt zumindest 250 mL/min, gelangt es vorzugsweise durch die große Öffnung auf der Seite, ansonsten ausschließlich durch die feine an der Unterseite. Umso weniger Wasser durch die seitliche Öffnung gelangt, desto langsamer entwässert der Filterkuchen. Nach EN ISO 5267-1 ist diese Menge das direkte Maß der Entwässerbarkeit in SR (8).

$$SR = \frac{1000 \text{ mL-schnell ablaufende mL}}{10} \quad (8)$$

Eine schlechte Entwässerbarkeit des Faserstoffes liefert somit hohe SR-Werte. Der Messbereich liegt bei 14 - 90 SR, Wasser alleine liefert einen Wert von 4.

4.2 Wasserrückhaltevermögen

Um das im Faserstoff gebundene Wasser zu erfassen wird nach der Methode ISO 23714 das Wasserrückhaltevermögen oder der „WRV-Wert“ bestimmt. Es handelt sich somit um ein Maß für die Quellfähigkeit, das sowohl mit dem Mahlungsverhalten, den Festigkeits- als auch den optischen Eigenschaften der Probe korreliert. Der WRV-Wert errechnet sich nach Gleichung (9).

$$WRV = \frac{\text{Feuchtgewicht}}{\text{Trockengewicht}} - 1 \quad (9)$$

Mit zunehmender Mahlung steigt auch der WRV und erlaubt Rückschlüsse auf die Entwässerung in der Presse. Umso höher er ist, desto schwieriger ist die mechanische Entfernung von Wasser. Anhand des WRV-Wertes kann der Mahlungszustand von Stoffen mit gleichem SR differenziert werden.

4.2.1 WRV-Berechnung für Faser und Feinstoff

Nach Mayr et al. [41] kann der WRV-Wert für Feinstoffe und Fasern durch Annahme eines linearen Zusammenhangs (*Abbildung 13*) bestimmt werden.

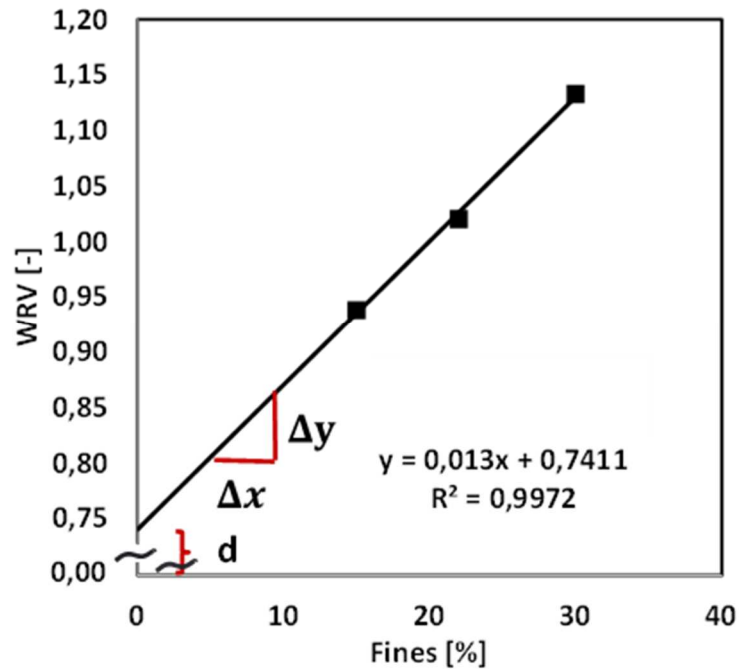


Abbildung 13: Schematische Darstellung der WRV-Bestimmung für einzelne Fraktionen.

Durch Bildung von Mischungen aus Fasern unter Zugabe von 5, 10 und 15% Feinstoff kann durch Messung des jeweiligen WRV's eine Ausgleichsgerade in linearer Form (10) gefunden werden.

$$y(x) = k \cdot x + d \quad (10)$$

Daraus ergibt sich sowohl für die Faser (11) als auch für den Feinstoff (12) der WRV-Wert über die Steigung und den y-Achsenabschnitt.

$$x \rightarrow 0 : \quad WRV_{Pulp} = d \equiv WRV_{Fa} \quad (11)$$

$$x \rightarrow 100 : \quad WRV_{Pulp} = k \cdot 100 + d \equiv WRV_{Fe} \quad (12)$$

Gleichung 13 zeigt den Zusammenhang von Messung und Berechnung.

$$WRV_{Pulp} = WRV_{Fa} \cdot (1 - w_{Fe}) + WRV_{Fe} \cdot w_{Fe} \quad (13)$$

Als Beispiel der WRV-Berechnung soll dies für eine Mischung aus SBK 200-0,79 Fasern mit SBK 150-1,02 Feinstoff erfolgen (*Tabelle 2*).

Tabelle 2: WRV-Werte für Mischungen aus SBK 200-0,79 Fasern mit SBK 150-1,02 Feinstoff.

Feinstoff [%]	EW [g]	AW [g]	WRV [g/g]	MW [g/g]
5	5,560	2,634	1,111	1,111
5	5,521	2,615	1,111	
10	5,834	2,551	1,287	1,288
10	5,94	2,595	1,289	
15	6,502	2,649	1,455	1,454
15	6,411	2,612	1,454	

Durch Bildung der Ausgleichsgeraden mit den 3 gemittelten WRV-Werten bei 5, 10 und 15% Feinstoffzugabe (*Abbildung 14*) ergibt sich nach (10) die Form

$$y(x) = 0,0343 \cdot x + 0,9411$$

Ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,9997$ bestätigt das lineare Regressionsmodell.

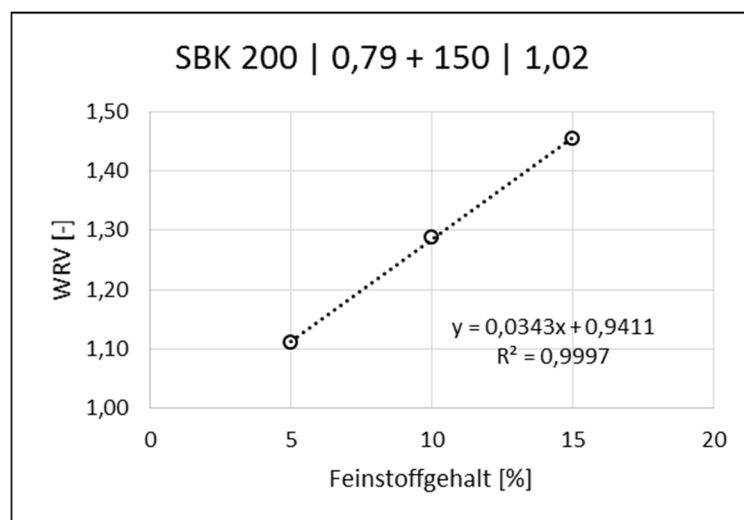


Abbildung 14: Ausgleichsgerade zur WRV-Berechnung.

Nach *Gleichung 11* und *Gleichung 12* ergibt sich für Faser sowie Feinstoff:

$$WRV_{Fa}(SBK\ 200 - 0,79) = 0,941$$

$$WRV_{Fe}(SBK\ 150 - 1,02) = 4,371$$

4.3 Feinstoffgehalt mit BDDJ

Mit dem BDDJ wird der Feinstoffgehalt als Massenanteil der Stoffprobe ermittelt. Dabei werden 2,5 g trocken in einem gerührten Probenhalter mit ca. 4,5 L deionisiertem Wasser über einem 200 Mesh-Siebeinsatz ausgewaschen bis nur noch der Faser-Filterkuchen zurückbleibt. Fasern und die im Filtrat befindlichen Feinstoffe werden über einem Filter abgesaugt, getrocknet und im Trockenschrank ausgewogen. Der Feinstoffgehalt BDDJ [%] errechnet sich nach *Gleichung 14*.

$$\text{Feinstoffgehalt} = \frac{m_{\text{Feinstoff}}}{m_{\text{Feinstoff}} + m_{\text{Faser}}} \cdot 100 \quad (14)$$

4.4 Zetapotential

Unter Zetapotential versteht man allgemein das elektrische Potential an der Oberfläche eines Partikels in einem Dispersionsmedium. In Flüssigkeiten lagern sich aufgrund der Ladung von Teilchen (bei Fasern negativ) an der Oberfläche Gegenionen an. Mit zunehmendem Abstand verringert sich die Bindekraft. Die erste, relativ fest bindende Schicht bezeichnet man als Stern-Schicht, gefolgt von einer eher locker bindenden. Zwischen diesen beiden Schichten, an der sogenannten Scherfläche, wird das Zetapotential in mV gemessen. Es dient somit der Erfassung der Interaktion geladener Partikel miteinander. Große Werte signalisieren eine hohe Stabilität der Dispersion und umso wahrscheinlicher ist eine Agglomeration, wohingegen bei geringem Potential die Anziehung überwiegt und es zur Flockenbildung kommen kann. Es ist der Hauptindikator zur Bestimmung der Stabilität einer kolloidalen Dispersion.

4.4.1 Messung bei Faser und Feinstoff

Um bei der Messung des Zetapotentials unterschiedlicher Stoffmischungen ein vergleichbares Ergebnis zu erhalten müssen neben der Stoffdichte auch pH-Wert und Leitfähigkeit auf einen vorgegebenen Wert hin eingestellt werden, da das Zeta-Potential mit zunehmender Ionenkonzentration im Wasser ansteigt.

Zur Messung des Zeta-Potentials der Fasern mit dem Müttek™ System Zeta Potential SZP 04 werden 5 g trocken mit deionisiertem Wasser auf 500 mL zu einer Suspension mit 1% SD verdünnt. Die Leitfähigkeit wird mit NaCl auf 300 $\mu\text{S}/\text{cm}$ und der pH-Wert mit NaHCO_3 auf 8 eingestellt. Beim Feinstoff wird aus 2 g trocken eine Suspension mit $\text{LF} = 320 \mu\text{S}/\text{cm}$ und $\text{pH} = 8$ hergestellt. Zusätzlich wird auf der Innenseite der Siebelektrode eine Membran aus Polyamid angebracht um die Feinstoffe dort zurück zu halten.

5. Papierprüfungen

5.1 Oberflächeneigenschaften

5.1.1 Flächengewicht

Bezieht man die Masse des Papiers [g] auf dessen Fläche [m²] erhält man nach EN ISO 536 die Grammat, auch Flächengewicht oder Flächenbezogene Masse FbM [g/m²] genannt (15). Nach Rapid-Köthen sind Laborblätter 0,0317 [m²] groß.

$$FbM = \frac{Masse}{Fläche} \quad (15)$$

Die Grammat ist die gebräuchlichste Charakteristik von Papier, speziell bei geringen Werten werden die physikalischen Eigenschaften bei gleichbleibender Zusammensetzung stark beeinflusst.

5.1.2 Dicke

Neben der Grammat stellt die Dicke d [µm] eine fundamentale Größe für Papiereigenschaften dar. Grundsätzlich kann diese auf zwei Arten ermittelt werden. Zum einen mit der hier verwendeten Einzelblattmessung nach EN ISO 534 und zum anderen durch die Dickemessung im Stapel. Besonders bei Einzelblättern kann die Messung durch Unebenheiten im Papier fehlerbehaftet sein. Diese etwas überschätzte, scheinbare Dicke durch die Messung mit Metallplatten ist die Standardgröße für Papier.

5.1.3 Dichte und spezifisches Volumen

Bei Papier variiert die Dichte ρ zwischen 200 und 1400 kg/m³. Vor allem die Faserart, aber auch alle papierverarbeitenden Schritte wie Pressen, Mahlen oder Trocknen beeinflussen diesen Wert. Reine Zellulose (Faserwand) hat beispielsweise einen Wert von ca. 1500 kg/m³. Mathematisch errechnet sich die Dichte des Papiers (16) aus dem Verhältnis der Grammat FbM zur Dicke d .

$$\rho = \frac{FbM}{d} \quad (16)$$

Durch Bildung des Kehrwerts erhält man den Raumbedarf von einem Gramm Papier. Dieser wird als spezifisches Volumen [cm³/g] oder *Bulk* bezeichnet (17).

$$Bulk = \frac{1}{\rho} \quad (17)$$

5.1.4 Luftdurchlässigkeit

Bei der Luftdurchlässigkeitsmessung nach Bendtsen (ISO 5636-3) wird der ringförmige Messkopf auf die Probe gesenkt um den Luftvolumenstrom [mL/min] bei einem Überdruck von 1,47 kPa durch die Prüffläche von 10 cm² zu erfassen.

5.2 Mechanische Eigenschaften

5.2.1 Zugfestigkeit

Die Zugfestigkeit des Papiers wird durch die Festigkeiten der Einzelfasern in stark gebundenen Netzwerken sowie jener der Faser-Faser Bindungen bei weniger stark gebundenen Blättern. Durch das Anlegen von externen Kräften, die als Scherkräfte auf die Fasern übertragen werden kommt es beim Kraftmaximum zum Versagen der Faserverbindungen. Mit der Zugprüfung nach EN ISO 1924-2 werden neben dem Bruchkraftindex auch die Dehnung, E-Modul sowie der Arbeitsaufnahmevermögen-Index erfasst. Bei der Messung ist darauf zu achten, dass die freie Einspannlänge der Probestreifen ausreichend groß ist um die Blattfestigkeit zu erfassen. Durch die Heterogenität des Papiers steigt mit zunehmender Länge die Wahrscheinlichkeit einer Schwachstelle. Zudem hat die Zerreißdauer aufgrund des viskoelastischen Verhaltens von Papier einen Einfluss auf die gemessene Zugfestigkeit.

5.2.2 Spaltfestigkeit

Mit dem Scott-Bond Tester kann Papier nach TAPPI T569 pm-00 auf seine Spaltfestigkeit hin untersucht werden. Dabei wird ein Papierstreifen mit einem Zoll Breite mit einem doppelseitigen Klebeband zwischen einer glatten Metallplatte und einem Aluminium-Winkel fixiert. Anhand des Pendelausschlags kann die Energie erfasst werden, die notwendig ist, um die Probe aufzuspalten. Ermittelt wird somit der Widerstand des Papiers gegen Delaminierung. Darunter versteht man ein makroskopisches Faserbindungsversagen in der z-Richtung. Die Delaminierung kann durch normale und Scherbelastung außerhalb der Ebene und Kombinationen derselben verursacht werden. Abhängig von der eingesetzten Faserart und der Bindungsstärke kommt es zu mehr oder weniger guter Vernetzung in z-Richtung.

5.2.3 Durchreißwiderstand

Der Durchreißwiderstand nach Elmendorf (EN ISO 1974) ist der Widerstand einer senkrecht zur Papierebene eingeschnittenen Papierprobe gegen Weiterreißen über eine definierte Strecke. Aus der Schwungweite des Pendels wird die beim Zerreißen der eingeschnittenen Probe aufgewendete Energie bestimmt. Die gemessene Größe wird von der Faserlänge, der Faserorientierung, den Einzelfaserfestigkeiten sowie der Anzahl an Faserverbindungen (RBA) beeinflusst.

5.3 Optische Eigenschaften

5.3.1 Opazität

Darunter versteht man das Gegenteil von Transparenz. Es ist ein Maß für die Undurchsichtigkeit des Papiers (18). Gemessen wird nach DIN 53146 die Reflexion am Einzelblatt über einem definierten Schwarzstandard R_0 und am Stapel R_∞ .

$$\text{Opazität} = \frac{R_0}{R_\infty} \cdot 100 \quad (18)$$

Bei der Theorie nach Kubelka-Munk (*Formeln siehe 5.3.2*) geht man von einem homogenen Blatt mit zufällig verteilten Partikeln, die Licht streuen und absorbieren, aus. Vereinfachend werden die Lichtstrahlen als eindimensional angesehen.

5.3.2 Lichtstreuungs- und Absorptionskoeffizient

Aufgrund der Heterogenität von Papier hängen der Absorptionskoeffizient K und der Lichtstreuungskoeffizient S stark von den Blattbildungsbedingungen ab. Dazu zählen u.a. die Herkunft des Faserstoffs sowie die Mahlung, aber auch der Einfluss von Füllstoff. Alleine die Grammaturn verändert K erheblich. Durch die Messung von R_0 und R_∞ am Stapel kann S aus *Gleichung 19* sowie K aus *Gleichung 20* errechnet werden.

$$S = \frac{1}{FbM} \cdot \frac{1}{\frac{1}{R_\infty} - R_\infty} \cdot \ln \left(\frac{1 - R_0 \cdot R_\infty}{1 - \frac{R_0}{R_\infty}} \right) \quad (19)$$

$$K = \frac{(1 - R_\infty)^2}{2 \cdot R_\infty} \cdot S \quad (20)$$

Allgemein lässt sich feststellen, dass S bei Holzschliff höher als bei Zellstoff ist. Bei ungebleichtem Sulfatzellstoff ist K signifikant größer als bei Sulfitzellstoff.

6. Datenanalyse

6.1 Statistische Versuchsplanung

6.1.1 Beschreibung der Datenmatrix

Die Datenmatrix (*Abbildung 15*) besteht aus den Faktoren Feinstoff und Faser. Faktor X sind zehn unterschiedliche Feinstoffe (1-10), beim Faktor Y handelt es sich um vier verschiedene Fasern (1-4). Beide Faktoren haben einen signifikanten Einfluss auf die Messwerte x_i . Fehlende Messwerte (Missing Values) werden in der entsprechenden Zelle der Matrix leer gelassen.

		Feinstoff X									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Faser Y	1	x_1	x_2	x_3	x_4	x_5	x_6	x_7	x_8	x_9	x_{10}
	2	x_{11}	x_{12}	x_{13}	x_{14}	x_{15}	x_{16}	x_{17}	x_{18}	x_{19}	x_{20}
	3	x_{21}	x_{22}	x_{23}	x_{24}	x_{25}	x_{26}	x_{27}	x_{28}	x_{29}	x_{30}
	4	x_{31}	x_{32}	x_{33}	x_{34}	x_{35}	x_{36}	x_{37}	x_{38}	x_{39}	x_{40}

Abbildung 15: Datenmatrix mit den Faktoren Feinstoff und Faser.

Diese sogenannte Basismatrix wird in weiterer Folge mit Hilfe einer selbst programmierten Datenaufbereitungsroutine im ersten Durchlauf vollständig zur Datenmatrix ergänzt. Unter Zuhilfenahme der Routine werden die Messwerte x_i im zweiten Run gemittelt.

6.2 Datenaufbereitungsroutine

Um den Einfluss der Faser auf den Messwert x_i zu ermitteln, wird der Faktor Feinstoff konstant gehalten. D.h. es werden zuerst in der 4 x 4 Fasermatrix die mittleren Differenzen Δ_i aller Werte der Zeilen Y1 bis 4 berechnet (*Abbildung 16*).

		Faser			
		1	2	3	4
Faser	1	0	$-\Delta_1$	$-\Delta_2$	$-\Delta_3$
	2	Δ_1	0	$-\Delta_4$	$-\Delta_5$
	3	Δ_2	Δ_4	0	$-\Delta_6$
	4	Δ_3	Δ_5	Δ_6	0

Abbildung 16: Fasermatrix mit den mittleren Differenzen Δ_i aller Werte der Fasern.

Analog zur Fasermatrix wird die 10 x 10 Feinstoffmatrix (*Abbildung 17*) aus den mittleren Differenzen der Spalten X1 bis 10 bestimmt.

		Feinstoff									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Feinstoff	1	0	$-\Delta_1$	$-\Delta_2$	$-\Delta_3$	$-\Delta_4$	$-\Delta_5$	$-\Delta_6$	$-\Delta_7$	$-\Delta_8$	$-\Delta_9$
	2	Δ_1	0	$-\Delta_{10}$	$-\Delta_{11}$	$-\Delta_{12}$	$-\Delta_{13}$	$-\Delta_{14}$	$-\Delta_{15}$	$-\Delta_{16}$	$-\Delta_{17}$
	3	Δ_2	Δ_{10}	0	$-\Delta_{18}$	$-\Delta_{19}$	$-\Delta_{20}$	$-\Delta_{21}$	$-\Delta_{22}$	$-\Delta_{23}$	$-\Delta_{24}$
	4	Δ_3	Δ_{11}	Δ_{18}	0	$-\Delta_{25}$	$-\Delta_{26}$	$-\Delta_{27}$	$-\Delta_{28}$	$-\Delta_{29}$	$-\Delta_{30}$
	5	Δ_4	Δ_{12}	Δ_{19}	Δ_{25}	0	$-\Delta_{31}$	$-\Delta_{32}$	$-\Delta_{33}$	$-\Delta_{34}$	$-\Delta_{35}$
	6	Δ_5	Δ_{13}	Δ_{20}	Δ_{26}	Δ_{31}	0	$-\Delta_{36}$	$-\Delta_{37}$	$-\Delta_{38}$	$-\Delta_{39}$
	7	Δ_6	Δ_{14}	Δ_{21}	Δ_{27}	Δ_{32}	Δ_{36}	0	$-\Delta_{40}$	$-\Delta_{41}$	$-\Delta_{42}$
	8	Δ_7	Δ_{15}	Δ_{22}	Δ_{28}	Δ_{33}	Δ_{37}	Δ_{40}	0	$-\Delta_{43}$	$-\Delta_{44}$
	9	Δ_8	Δ_{16}	Δ_{23}	Δ_{29}	Δ_{34}	Δ_{38}	Δ_{41}	Δ_{43}	0	$-\Delta_{45}$
	10	Δ_9	Δ_{17}	Δ_{24}	Δ_{30}	Δ_{35}	Δ_{39}	Δ_{42}	Δ_{44}	Δ_{45}	0

Abbildung 17: Feinstoffmatrix analog zur Fasermatrix.

Anschließend werden diese mittleren Differenzen Δ_i einzeln zu den jeweiligen Messwerten x_i eines Faktors addiert. Beispielsweise werden die Messwerte der ersten Spalte der Datenmatrix (x_1, x_{11}, x_{21} und x_{31}) jeweils mit den mittleren Differenzen der ersten Zeile der Feinstoffmatrix addiert, die zweite Spalte der Datenmatrix jeweils mit der zweiten Zeile der Feinstoffmatrix usw. Abschließend werden die Werte aufsummiert und durch die jeweilige Anzahl dividiert, wodurch sich die vollständige Datenmatrix ergibt. Diese Werte stellen die Ausgangswerte für die nachfolgende Mittelung dar, bei der das Programm erneut gestartet wird.

6.2.1 Allgemeines Anwendungsbeispiel

Um die Funktion der Datenaufbereitungsroutine schematisch zu erläutern soll das folgende Beispiel dienen. Die Messwerte x_i aller Stoffmischungen der Faser 1 bzw. 2 mit den Feinstoffen 1, 2, 3, 5, 6, 8 und 10 werden in die Basismatrix eingetragen (*Abbildung 18*).

		Feinstoff									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Faser	1	x_1	x_2	x_3		x_5	x_6		x_8		x_{10}
	2	x_{11}	x_{12}	x_{13}		x_{15}	x_{16}		x_{18}		x_{20}

Abbildung 18: Beispiel einer verkleinerten 2x10 Basismatrix.

Der Verlauf dieser gemessenen Werte wird in *Abbildung 19* veranschaulicht. Dabei zeigt sich eine ähnliche Entwicklung, die einzig einen Niveauunterschied, bedingt durch die Faser, erkennen lässt. Auf Basis der Beobachtungen in der Voruntersuchung wird angenommen, dass sich der Feinstoff systematisch ähnlich verhält und somit keine wesentlichen Interaktionen mit der Faser auftreten.

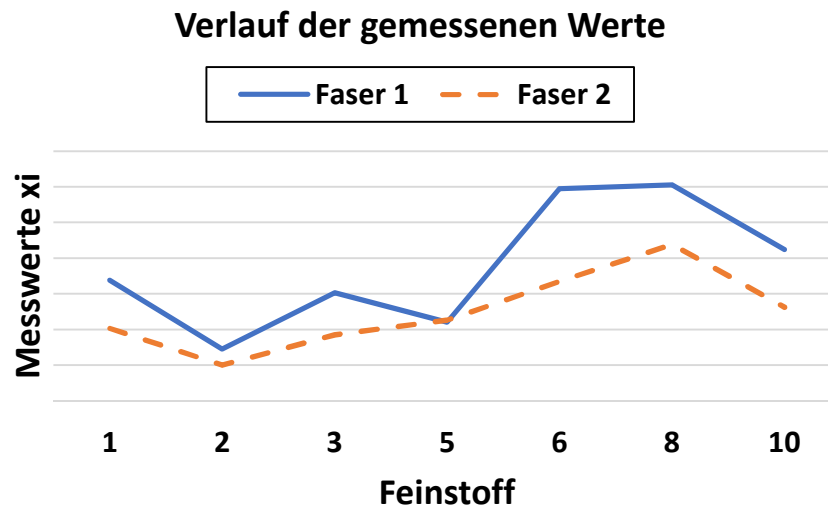


Abbildung 19: Verlauf der gemessenen Werte x_i aus der 2×10 Matrix.

Durch die Glättung über mehrere Faserkurven (*Abbildung 20*) wird der Einfluss des Feinstoffes gemittelt um die Qualität untereinander vergleichen zu können. Die Messwerte werden mit der Datenaufbereitungsroutine so angeglichen, dass sich die durchschnittliche Veränderung der Messgröße bedingt durch den Faktor Faser abschätzen lässt.

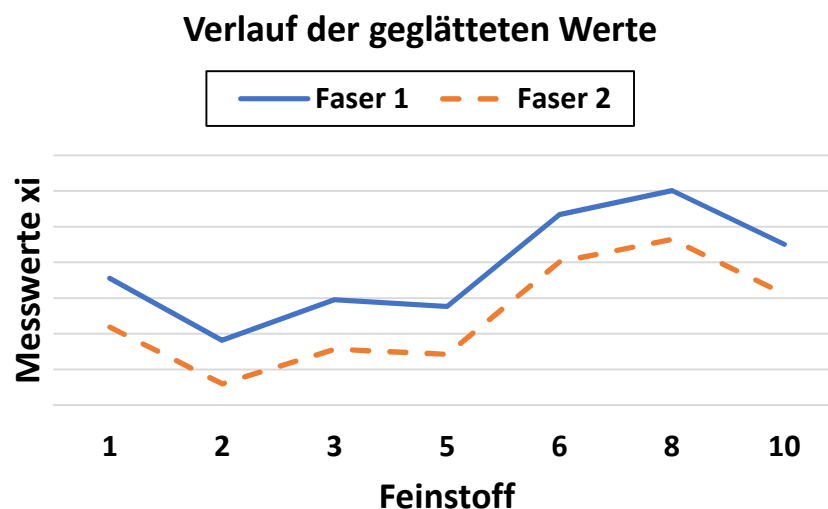


Abbildung 20: Verlauf der geglätteten Werte x_i .

6.2.2 Darstellung der Ergebnisse

Um die geglätteten Werte x_i untereinander vergleichen zu können wird eine Referenz gewählt. Diese setzt man für jede Eigenschaft (Messwert) auf den Wert 1, die weiteren Werte sind prozentmäßig darauf bezogen (*Abbildung 21*).

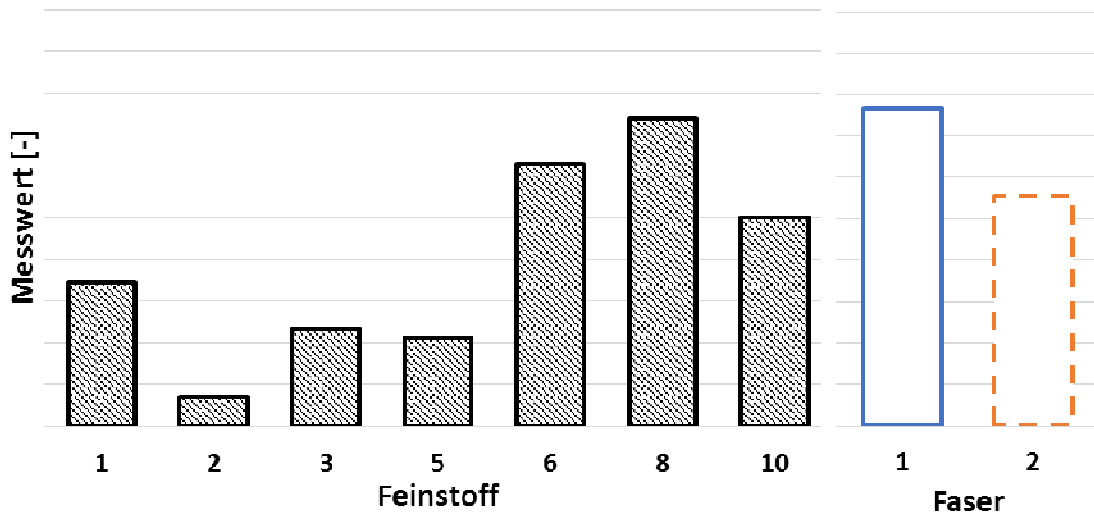


Abbildung 21: Darstellung der normierten Messwerte. Die Feinstoffe 1 bis 10 sind schraffiert, die Fasern ohne Musterfüllung dargestellt. Alle Werte werden auf den Feinstoff 10 bezogen.

D. EXPERIMENTELLER TEIL

7. Voruntersuchung

Im Zuge der Voruntersuchung wird einerseits der Einfluss von Feinstoff auf die Stoff- und Papiereigenschaften untersucht. Letztere werden sowohl gepresst als auch ungepresst untersucht um einen etwaigen Unterschied zwischen mechanischer Verdichtung u. jener aufgrund von Kapillarkräften auszumachen. Andererseits soll ein unterschiedlicher Effekt von primärem und sekundärem Feinstoff auf die Ergebnisse festgestellt werden können um das Potential einer Hauptuntersuchung mit dem Ziel der Variation von Feinstoff durch die Mahlung aufzuzeigen.

7.1 Durchführung

Zur Erfassung des Feinstoffeinflusses werden in 12 Versuchen je acht ungepresste (s) sowie mit 150 bar für 90 s gepresste (p) Blätter mit verschiedenen Mischungen aus jeweils 91% Fasern und insgesamt 9% Feinstoff, primärer und sekundärer Art, hergestellt (*Abbildung 22*). Zusätzlich werden zwei Zellstoffe unterschiedlicher Herkunft eingesetzt. Beim SBK handelt es sich um einen Sulfatzellstoff, ECO-Zellstoff entstammt dem Sulfitprozess. Der primäre Feinstoff wurde von ungemahlenem Zellstoff abgetrennt, der sekundäre nach industrieller Mahlung wodurch auch primärer Feinstoff enthalten ist. Es wird das Verhältnis der Feinstoffe variiert um Veränderungen in den Papiereigenschaften zu erzielen.

Versuch	Faser		Feinstoff			
			primär		sekundär	
	SBK	ECO	SBK	ECO	SBK	ECO
1	91		0		9	
2	91		2		7	
3	91		4		5	
4	91			0		9
5	91			2		7
6	91			4		5
7		91	0		9	
8		91	2		7	
9		91	4		5	
10		91		0		9
11		91		2		7
12		91		4		5

Abbildung 22: Stoffsysteme der Voruntersuchung.

7.2 Auswertung

Die Ergebnisse der Stoff- und Papierprüfungen werden in „Faserlinien“ sowie „Feinstofflinien“ abgebildet. D.h. es werden Mischungen aus einer bestimmten Faserart mit unterschiedlichen Feinstoffen auf einer Faserlinie dargestellt. Bei der Feinstofflinie tritt der umgekehrte Fall ein, der Feinstoff gleicher Art wird auf dieser Linie kenntlich gemacht. Zur weiteren Erläuterung soll nachfolgend jeweils das Ergebnis der WRV-Messung dienen (*Abbildung 23*).

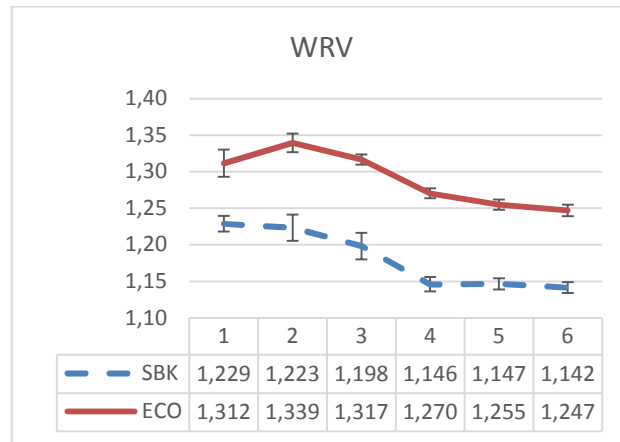


Abbildung 23: Darstellung der Faserlinie.

In *Tabelle 3* sind die für jeden Messpunkt eingesetzten Mischungen ersichtlich.

Tabelle 3: Zusammensetzung der Messpunkte bei der Faserlinie.

Faserlinie	91 [%] Fasern	[%] Feinstoff					
	Art	SBK			ECO		
SBK	primär	0	2	4	0	2	4
ECO	sekundär	9	7	5	9	7	5
	Messpunkt	1	2	3	4	5	6

Bei der roten Faserlinie handelt es sich um die Messergebnisse einer Mischung aus 91% ECO-Fasern mit unterschiedlichen Feinstoffen. Im ersten Messpunkt wurde 9% sekundärer SBK-Feinstoff zugegeben, beim zweiten war das Verhältnis 2% primärer, 7% sekundärer und der dritte Messpunkt 4% primär zu 5% sekundärer Feinstoff. Für die Ergebnisse 4 – 6 gilt dasselbe Verhältnis allerdings mit ECO-Feinstoffen. Im Gegensatz zur roten wurden diese Feinstoffverhältnisse bei der blauen Faserlinie der SBK-Faser zugegeben.

Tabelle 4 enthält die Stoffzusammensetzung für die in *Abbildung 24* ersichtliche Feinstofflinie. Die Messpunkte 1-3 sind aus SBK- und 4-6 aus ECO-Fasern.

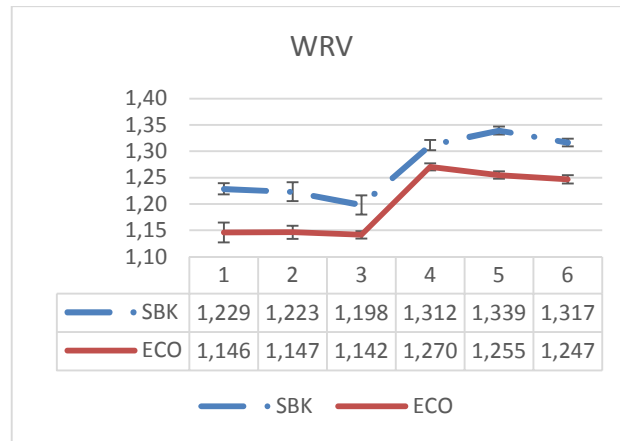


Abbildung 24: Darstellung der Feinstofflinie.

Tabelle 4: Zusammensetzung der Messpunkte bei der Feinstofflinie.

Feinstofflinie	[%] Feinstoff	91 [%] Fasern					
	Art	SBK			ECO		
SBK	primär	0	2	4	0	2	4
ECO	sekundär	9	7	5	9	7	5
	Messpunkt	1	2	3	4	5	6

Die Darstellungen aller Ergebnisse der Voruntersuchung sind im ANHANG A1. Voruntersuchung - Faserlinien sowie im ANHANG A2. Voruntersuchung - Feinstofflinien zu finden.

7.3 Erkenntnisse

Bei den Oberflächeneigenschaften kann beobachtet werden, dass etwa die Dichte rein von den Fasern abhängig ist. ECO-Fasern führen zu einem dichteren Blatt, durch das Pressen wird dieser Wert um etwa 10% erhöht. Betrachtet man die Ergebnisse der Luftdurchlässigkeitsmessung zeigt sich beim ECO-Zellstoff ein geringerer Wert bei der Faser, beim Feinstoff ist dieser grundsätzlich höher und steigt mit zunehmendem Primäranteil.

In Hinblick auf die optischen Eigenschaften erreicht man bezüglich der Faser bei der Opazität eine Trendumkehr durch das Pressen. Ungepresst liefert die SBK- und gepresst die ECO-Faser höhere Werte. Unabhängig von der Verdichtung ist die Opazität beim ECO-Feinstoff höher. Beim SBK-Feinstoff scheint es so, dass der primäre Anteil wesentlichen Einfluss auf das Ergebnis hat. Die Streuung ist bei der SBK-Faser besser, beim Feinstoff erreicht der ECO höhere Werte. Auf

der Faserseite beträgt die Differenz 2, beim Feinstoff 1 Punkt. Bei höheren Anteilen an primärem Feinstoff erhält man eine höhere Streuung. Durch den Pressvorgang bleibt der Verlauf gleich, einzig das Niveau verschiebt sich zu niedrigeren Werten. Beim Absorptionskoeffizienten liefern sowohl Faser als auch Feinstoff beim ECO höhere Werte. Der Fasereinfluss liegt bei ca. 6 Punkten, beim Feinstoff fast bei 2. Vor und nach dem Pressen kann der gleiche Verlauf beobachtet werden.

Ein Blick auf die mechanischen Eigenschaften zeigt folgendes: SBK-Faserstoff gibt einen höheren Bruchkraftindex unabhängig vom Pressen. Höhere Mengen an sekundärem Feinstoff führen zu besserer Bruchkraft. Die Qualität des Feinstoffs beeinflusst die Bruchkraft im gleichen Ausmaß wie die Qualität der Faser und das bei nur 9% Feinstoffanteil. Scott Bond zeigt bei der ECO-Faser sowie beim SBK-Feinstoff höhere Werte. Unabhängig von der Menge an sekundärem Feinstoff wird das Messergebnis vor Presse nur von der Art des Feinstoffs beeinflusst. Bei SBK-Feinstoff wird ein besserer Scott Bond nach dem Pressen bei Zugabe von 2% primärem Feinstoff erzielt, ein höherer Anteil verschlechtert diese Eigenschaft wieder. Bei der SBK-Faser liefert der Elmendorf höhere Werte. Ein Einfluss des Feinstoffs ist erst nach dem Pressen ersichtlich, der ECO-Feinstoff nimmt einen positiven Einfluss auf das Ergebnis.

7.4 Fazit

Die Versuche zeigen, dass sich die Qualität des Feinstoffes in den meisten Parametern als mitbestimmend erweist. Das lässt darauf schließen, dass das Setup der Versuche dazu geeignet ist den Einfluss des Feinstoffes auf die verschiedenen Blatteigenschaften zu untersuchen. Auch scheint ein Pressen der Blätter sinnvoll, da so der Effekt des Feinstoffes auf die Blattbildung selbst verringert wird und so eher der Einfluss im fertigen Blatt diskutiert werden kann. Aus diesem Grund werden im Zuge der Hauptuntersuchung bei der industriellen Mahlung zwei Parameter, die spezifische Kantenlast SEL sowie die Mahlergie SEC in einem weiten Bereich variiert um möglichst unterschiedliche Feinstoffqualitäten zu generieren.

8. Versuchsvorbereitung

8.1 Probenahme

Im Zuge des Hauptversuchs werden Proben nach der Mahlung mit unterschiedlichen Refinereinstellungen bei der Firma SAPPI in Gratkorn genommen.

8.1.1 Beschreibung der Stoffproben

Zwei Stoffe unterschiedlicher Herkunft sollen untersucht werden. Zum einen der vor Ort selbst erzeugte Sulfitzellstoff „*Ecocell*“ (ECO) und zum anderen ein zugekaufter Kraftzellstoff (SBK). Eine nähere Beschreibung der beiden Zellstoffproben ist in *Tabelle 5* ersichtlich.

Tabelle 5: Eigenschaften der untersuchten Stoffproben.

Bezeichnung	Faserstoff	Holzart	Konsistenz
SBK	Zellstoff, gebleicht	100% NBSK	ca. 4,2%
ECO	Zellstoff, gebleicht	90% Fichte, 10% Buche	ca. 4,2%

8.1.2 Ablauf der Probenahme

Nach der industriellen Mahlung werden die Stoffproben über eine Abzweigung mit Kugelhahn (näheres dazu im Kapitel *8.1.3 Konfiguration der Mahlaggregate*) in Zwischenbehälter geführt. Um die Lagerfähigkeit der genommenen Proben zu gewährleisten, werden diese mit einer Zentrifuge von ca. 4,2% auf etwa 30% Stoffdichte eingedickt und danach in den Kühlraum gegeben.

8.1.3 Konfiguration der Mahlaggregate

Als „Strang“ wird nachfolgend die Hintereinanderschaltung von Refinern bezeichnet. Von der Refinerbütte kommend wird der Stoff zum Zweck der Mahlung durch den Strang geführt. Den *Birkenstrang* bilden die Refiner 12 u. 13 (Abbildung 25).

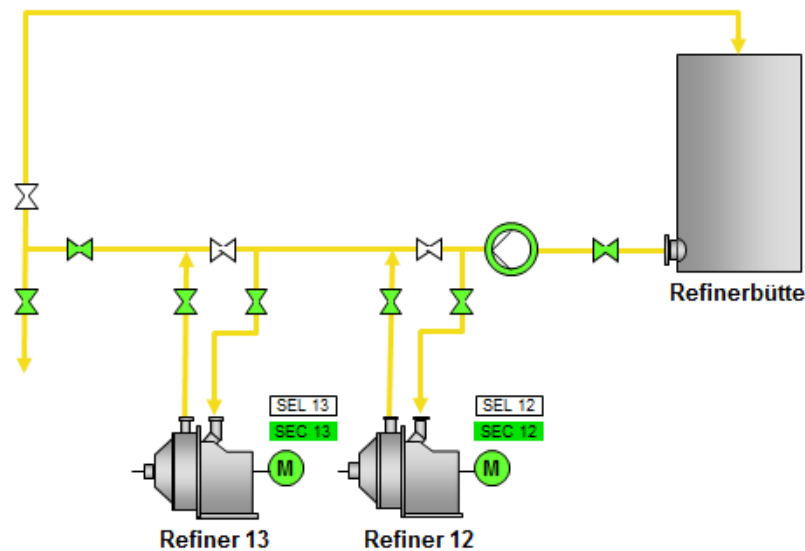


Abbildung 25: Birkenstrang bestehend aus Refiner 12 u. Refiner 13.

Als *Strang 2* wird die Konfiguration aus den Refinern 4, 5 und 6 bezeichnet (Abbildung 26). Die Probenahme findet jeweils direkt nach dem letzten Refiner statt.

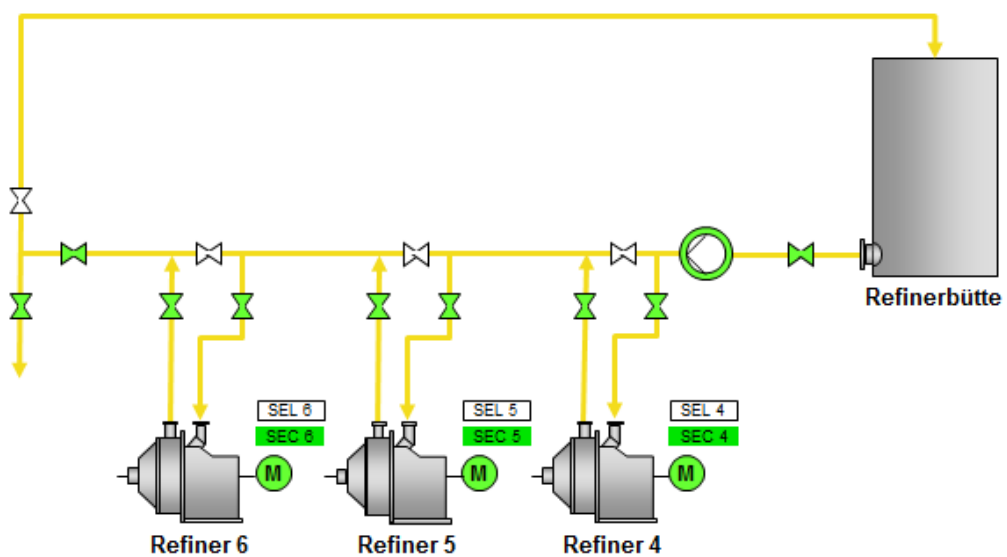


Abbildung 26: Strang 2 aus der Hintereinanderschaltung von Refiner 4, 5 u. 6.

8.2 Refinereinstellungen

8.2.1 Definition der Parameter

Der simpelste Ansatz um den Mahlvorgang zu charakterisieren ist die reine Mahlleistung des Refiners (21) zu betrachten. Es handelt sich dabei um die Differenz der Gesamtleistung des Refinerantriebs und der Leerlaufleistung bei Wasserumtrieb.

$$P_{eff} = P_{ges} - P_{leer} \quad (21)$$

P_{eff} ... Mahlleistung [kW]

P_{ges} ... Gesamtleistung [kW]

P_{leer} ... Leerlaufleistung [kW]

Heutzutage wird die spezifische Mahlenergie SEC (specific energy consumption) (22) bei Refinern eingestellt. Diese Größe gibt die Mahlleistung bezogen auf den Faserdurchsatz wider.

$$SEC = \frac{P_{eff}}{F} \quad (22)$$

SEC ... Spezifische Mahlenergie [kWh/t]

F ... Faserdurchsatz [t/h]

Der zweite Parameter um die Mahlung zu variieren ist die spezifische Kantenbelastung SEL (*specific edge load*). Brecht und Sievert [42] entwickelten den Ansatz der „Mahlintensität“ von Wulsch und Flucher [43] weiter und definierten zur weiteren Charakterisierung der Mahlung die spezifische Kantenbelastung nach Gleichung 23. Es ist der Energiemengeneintrag über eine bestimmte Messerlänge in die Faserstoffsuspension.

$$SEL = \frac{P_{eff}}{L_s} \quad (23)$$

SEL ... Spezifische Kantenbelastung [Ws/m]

L_s ... sekundliche Kantenlänge [km/s]

Im Fall einer gegebenen Garnitur kann die sekundliche Kantenlänge (24) aus dem Produkt der Maschinenkonstante mit der Drehzahl gebildet werden.

$$L_S = k \cdot n \quad (24)$$

k ... Maschinenkonstante

n ... Drehzahl [1/min]

Sollte die Maschinenkonstante nicht bekannt sein, kann diese alternativ mithilfe der Zonenbetrachtung (Abbildung 27) über die Gesamtmesserlänge von Rotor- und Statorgarnitur nach Gleichung 25 erfolgen.

$$L_S = \sum_i^k (z_{R,i} \cdot z_{S,i} \cdot l_i) \cdot n \quad (25)$$

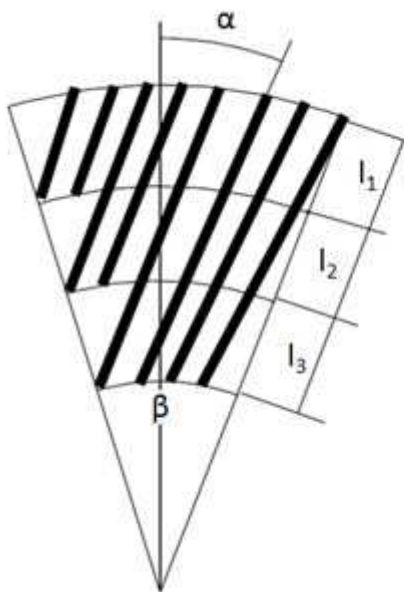
$z_{R,i}$... Anzahl Rotormesser in der Zone i [-]

$z_{S,i}$... Anzahl Statormesser in der Zone i [-]

l_i ... Messerlänge der Zone i [mm]

Den Schnittwinkel (26) erhält man durch Addition der beiden Messerwinkel.

$$\gamma = \alpha_R + \alpha_S \quad (26)$$



α ... Messerwinkel [°]

β ... Sektorwinkel [°]

γ ... Schnittwinkel [°]

Abbildung 27: Rotor- bzw. Statorgarnitur.

8.2.2 Berechnungsschema

Das Berechnungsschema der einzustellenden Parameter des Refinerstrangs RS für eine Probe bei definierter spezifischer Mahlenergie (SEC) und spezifischer Kantenlast (SEL) ist in *Tabelle 6* ersichtlich.

Tabelle 6: Refinereinstellungen für $SEC = 130 \text{ kWh/t}$ und $SEL = 1,00 \text{ Ws/m}$. Die fett formatierten Werte sind durch die Konfiguration des Mahlaggregats vorgegeben und werden als Basis zur Berechnung der spez. Mahlenergie sowie der spez. Kantenlast verwendet.

		REFINER 4	REFINER 5	REFINER 6	RS
Gesamtleistung	kW	517	517	517	
Leerlaufleistung	kW	170	170	170	
Mahlleistung	kW	347	347	347	
Durchfluss	l/s	55,6	55,6	55,6	
	m ³ /h	200,0	200,0	200,0	
Stoffdichte	%	4	4	4	
Faserdurchsatz	t/h	8,00	8,00	8,00	
Mahlenergie SEC	kWh/t	43,3	43,3	43,3	130
Kantenlänge	km/s	268	407	407	
Kantenbelastung SEL	Ws/m	1,29	0,85	0,85	1,00

Im ersten Schritt wird die spezifische Mahlenergie SEC pro Refiner festgelegt. Die gesamte Mahlenergie des Stranges berechnet sich aus der Summe der einzelnen Refinermahlenergien. Zur Berechnung der Gesamtleistung nach *Gleichung 21* wird neben der bekannten Leerlaufleistung die Mahlleistung (22) aus dem Produkt des Faserdurchsatzes und der spezifischen Mahlenergie ermittelt.

Die spez. Kantenlast SEL des einzelnen Refiners (23) erhält man aus dem Quotienten von Mahlleistung und Kantenlänge. Letztere ist durch die Garnitur vorgegeben. Um auf die gemittelte, spezifische Kantenbelastung der Mahlung zu kommen wird der Mittelwert aus den einzelnen SEL's gebildet.

Um die Parameter einzustellen, können zur Erhöhung der Mahlenergie SEC die Platten bei konstantem Durchfluss zusammengefahren werden bzw. zur Verringerung bei gleichbleibender Mahlleistung und erhöhtem Durchfluss auseinander. Durch Variation der Mahlleistung wird wiederum die Kantenbelastung SEL für einen vorgegebenen Strang verändert.

8.2.3 Gewählte Mahleinstellungen

Allgemein ergibt sich die Mahlresistenz aus dem entsprechenden Anstieg im Mahlgrad bei gegebener Mahlenergie. Kraftzellstoff (SBK) wird gegenüber Sulfitzellstoff (ECO) aufgrund der höheren Mahlresistenz des Faserstoffs auch stärker gemahlen, was zu höheren Werten für SEC und SEL führt. Richtwerte zur Orientierung sind laut Literatur [1]:

- Nadelsulfit 0,75 ... 1,0
- Nadelsulfat 1,0 ... 3,0 Ws/m

Je nach Mahlgarnitur oder Substrat ist eine Abweichung möglich. Ist der Wert zu gering, ist die Zugfestigkeitsentwicklung über den massebezogenen Energieverbrauch niedrig und somit energetisch unwirtschaftlich.

Ziel der gewählten Mahleinstellungen ist es, Feinstoff mit unterschiedlichem Charakter zu produzieren. Durch eine niedrige Kantenlast wird eher fibrillärer Feinstoff erzeugt, höhere Mahlenergie liefert massenmäßig mehr Feinstoff und damit einen höheren Sekundäranteil. *Tabelle 7* sowie *Tabelle 8* zeigen die gewählten Refinereinstellungen für die zwei unterschiedlichen Stoffproben ECO und SBK. Insgesamt werden pro Zellstoff 5 Betriebspunkte, je zwei bei niedriger sowie drei bei höherer Mahlenergie, mit dem Refiner angefahren.

Tabelle 7: Refinereinstellungen beim ECO-Faserstoff.

SEC [kWh/t]	SEL [Ws/m]
130	0,51
	0,78
	1,02
90	0,51
	0,77

Tabelle 8: Refinereinstellungen für den SBK-Faserstoff.

SEC [kWh/t]	SEL [Ws/m]
200	0,79
	1,03
	1,37
150	0,77
	1,03

8.3 Fraktionierung mit Drucksortierer

8.3.1 Aufbau und Funktionsprinzip

Die Fraktionierung der Stoffproben in Fein- und Faserstoffe erfolgt mit einem dafür entwickelten Drucksortierer (*Abbildung 28*) am IPZ der TU Graz. Dieser besteht aus einem Gehäuse mit Deckel, einem perforierten Lochsieb ($\varnothing 100 \mu\text{m}$) als Trennelement sowie dem Rotor mit zwei stromlinienförmigen Flügeln.

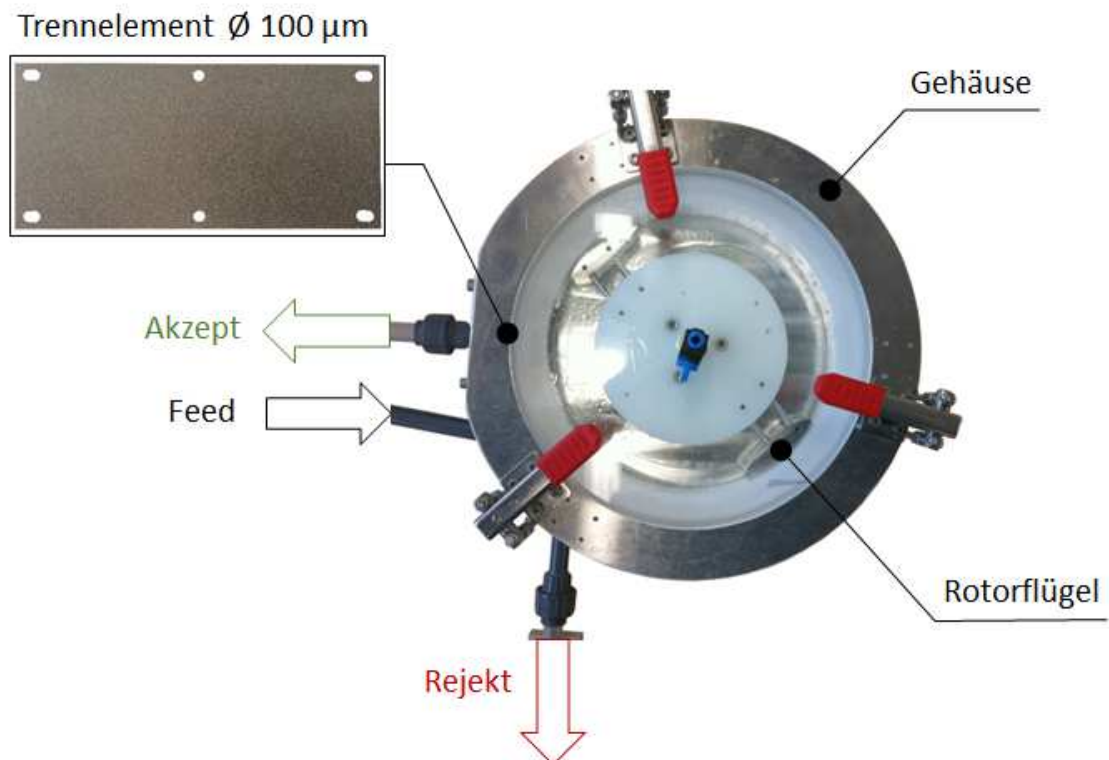


Abbildung 28: Aufbau des verwendeten Drucksortierers.

Eine Faserstoffsuspension (Feed) mit bis zu 1% Stoffdichte wird seitlich über eine Pumpe in den Sortierer geführt. Die aufgrund der Rotation wirkenden Fliehkräfte „drücken“ den Stoff gegen die Trennfläche. Feine Teilchen gelangen dabei durch diese perforierte Lochsiebplatte und werden kontinuierlich aus dem Drucksortierer (Akzept) abgezogen. Der restliche Stoff strömt durch den Apparat und wird wieder aus dem Gehäuse abgeführt (Rejekt).

Die Flügelteile am Rotor sorgen an der Siebwand für einen Saugimpuls, sodass am Trennelement zugesetzte Löcher freigesaugt werden. Durch den geringen Abstand des Rotors zur Siebwand entstehen zudem Druckimpulse, die einen höheren Durchsatz sowie ein Freipressen der Löcher bewirken. Beide Wirkungen halten den Stoff in Bewegung und zudem den Drucksortierer sauber.

8.3.2 Herstellung der Feinstofffraktion

Durch Zugabe von deionisiertem Wasser wird der eingedickte Gesamtstoff in einem 60 L fassenden PE-Fass zu einer Suspension mit ca. 0,5% Stoffdichte verdünnt. Dieser Feed wird batchweise gefahren, bis 60 l Feinstoffsuspension mit etwa 0,05% TG hergestellt wurden. Um den gewonnen Feinstoff vom Großteil des Wassers zu entfernen werden die Fässer eine Woche lang stehend gelagert um mithilfe des einsetzenden Sedimentationsvorganges den TG durch Absaugen der Wasserphase auf ca. 0,2% zu erhöhen. Die weitere Eindickung erfolgt im Klimaschrank bei 70°C und 30% Luftfeuchtigkeit, dabei erreicht man eine Stoffdichte von 1-2%, die nach EN ISO 4119 dreifach bestimmt wird.

8.3.3 Auswaschen der Faserfraktion

Um von Fasern sprechen zu können müssen solange Feinstoffe vom Faserstoff abgetrennt werden bis nur noch eine geringe Restmenge vorhanden ist. Ziel des Auswaschens mit Leitungswasser ist ein Feinstoffvolumenanteil von < 0,5% im Fasermaterial, bestimmt mit dem Fibertester. Beim Erreichen dieser Abbruchbedingung werden die Fasern mit der Zentrifuge auf rund 30% Stoffdichte eingedickt und die Fasermatte zusätzlich noch mit deionisiertem Wasser gespült. In Plastikbeuteln abgepackt werden die Fasern im Kühlschrank gelagert.

8.4 Ergebnisse der Charakterisierung

Um die Veränderungen des Faserstoffs durch den Mahlprozess quantitativ zu erfassen werden die Zellstoffproben als Gesamtstoff sowie die Fasern und Feinstoffe nach der Fraktionierung auf die in *Tabelle 9* angeführten Eigenschaften hin untersucht. Die Definition der L&W-Parameter kann bei den Methoden im Kapitel 3. *Morphologische Fibertester-Messungen* nachgeschlagen werden. Durch diese Charakterisierung kann in weiterer Folge ein Zusammenhang der einzelnen Fraktionen auf die Papiereigenschaften ermittelt werden.

Tabelle 9: Liste der untersuchten Eigenschaften von Gesamtstoff, Faser und Feinstoff.

Gesamtstoff	Faser	Feinstoff
Feinstoffgehalt	WRV	WRV
SR	Zeta-Potential	Zeta-Potential
Curl	Curl	Mittlere Länge LW
Kink	Coarseness	Flächenäquivalenter \emptyset
Fibrillenumfang LW	Kink	Quellbarer Anteil
Mittlere Länge LW	Fibrillenumfang LW	
	Mittlere Länge LW	

8.4.1 Feinstoffgehalt

Der Feinstoffgehalt des Gesamtstoffs wird mit dem Britt DDJ ermittelt. Er steigt sowohl für die ECO als auch SBK-Proben massenmäßig mit zunehmendem Energieeintrag an (*Abbildung 29*).

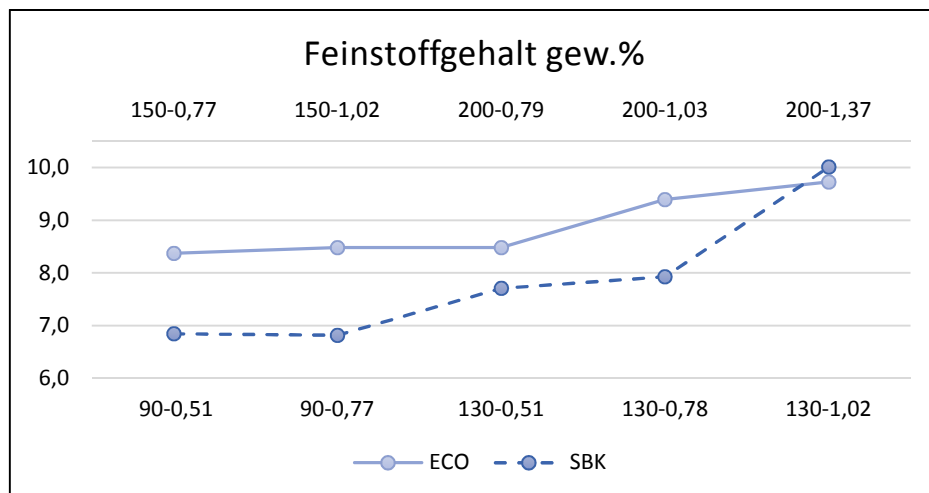


Abbildung 29: Feinstoffgehalt der ECO und SBK-Faserstoffproben.

8.4.2 Schopper Riegler

Ebenso nimmt der Schopper Riegler-Wert mit steigender spezifischer Kantenlast und Mahlergie zu (*Abbildung 30*).

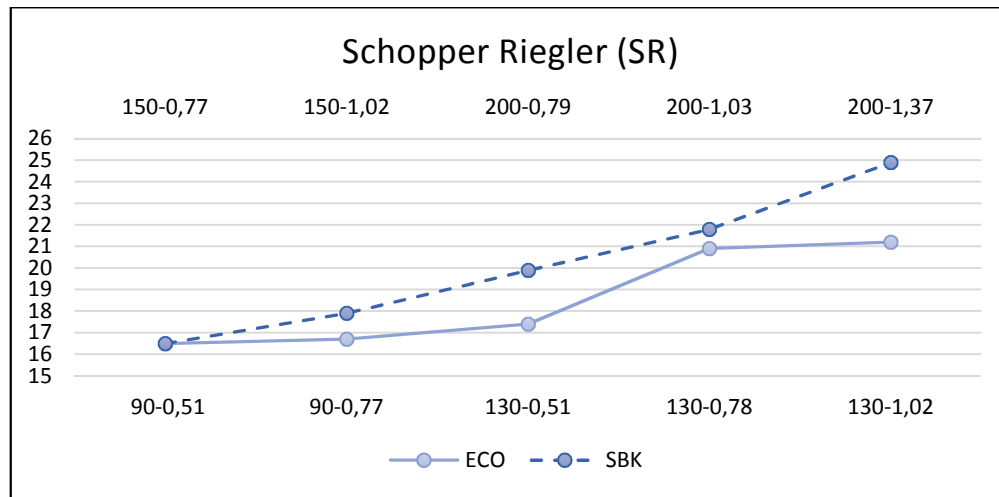


Abbildung 30: Entwicklung des SR-Werts bei der Mahlung von ECO und SBK.

8.4.3 Morphologische Daten

Die Ergebnisse der morphologischen Charakterisierung der Gesamtstoff-Proben werden in *Tabelle 10* (ECO) sowie in der *Tabelle 11* (SBK) dargestellt.

Tabelle 10: Morphologische Charakterisierung der ECO-Gesamtstoffe.

Gesamtstoff ECO	90-0,51	90-0,77	130-0,51	130-0,78	130-1,02
Curl [%]	83,7	83,9	84,2	84	83,75
Kink [-]	2,376	2,3825	2,2875	2,2865	2,525
Fibrillenumfang LW [%]	8,4	9,9	10,1	13,35	14,35
Mittlere Länge LW [mm]	0,1050	0,1020	0,1010	0,1015	0,0935

Tabelle 11: Morphologische Charakterisierung der SBK-Gesamtstoffe

Gesamtstoff SBK	150-0,77	150-1,02	200-0,79	200-1,03	200-1,37
Curl [%]	83,2	82,05	83,55	82,35	81,9
Kink [-]	2,228	2,353	1,783	2,315	2,423
Fibrillenumfang LW [%]	8,45	10,6	11,65	13,85	16,25
Mittlere Länge LW [mm]	0,1285	0,127	0,1195	0,1145	0,1095

Der Curl kann durch die Mahlung reduziert werden. Grund dafür ist zum einen eine Streckung der Faser und zum anderen eine Faserkürzung vorzugsweise an vorhandenen Knicken. Dieser Effekt kann beim SBK-Gesamtstoff beobachtet werden, während der Wert beim ECO annähernd konstant ist.

Wie zu erwarten war nimmt der Fibrillenumfang bei stärkerer äußerer Fibrillierung zu und die mittlere Länge LW naturgemäß durch die zunehmende Faserkürzung sowie Feinstoffherzeugung ab.

8.4.4 Fasercharakterisierung

Mit steigender spezifischer Kantenlast nimmt auch der WRV-Wert zu, die Werte des Zeta-Potentials sind bei der ECO-Faser höher. Bei zunehmender Mahlungsintensität erhöht sich der Fibrillenumfang, die mittlere Länge der Faser nimmt dabei ab. Reiner Langfaserstoff (SBK) ist im Mittel wesentlich länger als die Mischung mit Kurzfasern (ECO). Durch die Mahlung verändert sich bezüglich Faserform nur der Fibrillenumfang erheblich, die Coarseness ist bei geringer Mahlung des ECO-Stoffes am höchsten, Curl und Kink unterscheiden sich nur in der Herkunft signifikant (Tabelle 12).

Tabelle 12: Ergebnisse der Fasercharakterisierung.

Faser	ECO 130-0,51	ECO 130-1,02	SBK 200-0,79	SBK 200-1,37
WRV [-]	1,051	1,134	0,970	1,043
Zeta-Potential [mV]	-29,4	-25,6	-20,7	-20,0
Curl [%]	83,733	83,933	84,80	84,17
Coarseness [$\mu\text{g}/\text{m}$]	258,82	200,15	176,45	186,67
Kink [-]	1,697	1,684	1,263	1,387
Fibrillenumfang LW [%]	8,333	12,133	8,600	12,033
Mittlere Länge LW [mm]	0,8457	0,7500	0,8873	0,8230

8.4.5 Feinstoffcharakterisierung

Die Charakterisierung des Feinstoffs erfolgt neben der Bestimmung von WRV und Zeta-Potential im Wesentlichen durch die Ermittlung des *Quellbaren Anteils*. Zudem wird der mittlere *flächenäquivalente Durchmesser* massengewichtet (WW) erfasst (*Tabelle 13* bzw. *Tabelle 14*).

Tabelle 13: Charakterisierung der ECO-Feinstoffe.

Feinstoff ECO	90-0,51	90-0,77	130-0,51	130-0,78	130-1,02
WRV [-]	1,822	2,367	2,463	2,416	2,352
Zeta-Potential [mV]	-26,7	-25,0	-23,6	-23,9	-21,5
Mittlere Länge LW [mm]	0,0577	0,0580	0,0560	0,0567	0,0553
Quellbarer Anteil [%]	55,29	53,16	68,42	68,72	80,92
Flächenäqu. Ø WW [μm]	39,644	38,788	41,343	40,500	42,207

Tabelle 14: Charakterisierung der SBK-Feinstoffe.

Feinstoff SBK	150-0,77	150-1,02	200-0,79	200-1,03	200-1,37
WRV [-]	3,204	4,371	3,302	2,885	3,171
Zeta-Potential [mV]	-16,6	-17,9	-20,9	-16,7	-18,1
Mittlere Länge LW [mm]	0,0560	0,0567	0,0560	0,0557	0,0560
Quellbarer Anteil [%]	65,82	66,31	98,82	85,11	94,97
Flächenäqu. Ø WW [μm]	43,570	42,302	43,087	43,091	43,919

Sowohl WRV als auch Quellbarer Anteil liefern beim SBK-Feinstoff höhere Werte, was auf quellfähigeres Material sowie stärkere Fibrillierung schließen lässt.

9. Versuchsdurchführung

9.1 Stoffmischungen

9.1.1 Kombinationen

Die Hauptuntersuchung umfasst Stoffmischungen, aus jeweils 91% Faser und 9% Feinstoff. Insgesamt werden 4 Fasern mit 10 Feinstoffen kombiniert. Durch die Mahlung mit unterschiedlichen Einstellungen hinsichtlich der Mahlenergie SEC und der Mahlkantenbelastung SEL werden Kombinationen aus zwei verschiedenen Zellstoffen (SBK bzw. ECO) hergestellt.

9.1.2 Versuchsmatrix

Zur einfacheren Auswertung werden die Stoffmischungen definierter Zusammensetzung in einer Versuchsmatrix veranschaulicht. Felder mit einem x in der Mitte stellen die untersuchten Mischungen dar. *Abbildung 31* zeigt jenen Auszug, der nur SBK-Fractionen enthält. Die gesamte Versuchsmatrix kann dem ANHANG B1. Hauptversuch - Versuchsmatrix entnommen werden.

					SBK-Feinstoff				
					Mahlenergie SEC [kWh/t]				
					150		200		
					spez. Mahlkantenbelastung SEL [Ws/m]				
					0,77	1,02	0,79	1,03	1,37
SBK-Faser	SEC [kWh/t]	200	SEL [Ws/m]	0,79	x		x	x	x
				1,37	x		x	x	x

Abbildung 31: Auszug der Versuchsmatrix für Mischungen aus SBK Fasern und Feinstoffen. Das erste Feld stellt eine Mischung aus 91% SBK-Fasern, gemahlen bei SEC = 200 kWh/t und SEL = 0,79 Ws/m mit 9% SBK-Feinstoff bei SEC = 150 kWh/t und SEL = 0,77 Ws/m, dar.

9.2 Prüfblätter

9.2.1 Blattbildung

Nachdem der Stoff in definierter Zusammensetzung (91% Fasern, 9% Feinstoffe) vorliegt, wird daraus eine Suspension mit 3,5 g Trockenmasse pro Liter Wasser hergestellt. Bevor daraus Laborblätter mit 60 g/m² gebildet werden, sind noch die Zellstoffeigenschaften untersucht worden.

Die Blattbildung erfolgt nach *EN ISO 5269-2* mit der Rapid-Köthen Methode bei geschlossener Wasser-Kreislaufführung. Um einen konstanten Feinstoffgehalt im Siebwasser zu gewährleisten, werden bei jedem Versuch die ersten vier Blätter verworfen um anschließend 8 Probeblätter zur weiteren Untersuchung herzustellen. Nach der Blattbildung werden die Blätter mit Löschpapier abgenommen um für jeweils 90 s bei 150 bar zwischen konditionierten Filzen in einer hydraulischen Presse mechanisch entwässert zu werden. Direkt nach dem Pressvorgang werden die Probeblätter in der Trocknungsanlage für 15 min getrocknet.

9.2.2 Aufteilung

Nachdem alle Prüfblätter auf Gewicht und Dicke geprüft worden sind werden die Blätter 1-4 sowie 5-8 nach dem Schema der *Abbildung 32* aufgeteilt. Die Probestreifen der Prüfblätter 1-4 werden auf Reißlänge (RL) und Elmendorf (EL) geprüft, 5-8 auf Reißlänge (RL), Scott Bond (SB) und ebenfalls Elmendorf (EL).

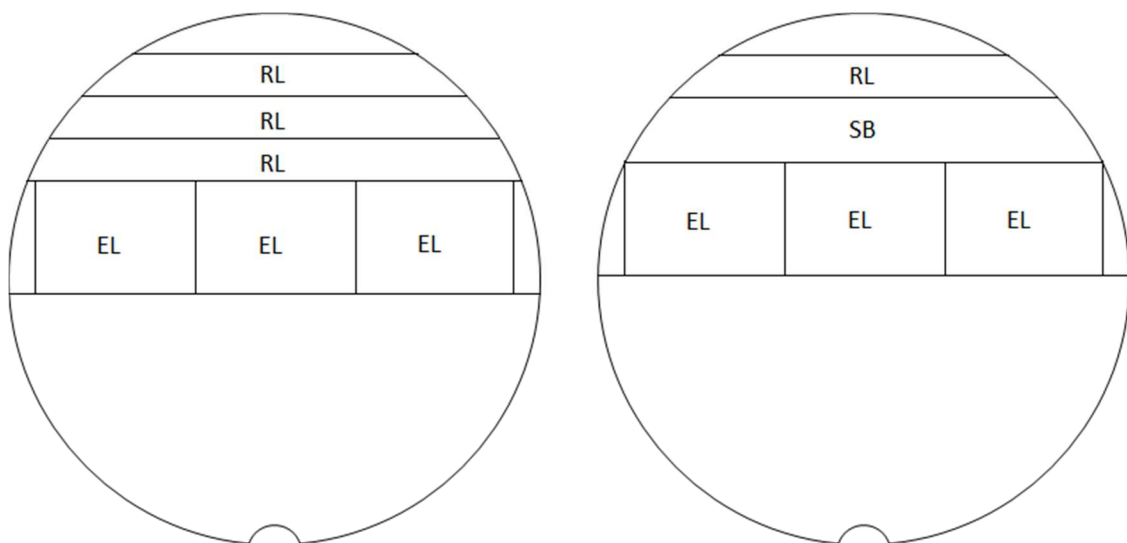


Abbildung 32: Schema der Prüfblätter 1-4 (links) und 5-8 (rechts).

9.3 Methoden

9.3.1 Stoffeigenschaften

Vor der Blattbildung wird der Stoff noch auf seine Eigenschaften (*Tabelle 15*) hin untersucht. Wasserrückhaltevermögen und Mahlgrad sind nach der angegebenen Norm geprüft worden, das Zetapotential wird mit dem MüttekTM System Zeta Potential SZP 04 anhand einer 500 mL Probe bestimmt.

Tabelle 15: Methoden der untersuchten Stoffeigenschaften.

Stoffeigenschaft	Einheit	Methode
Wasserrückhaltevermögen	g/g	ISO 23714
Mahlgrad	°SR	EN ISO 5267-1
Zetapotential	mV	

9.3.2 Papiereigenschaften

Die untersuchten Papiereigenschaften sind zusammen mit den eingesetzten Messmethoden in *Tabelle 16* dargestellt. Es wurden sowohl Oberflächen- als auch Festigkeits- sowie optische Eigenschaften erfasst.

Tabelle 16: Gemessene Papiereigenschaften mit der dafür verwendeten Methode.

Papiereigenschaft	Einheit	Methode
Flächengewicht	g/m ²	EN ISO 536
Dicke	µm	EN ISO 534
Streukoeffizient	-	DIN 53146
Absorptionskoeffizient	-	
Opazität	-	
Durchreißwiderstand	mN	Elmendorf, EN ISO 1974
Spaltfestigkeit	J/m ²	Scott Bond, TAPPI T569 pm-00
Luftdurchlässigkeit	ml/min	Bendtsen, ISO 5636-3
Bruchkraftindex	Nm/g	EN ISO 1924-2
Dehnung	%	
E-Modul	N/mm ²	
Arbeitsaufnahmevermögen-Index	J/g	

E. ERGEBNISSE DER HAUPTVERSUCHE

In diesem Kapitel soll der Einfluss der verschiedenen Feinstoffqualitäten, aber auch jener der Fasern, auf die Papiereigenschaften aufgezeigt werden. Dazu werden die Messergebnisse der Hauptversuche mit einem MATLAB-Programm gemittelt (*Kapitel 6.2 Datenaufbereitungsroutine*) und auf einen Referenzwert bezogen. Alle Ergebnisse sind sowohl als Messdaten (*ANHANG B2. Hauptversuch - Messdaten*) sowie in normierter Form für Feinstoff und Faser (*ANHANG B3. Hauptversuch - Normierte Ergebnisdarstellung*) im Anhang zu finden. Kapitel 10 *Stoffeigenschaften* stellt die Ergebnisse der Messungen von Feinstoffgehalt, WRV und Mahlgrad dar, in Kapitel 11 *Papiereigenschaften* werden optische Eigenschaften, Luftdurchlässigkeit sowie Festigkeiten der Blätter gezeigt.

10. Stoffeigenschaften

10.1 Erläuterungen zur normierten Ergebnisdarstellung

Die Ergebnisse (*Abbildung 33*) der diversen Messungen werden in zwei Gruppen bezüglich der Herkunft aufgeteilt. Zudem unterscheidet man zw. Feinstoff (links) und Faser (rechts). Alle Messergebnisse sind auf den ECO 1,02-120 Stoff, rechts außen mit einem roten durchgängigen Rahmen gekennzeichnet, bezogen. Durch diesen Referenzwert werden alle Ergebnisse normiert dargestellt. Die linke Seite zeigt fünf SBK-Feinstoffe bei zunehmender Mahlenergie (150 bzw. 200 kWh/t) mit aufsteigender Kantenlast von 0,77 und 1,02 sowie 0,79; 1,03 und 1,37 WS/m, sowie folgend äquivalent vier ECO-Feinstoffe bei 90 kWh/t mit 0,51 und 0,77 WS/m bzw. bei 130 kWh/t mit 0,51 und 0,78 WS/m. Auf den weiteren Positionen sind die SBK- und ECO Fasern nach demselben Schema dargestellt.

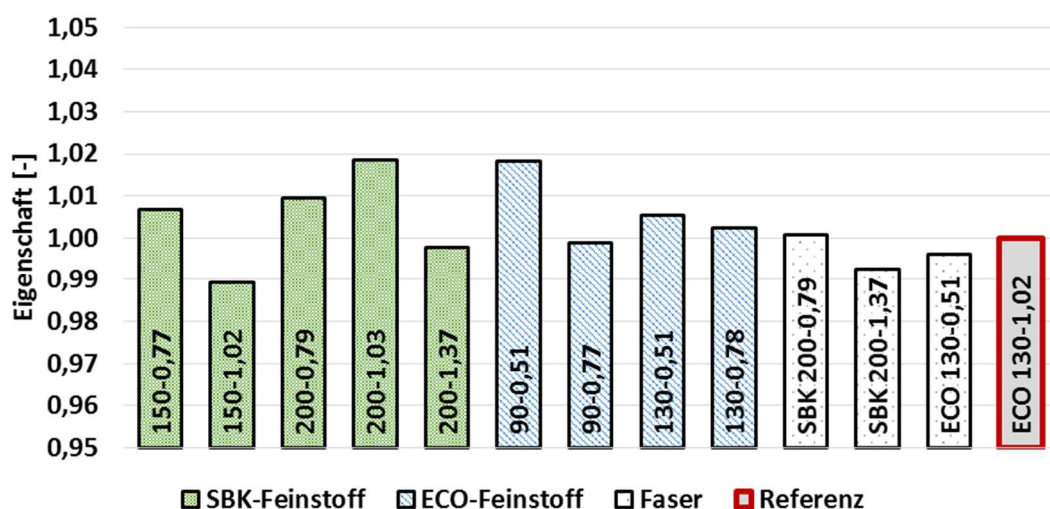


Abbildung 33: Darstellung der Ergebnisse für Feinstoff u. Faser, bezogen auf die Referenz.

10.2 Feinstoffgehalt der Stoffproben

Der Feinstoffgehalt aller Stoffproben wird jeweils mit zwei unterschiedlichen Methoden, dem BDDJ sowie mit dem FT+, wie in Kapitel 3 *Methoden* beschrieben, bestimmt. Im Versuchsaufbau wird die Feinstoffmenge mit 9% konstant gehalten. Da somit kein quantitativer Unterschied zwischen Faser und Feinstoff in den jeweiligen Stoffmischungen herrscht, kann rein die Qualität der gesamten erzeugten Feinstofffraktion verglichen werden.

Durch eine „stärkere“ Mahlung, sprich hoher Kantenlast und Mahlenergie, wird massenmäßig mehr Feinstoff erzeugt (*Abbildung 34*). Unter der Annahme, dass sich der primäre Anteil, sowohl in der Qualität als auch Quantität nicht ändert, führt dieser differierende Feinstoffgehalt der Ausgangsmischungen zu ungleichen Verhältnissen zwischen Primär- und Sekundärfeinstoff. Diese Überlegung wird aufgrund der erheblichen morphologischen Unterschiede zwischen primären und sekundären Feinstoffen in weiterer Folge berücksichtigt.

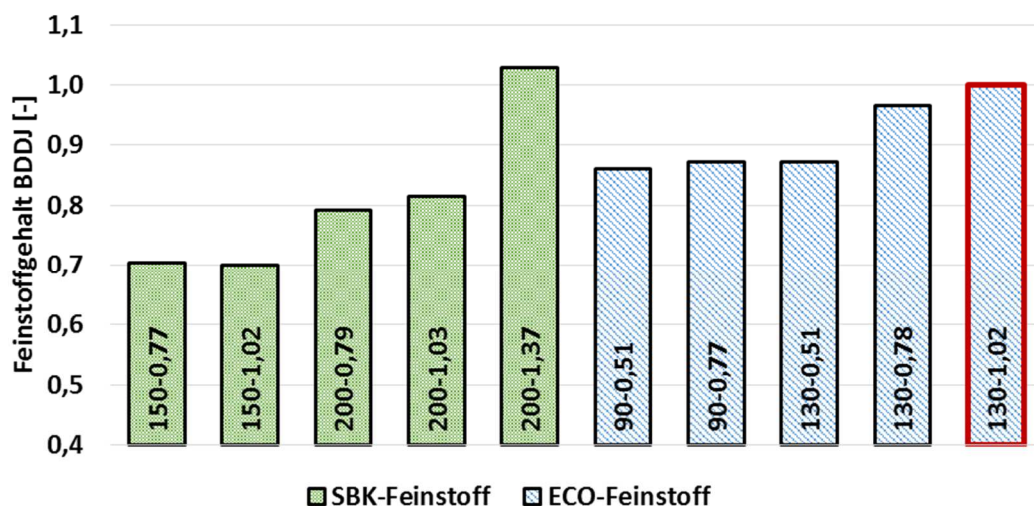


Abbildung 34: Feinstoffgehalt der einzelnen Stoffproben mit dem BDDJ ermittelt.

Durch starke Mahlung wird, wie bereits erwähnt, mehr sekundärer Feinstoff, der im Gegensatz zum primären, zylinderförmigen Feinstoff fibrillär ist, erzeugt. Den Grad der Fibrillierung kann man durch den Vergleich des mit dem BDDJ (*Abbildung 34*) und FT+ (*Abbildung 35*) ermittelten Feinstoffgehalts erahnen.

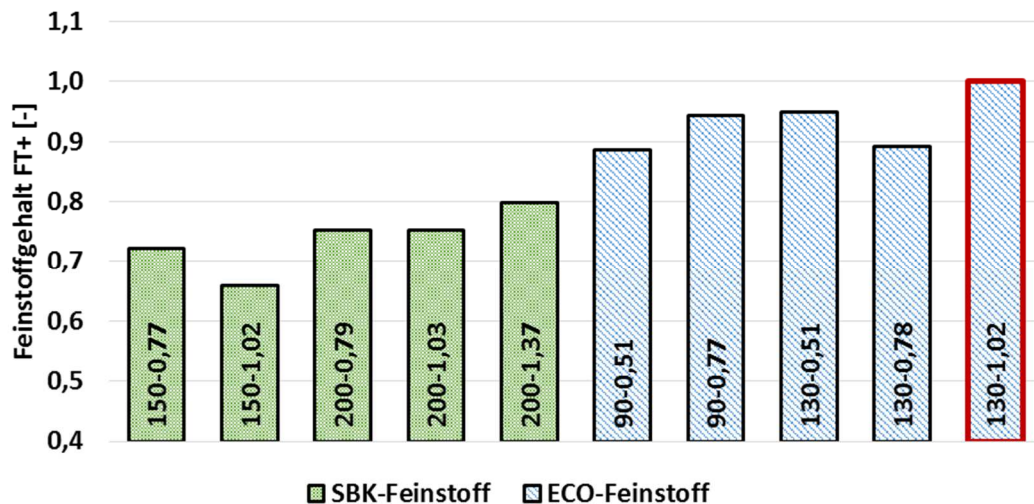


Abbildung 35: Feinstoffgehalt der einzelnen Stoffproben mit dem FT+ ermittelt.

Speziell bei den beiden Proben *SBK 150-1,02* und *SBK 200-1,37* unterschätzt der Fibertester den Feinstoffgehalt erheblich. Diese Feinstoffe können wegen der starken Quellung und hohen Transparenz großteils nicht vom Messgerät detektiert werden, was wiederum darauf hindeutet, dass sich deren Charakter wesentlich von den anderen unterscheidet. Beim *ECO 130-0,78* zeigt sich ein ähnliches Verhalten.

10.3 WRV-Wert

Eine geeignete Größe, um eine Aussage über die Feinstoffqualität treffen zu können, scheint das Wasserrückhaltevermögen (WRV) zu sein. Beim Zellstoff kann sich dieser Wert bei gleichem Mahlgrad stark unterscheiden, was sowohl mit der Menge als auch mit der Qualität des Feinstoffs zu tun hat, bedingt durch die große spezifische Oberfläche, die etwa dreimal so hoch wie bei einer Faser ist.

Vergleicht man die berechneten WRV-Werte der einzelnen Feinstoffe mit den gemittelten WRV-Werten aus der Hauptuntersuchung (*Abbildung 36*), sprich den definiert zusammengesetzten Stoffmischungen, zeigt sich eine hohe Korrelation.

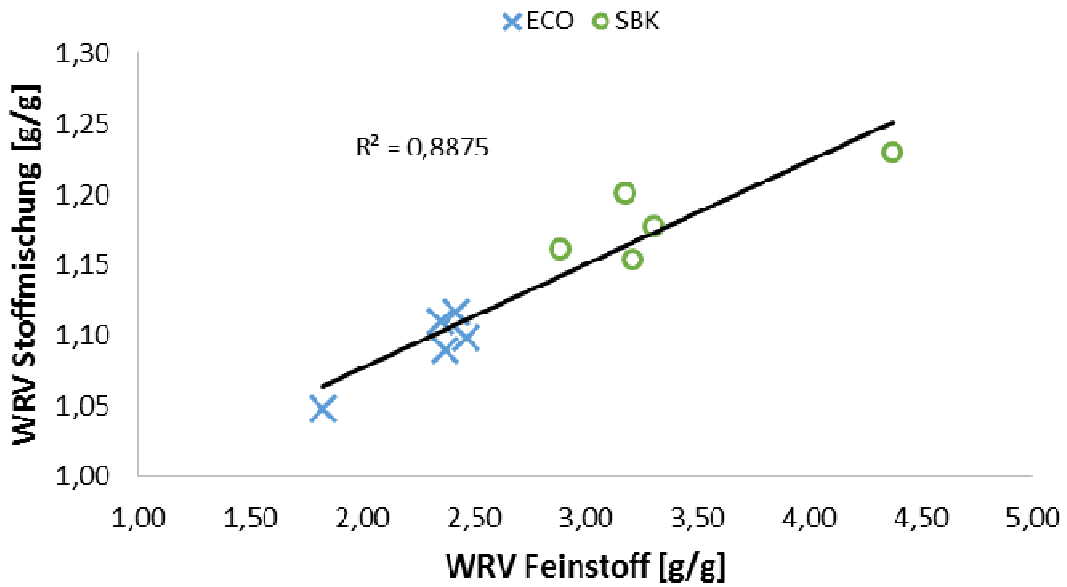


Abbildung 36: Berechnete WRV-Feinstoffwerte im Vergleich mit den WRV-Messergebnissen.

Aus den Ergebnissen der Hauptuntersuchung geht hervor, dass der WRV-Wert als Parameter zur Beurteilung der Qualität von Feinstoff dienlich ist, da damit u. a. auf die Bindungsfähigkeit geschlossen werden kann.

Tendenziell nimmt der WRV mit steigender Intensität zu, sowohl beim Feinstoff als auch bei der Faser (Abbildung 37). Der Feinstoff SBK 150-1,02, der mit niedriger Energie und hoher Intensität gemahlen wurde, liefert den höchsten Wert. Ein Grund dafür könnte eine stärkere Fibrillierung sein.

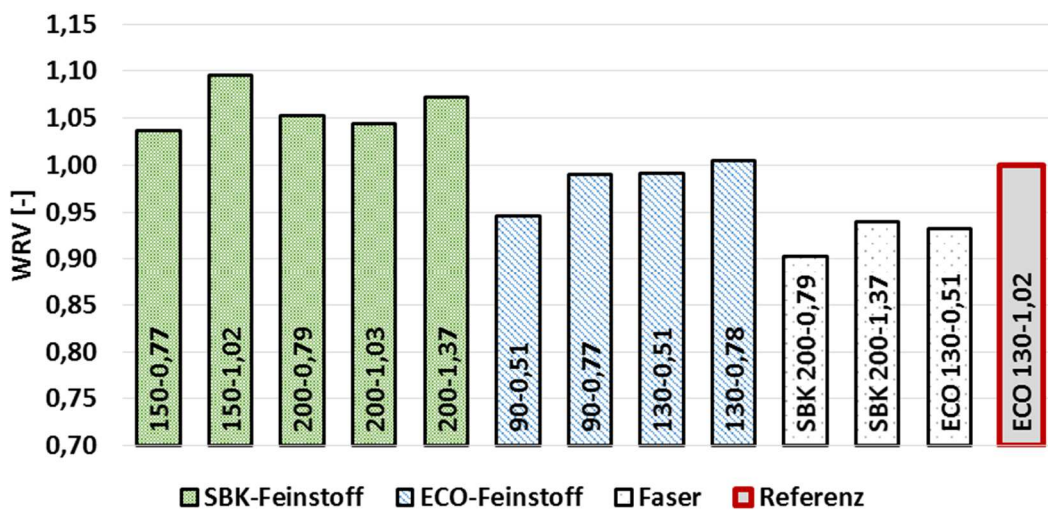


Abbildung 37: WRV-Werte der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.

10.4 Mahlgrad

Vergleicht man den Mahlgrad (*Abbildung 38*) mit dem WRV (*Abbildung 37*) der Stoffmischung, zeigt sich derselbe Trend. Wiederum werden für SBK-Feinstoffe höhere Werte als bei ECO-Feinstoffen erzielt. Da der Mahlgrad den Entwässerungswiderstand beschreibt und dieser bei gleichbleibender Wasserqualität wesentlich von den Oberflächeneigenschaften des Faserstoffs abhängt, kann neben der Quellfähigkeit vor allem die Größenverteilung dafür maßgeblich verantwortlich sein. Letztere kann speziell beim Feinstoff von Bedeutung sein. Die Zunahme des SR, sowohl bei SBK- als auch bei ECO-Fasern mit steigender SEC, ergibt sich durch eine entsprechende Modifizierung der Faserwand. Diese kann dadurch mehr Wasser aufnehmen, quillt stärker und wird flexibler, wodurch die Porosität im Filterkuchen abnimmt.

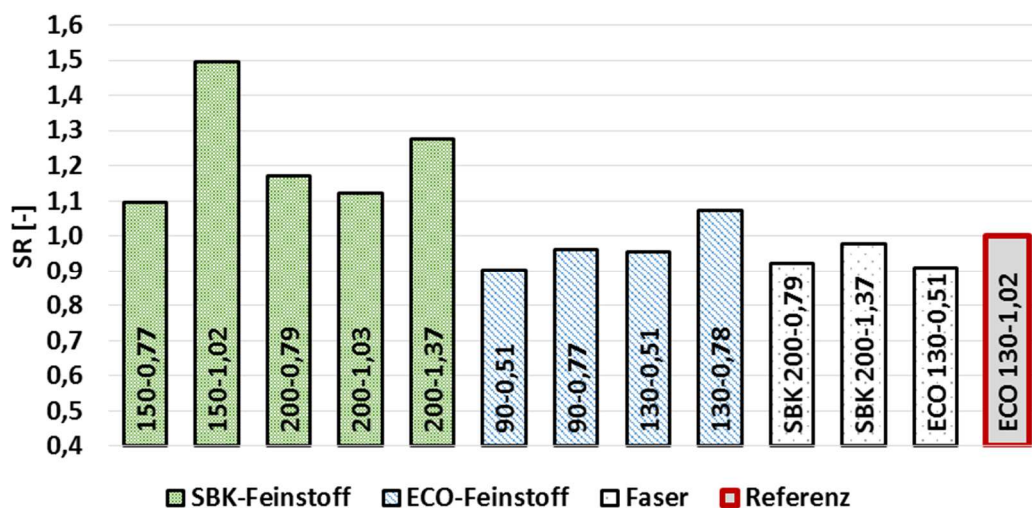


Abbildung 38: SR-Werte der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.

10.5 Zeta-Potential

Das Zeta-Potential könnte eine Aussage über den Anteil an diversen Substanzen (wie etwa Extraktstoffen) in der Suspension liefern. Zudem könnte auch über die Quellung, da sich Teilchen dabei stark verdünnen und sich in der Ladung somit Richtung Bulk verschieben könnten, eine Aussage getroffen werden. Ohne näher darauf eingehen zu wollen soll auf die Ergebnisse im *ANHANG B3. Hauptversuch - Normierte Ergebnisdarstellung* verwiesen werden.

11. Papiereigenschaften

11.1 Optische Eigenschaften

11.1.1 Opazität

Bei der Opazität ist zu beachten, dass zwei gegenteilige Effekte auftreten können. Bei „schlechter“ Formation nimmt die Blattdichte vermeintlich ab, da das Blatt dicker wirkt. Jedoch nimmt aufgrund dieser starken lokalen Masseschwankungen dabei auch die Opazität ab. Bei einem homogenen Blatt dagegen würde die Opazität mit steigender Dichte abnehmen, da weniger Phasengrenzflächenübergänge zu geringerer Streuung führen. Daher könnte die Formation Einfluss auf die Messergebnisse nehmen.

Abbildung 39 zeigt, dass ECO-Feinstoffe, bedingt durch die gröbere Gestalt, zu höherer Opazität führen. Bei den Fasern kann zwischen SBK und ECO kaum ein Unterschied ausgemacht werden. Sowohl beim Feinstoff als auch der Faser nimmt die Opazität mit steigender Kantenlast vorrangig ab.

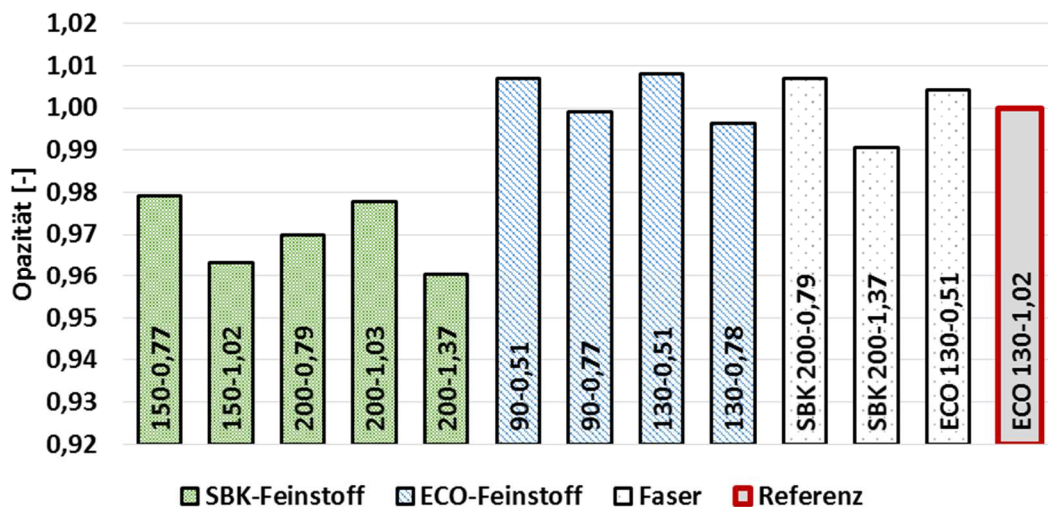


Abbildung 39: Opazität der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.

11.1.2 Absorptions- und Streukoeffizient

Beim Feinstoff ist der Absorptionskoeffizient beim SBK etwas niedriger, bei der Faser viel kleiner als beim ECO. Dafür könnte die chemische Zusammensetzung verantwortlich sein, da ein etwas höherer Ligninanteil möglicherweise zu höheren Werten führt (Abbildung 40).

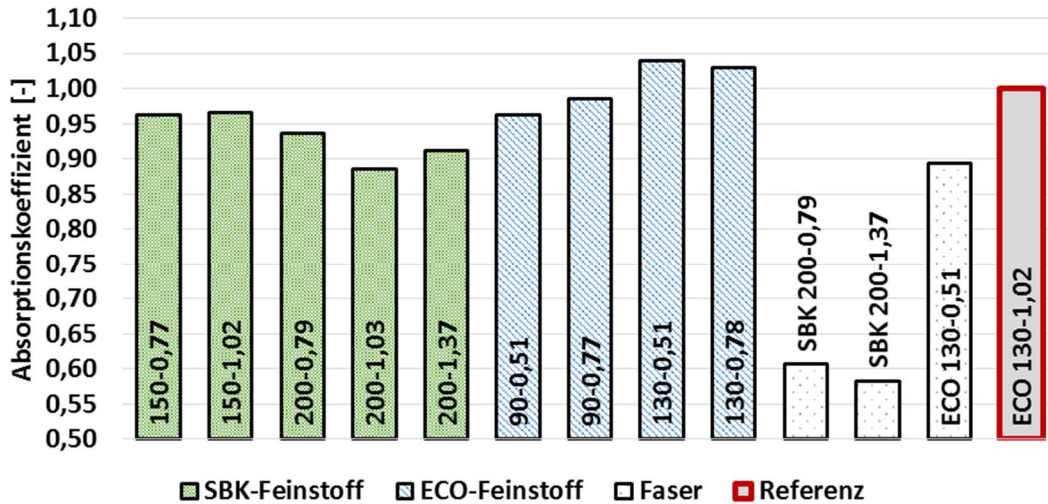


Abbildung 40: Einfluss von SBK u. ECO Feinstoff sowie Faser am Absorptionskoeffizienten.

Beim Streukoeffizient sind die niedrigeren Werte für den SBK-Feinstoff eventuell mit dem höheren Bindungspotential zu erklären (Abbildung 41), da eine größere Bindungsfläche weniger Phasengrenzflächenübergänge zulässt und dadurch weniger einfallendes Licht gestreut wird.

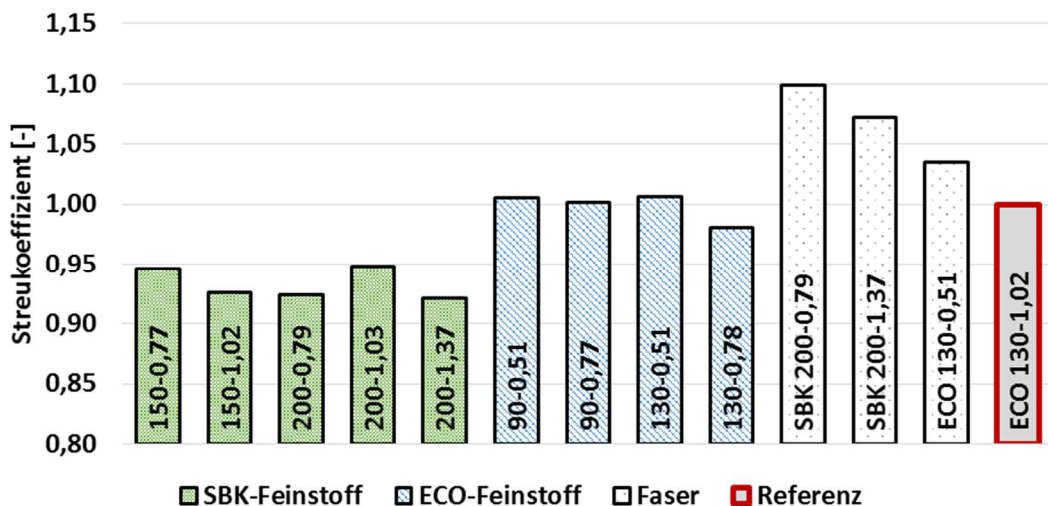


Abbildung 41: Einfluss von SBK u. ECO Feinstoff sowie Faser auf den Streukoeffizienten.

11.2 Luftdurchlässigkeit

Wie bei den optischen Eigenschaften hat auch bei der Luftdurchlässigkeit die Formation einen wesentlichen Einfluss auf das Ergebnis. Eine schlechte Formation führt tendenziell zu höheren Werten in der Luftdurchlässigkeit. Geht man wiederum von einem homogenen Blatt aus, nimmt die Luftdurchlässigkeit sowohl mit steigendem sekundärem Feinstoffanteil bzw. allgemein mit höherem Feinstoffgehalt sowie steigender Dichte ab. Es kann angenommen werden, dass der Feinstoff die freien Stellen ausfüllt und die Luftdurchlässigkeit somit wesentlich verringert.

Signifikant niedrige Werte liefert der *SBK 150-1,02* Feinstoff (*Abbildung 42*), bei dem die große spezifische Oberfläche, wie im *WRV (Abbildung 37)* ersichtlich, zu einem luftdichten Blatt führt. Beim *ECO 90-0,51* ist die vergleichsweise niedrige Luftdurchlässigkeit auf die höchste Blattdichte zurückzuführen. Allgemein liefert der SBK-Feinstoff niedrigere Werte, zudem nimmt bei der Faser mit zunehmender Kantenlast die Luftdurchlässigkeit ab. Diese Effekte können mit der stärkeren Fibrillierung der SBK-Feinstoffe erklärt werden.

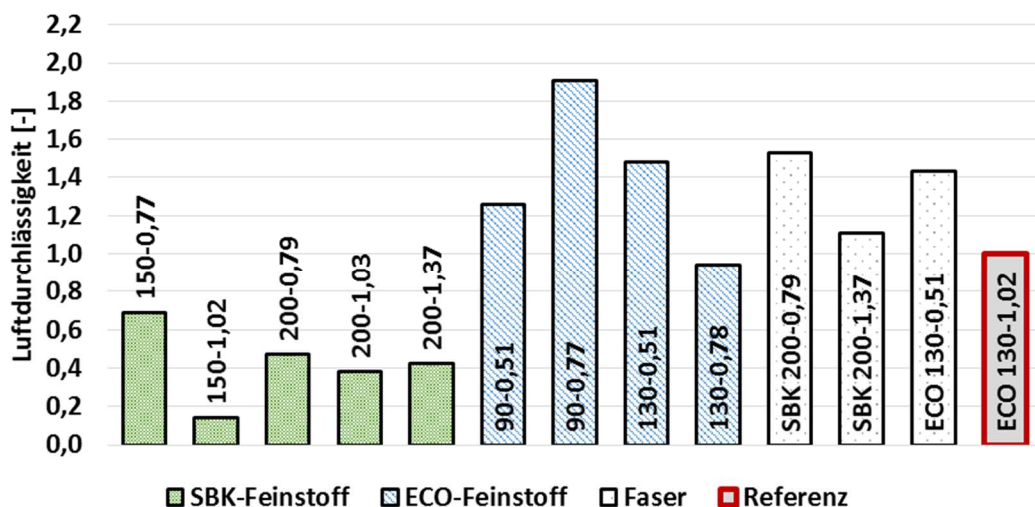


Abbildung 42: Einfluss auf die Luftdurchlässigkeit der SBK u. ECO Feinstoffe sowie Fasern.

11.3 Festigkeiten

Die mechanischen Eigenschaften der Probeblätter sollen anhand des Bruchkraftindex, Scott-Bond und Elmendorf gezeigt werden. Weitere Ergebnisse der Zugprüfung wie Dehnung, E-Modul und Arbeitsaufnahmevermögens-Index sind im *ANHANG B3. Hauptversuch - Normierte Ergebnisdarstellung* zu finden.

11.3.1 Bruchkraftindex

Generell lässt sich feststellen, dass eine höhere Blattdichte zu höheren Festigkeiten führt. Zusätzlich liefert auch der WRV-Wert eine Aussage über das Bindungspotential und somit die resultierende Festigkeit.

Die Bruchkraft ist trotz höchster Dichte (Abbildung 43) beim ECO 90-0,51 niedrig (Abbildung 44). Einen wesentlich Einfluss des WRV schließen kann, der sich auch in den durchgängig höheren Werten auf der SBK-Feinstoff-Seite widerspiegelt. Beim SBK-Feinstoff kann ein Zusammenhang zwischen Bruchkraft und Dichte beobachtet werden. Erwartungsgemäß liefert auch die Faser beim Kraftzellstoff (SBK) höchste Bruchkräfte.

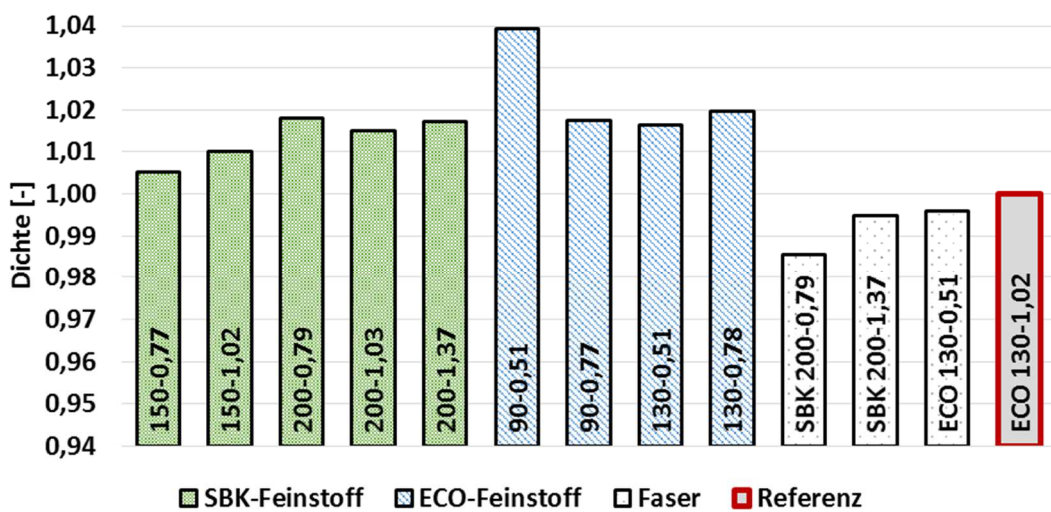


Abbildung 43: Einfluss der SBK u. ECO Feinstoffe sowie Fasern auf die Dichte.

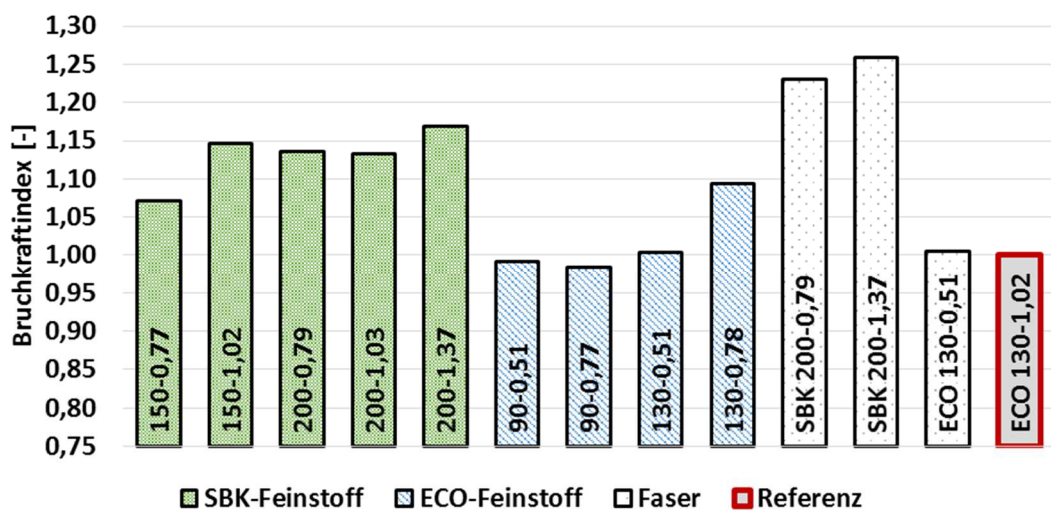


Abbildung 44: Einfluss der SBK u. ECO Feinstoffe sowie Fasern auf die Bruchkraft.

11.3.2 Scott Bond

Beim Scott-Bond (*Abbildung 45*) passen die Trends mit jenen der Bruchkraft (*Abbildung 44*) zusammen. Da davon ausgegangen wird, dass sich beim Laborblatt Feinstoffe in z-Richtung sowie in der x-y-Ebene orientierungslos anordnen, sollte die Blattfestigkeit in alle Richtungen ähnlich sein. Der einzige erkennbare Unterschied ist, dass sich das Niveau durch die Mahlenergie etwas verändert, die Tendenzen jedoch gleich bleiben.

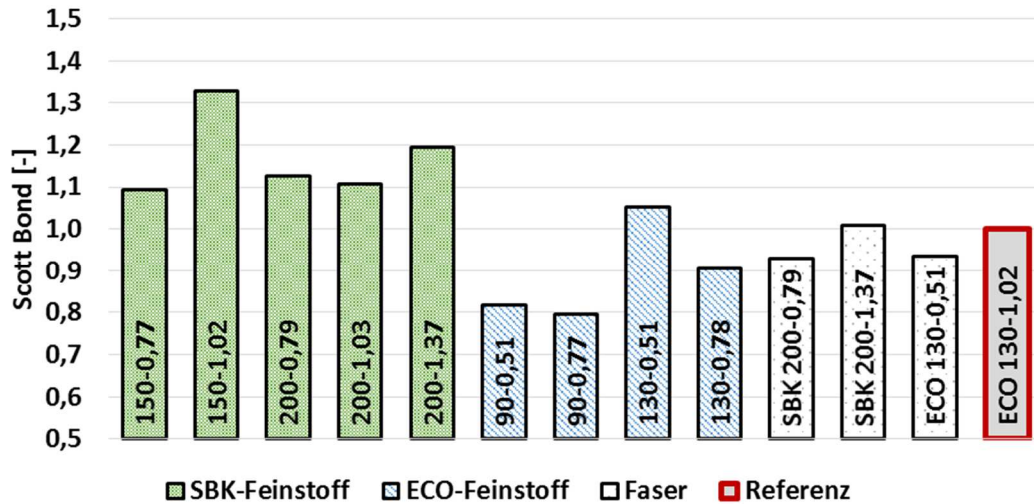


Abbildung 45: Einfluss der SBK u. ECO Feinstoffe sowie Fasern auf den Scott-Bond

11.3.3 Elmendorf

Bezüglich Elmendorf müssen grundsätzlich zwei Effekte, die ein Weiterreißen erschweren, unterschieden werden. Das sind zum einen eine Energieaufnahme, die zum Bruch der Fasern führt und zum anderen Reibungsarbeit in Form von Dissipation, die beim Herausziehen der Fasern aus dem Netzwerk entsteht.

Die Ergebnisse in *Abbildung 46* lassen die Überlegung zu, dass die ECO-Fasern steifer sind und somit eher brechen, wohingegen beim SBK aufgrund höherer Flexibilität sich die Fasern besser Verformen und somit aus dem Netzwerk herauslösen lassen. Beim Feinstoff zeigen sich niedrigere Werte, die auf festere Bindungen schließen lassen.

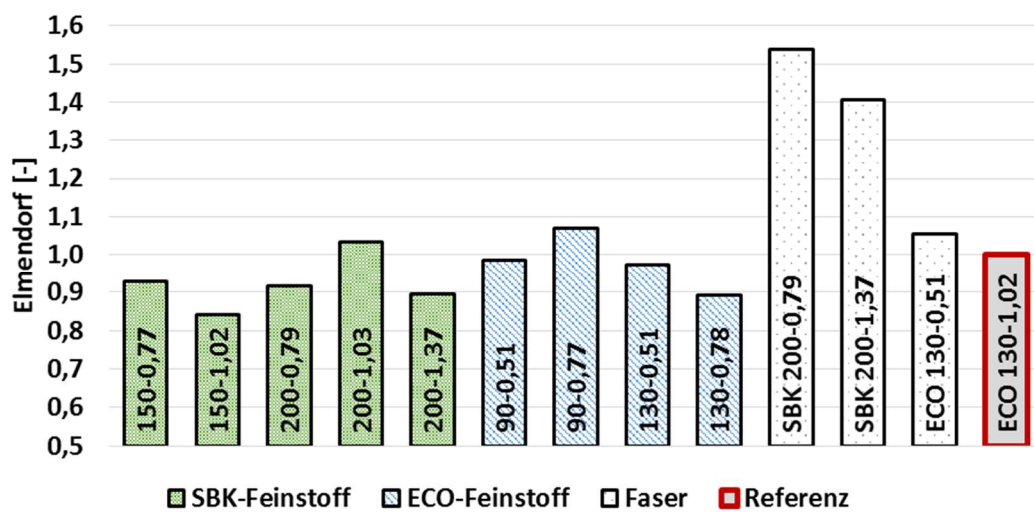


Abbildung 46: Einfluss der SBK u. ECO Feinstoffe sowie Fasern auf den Elmendorf.

F. DISKUSSION UND AUSBLICK

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, den Einfluss verschiedener Feinstoffqualitäten auf die Papiereigenschaften zu ermitteln. Zu diesem Zweck wurde der Charakter des Feinstoffs durch die Mahlung bei unterschiedlicher Mahlergie SEC und Intensität SEL variiert. Eine nachfolgende Fraktionierung des gemahlten Zellstoffs in Fasern und Feinstoffe ermöglichte einerseits eine Charakterisierung der einzelnen Bestandteile und bot andererseits der Möglichkeit Laborblätter mit 9% Feinstoffanteil herzustellen. Durch die definierte Stoffmischung konnte der mittlere Einfluss von Faser und Feinstoff bestimmt werden.

Ein Vergleich von direkt gemessenen WRV-Werte der einzelnen Feinstofffraktionen mit aus der Versuchsmatrix erhobenen Werten zeigt eine hohe Übereinstimmung. Dies lässt auf ein geeignetes Setup bezüglich Versuchsplanung und Auswertung schließen.

Im Zuge der Charakterisierung konnte die Feinstoffqualität mithilfe der Parameter WRV und Quellbarer Anteil gut abgeschätzt werden. Speziell in Hinblick auf die Quellfähigkeit sowie den Grad der Fibrillierung konnten Aussagen gemacht werden. Ein hoher WRV-Wert lässt auf stark quellfähiges Material schließen, hohe Werte beim Quellbaren Anteil deuten auf fibrilläres Material hin. Die Messung des Zeta-Potentials konnte keine weiteren Erkenntnisse liefern.

Was die Zusammenhänge zwischen dem Feinstoff und den daraus resultierenden Papiereigenschaften betrifft, konnten folgende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Höhere WRV-Werte beim Feinstoff führen zu erhöhten Festigkeiten im Papier (Bruchkraft-Index, Scott-Bond).
- Für SBK-Feinstoffe und Fasern konnte zudem ein Zusammenhang zwischen Blattdichte und Bruchkraft beobachtet werden.
- Erwartungsgemäß liefert die Faser beim Kraftzellstoff (SBK) höchste Bruchkräfte.
- Ein Blick auf die Ergebnisse der Luftdurchlässigkeit zeigt, dass der SBK-Feinstoff allgemein niedrigere Werte aufweist. Auch hier zeigt sich ein Zusammenhang mit dem WRV, hohe Werte führen zu niedriger Luftdurchlässigkeit.
- Bei den optischen Eigenschaften führen ECO-Feinstoffe, bedingt durch die gröbere Gestalt, zu höherer Opazität. Bei den Fasern kann zwischen SBK und ECO kaum ein Unterschied ausgemacht werden. Sowohl beim Feinstoff als auch der Faser nimmt die Opazität mit steigender Kantenlast tendenziell ab.

Über den Zusammenhang zwischen Feinstoffcharakter und resultierenden Papiereigenschaften hinaus war überraschend, dass sekundärer nicht gleich fibrillärer Feinstoff ist. Je nach Wahl der Mahleinstellungen können große Unterschiede im Feinstoffcharakter erzielt werden. Die Menge an Feinstoff nimmt mit erhöhtem Energieeintrag und erhöhter Kantenlast durchwegs zu, der WRV bzw. der quellbare Anteil zeichnen jedoch ein anderes Bild. Durch den Einsatz immer gleich bleibender Feinstoffmenge lassen sich diese Unterschiede herausarbeiten. Daher ist eine nähere Betrachtung sinnvoll und um Aussagen zur Feinstoffqualität machen zu können auch notwendig.

Abschließend lässt sich festhalten, dass der Feinstoff wesentlich zu den Eigenschaften im Papier beiträgt. Da in der Literatur noch sehr wenig über den qualitativen Einfluss von Feinstoffen – über die Unterscheidung primär/sekundär hinaus – auf die Entwicklung der Papiereigenschaften zu finden ist, war dies ein erster Schritt, der das Potential einer detaillierteren Charakterisierung des Feinstoffes deutlich aufgezeigt hat. Allerdings ist es, um das Potential dieses Ansatzes voll auszuschöpfen notwendig in der Charakterisierung des Feinstoffes Fortschritte zu machen (ein sinnvoller Ansatz liegt hier in der Mikroskopie [44]), um aussagekräftigere Ergebnisse zu erzielen.

G. ABBILDUNGSVERZEICHNIS

Abbildung 1: Aufbau der Zellwand aus unterschiedlichen Lamellen.	3
Abbildung 2: Chemische Zusammensetzung einzelner Zellwandschichten.	4
Abbildung 3: Nadelholzmorphologie.....	5
Abbildung 4: Laubholzzellen.	6
Abbildung 5: Wirkzonen in einer messergarnierten Mahlmaschine.....	8
Abbildung 6: Effekte auf die Faser durch den Mahlvorgang.....	9
Abbildung 7: Herkunft von Feinstoff aus Teilen der Zellwand.	10
Abbildung 8: Schleimstoff und Mehlstoff.	11
Abbildung 9: Fibrils und Flakes.	11
Abbildung 10: primärer und sekundärer Feinstoff.	12
Abbildung 11: Orte der Entstehung von Feinstoff im Aufbereitungsprozess. .	13
Abbildung 12: Definition der Konturlänge und der projizierten Länge.	24
Abbildung 13: Darstellung der WRV-Bestimmung für einzelne Fraktionen. ...	28
Abbildung 14: Ausgleichsgerade zur WRV-Berechnung.	29
Abbildung 15: Datenmatrix mit den Faktoren Feinstoff und Faser.	34
Abbildung 16: Fasermatrix mit den mittleren Differenzen Δ_i	34
Abbildung 17: Feinstoffmatrix analog zur Fasermatrix.	35
Abbildung 18: Beispiel einer verkleinerten 2x10 Basismatrix.	35
Abbildung 19: Verlauf der gemessenen Werte x_i aus der 2x10 Matrix.....	36
Abbildung 20: Verlauf der geglätteten Werte x_i	36
Abbildung 21: Darstellung der normierten Messwerte.....	37
Abbildung 22: Stoffsysteme der Voruntersuchung.	38
Abbildung 23: Darstellung der Faserlinie.	39
Abbildung 24: Darstellung der Feinstofflinie.	40
Abbildung 25: Birkenstrang bestehend aus Refiner 12 u. 13.	43
Abbildung 26: Strang 2 aus Refiner 4, 5 u. 6.....	43
Abbildung 27: Rotor- bzw. Statorgarnitur.	45
Abbildung 28: Aufbau des verwendeten Drucksortierers.	48
Abbildung 29: Feinstoffgehalt der ECO und SBK-Faserstoffproben.....	50

Abbildung 30: Entwicklung des SR-Werts bei der Mahlung von ECO u. SBK.	51
Abbildung 31: Auszug der Versuchsmatrix.....	54
Abbildung 32: Schema der Prüfblätter.	55
Abbildung 33: Darstellung der Ergebnisse für Feinstoff u. Faser.	57
Abbildung 34: Feinstoffgehalt der Stoffproben mit dem BDDJ ermittelt.	58
Abbildung 35: Feinstoffgehalt der Stoffproben mit dem FT+ ermittelt.	59
Abbildung 36: Vergleich WRV-Feinstoffwerte mit WRV-Messergebnissen. ...	60
Abbildung 37: WRV-Werte der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.	60
Abbildung 38: SR-Werte der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.....	61
Abbildung 39: Opazität der SBK und ECO Feinstoffe sowie Fasern.	62
Abbildung 40: Einfluss am Absorptionskoeffizienten.....	63
Abbildung 41: Einfluss auf den Streukoeffizienten.	63
Abbildung 42: Einfluss auf die Luftdurchlässigkeit.	64
Abbildung 43: Einfluss auf die Dichte.....	65
Abbildung 44: Einfluss auf die Bruchkraft.....	65
Abbildung 45: Einfluss auf den Scott-Bond	66
Abbildung 46: Einfluss auf den Elmendorf.	67

H. TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 1: Effekt auf die Stoff- und Blatteigenschaften durch Feinstoffzugabe.	21
Tabelle 2: WRV-Werte für Mischungen aus SBK-Fraktionen	29
Tabelle 3: Zusammensetzung der Messpunkte bei der Faserlinie.	39
Tabelle 4: Zusammensetzung der Messpunkte bei der Feinstofflinie.....	40
Tabelle 5: Eigenschaften der untersuchten Stoffproben.....	42
Tabelle 6: Refinereinstellungen für SEC = 130 kWh/t und SEL = 1,00 Ws/m.	46
Tabelle 7: Refinereinstellungen beim ECO-Faserstoff.	47
Tabelle 8: Refinereinstellungen für den SBK-Faserstoff.....	47
Tabelle 9: Untersuchte Eigenschaften von Gesamtstoff, Faser u. Feinstoff....	50
Tabelle 10: Morphologische Charakterisierung der ECO-Gesamtstoffe.....	51
Tabelle 11: Morphologische Charakterisierung der SBK-Gesamtstoffe	51
Tabelle 12: Ergebnisse der Fasercharakterisierung.	52
Tabelle 13: Charakterisierung der ECO-Feinstoffe.....	53
Tabelle 14: Charakterisierung der SBK-Feinstoffe.	53
Tabelle 15: Methoden der untersuchten Stoffeigenschaften.	56
Tabelle 16: Gemessene Papiereigenschaften inklusive Methode.	56

I. LITERATURVERZEICHNIS

- [1] Blechschmidt, J. (2013): *Taschenbuch der Papiertechnik*, 2. Auflage, Leipzig, Fachbuchverlag.
- [2] Rundlöf, M. (2002): *Interaction of dissolved and colloidal substances with fines of mechanical pulp: influence on sheet properties and basic aspects of adhesion*, Doctoral thesis, Royal Institute of Technology, Sweden.
- [3] Ek, M., Gellerstedt, G., Henriksson, G. (2009): *Pulp and Paper Chemistry and Technology*, Volume 1, Berlin, De Gruyter Verlag.
- [4] Harders-Steinhäuser, M. (1974): *Faseratlas zur mikroskopischen Untersuchung von Zellstoffen und Papieren*, Biberach/Riß, Güttinger-Stein Verlag.
- [5] Sixta, H. (2006): *Handbook of Pulp*, Volume 1, Weinheim, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [6] Kellomäki, S. (1998): *Papermaking Science and Technology*, Book 2 Forest Resources and Sustainable Management, Helsinki, Fapet Oy.
- [7] Ilvessalo-Pfäffli, M.-S. (1977) in *Wood Chemistry*, Volume 2, (ed. W. Jensen), Polytypos, Turku, Finland.
- [8] Ek, M., Gellerstedt, G., Henriksson G. (2009): *Pulp and Paper Chemistry and Technology*, Volume 2, Berlin, De Gruyter Verlag.
- [9] Seth, R., S. (1999): Beating and refining response of some reinforcement pulps. *Tappi* 82.
- [10] Levlin, J. E. (1976): Über die Bedeutung der Mahlweise bei der Mahlung verschiedener Zellstofftypen, *Das Papier* 30, Darmstadt.
- [11] Xu, G. (2001): *Wet Strength Improvement of Paper Via Crosslinking of Cellulose Using Polymeric Carboxylic Acids and Aldehydes*, Doctoral Thesis, University of Georgia.
- [12] Retulainen, E., Moss, P., Nieminen, K. (1993): Effect of fines on the properties of fibre networks, In „Products of papermaking“, *Transactions of the 10th Fundamental Research Symposium*, C.F. Baker (ed.), Vol. 2.
- [13] Brecht, W., Klemm, K. (1953): The mixture of structures in a mechanical pulp as a key to knowledge of its technological properties, *Pulp Pap. Mag. Can.* 54.
- [14] Gavelin, G., Kolmodin, H., Treiber, E. (1975): Critical point drying of fines from mechanical pulps, *Svensk papperstidning* 78.
- [15] Paavilainen, L. (1990): Importance of Particle Size–Fiber Length and Fines–for the Characterization of Softwood Kraft Pulp, *Paperi ja Puu* 72.

- [16] Pelton, R. H., Jordan, B. D., Allen, L. H. (1985): Particle Size Distribution of Fines in Mechanical Pulps and some Aspects of their Retention in Papermaking, Tappi 68.
- [17] Fines Fraction of Paper Stock by Wet Screening, Tappi Testing method T 261 pm-80.
- [18] Mohlin, U. B. (1997): Fibre Development in Mechanical Pulping, J. Pulp Paper Sci. 23.
- [19] Brecht, W.; Klemm, K.-H. (1952): Das Strukturgemisch eines Holzschliffes als Schlüssel für die Kenntnis seiner technologischen Eigenschaften, Wochenblatt für Papierfabrikation 11.
- [20] Jap, T. (1997): Möglichkeiten und Grenzen der Feinstoffpartikelmessung mit einem neuen Partikelmeßgerät, Diplomarbeit, Technische Hochschule Darmstadt, Institut für Papierfabrikation.
- [21] Jokinen, H., Ämmälä, A., Julien Saint Amand, F., Perrin, B., Niinimäki, J. (2006): Fractionation of pulp fine elements in cleaning, screening and flotation, 12th PTS-CTP Deinking Symposium, Leipzig.
- [22] Heikkurinen, A. (1993): Mechanical Pulp Fines-Characterization and Implications for Defibration, International Mechanical Pulping Conference, Oslo.
- [23] Felsch, H. ; Lichtenthäler, L. (1986): Untersuchungen am Feinstoff und am Faserstoff, Studienarbeit, Technische Hochschule Darmstadt, Institut für Makromolekulare Chemie.
- [24] Kleen, M., Kangas, H., Laine, C. (2003): Chemical characterization of mechanical pulp fines and fiber surface layers, Nordic Pulp and Paper Research J. 18.
- [25] Kangas, H., Kleen, M. (2004): Surface chemical and morphological properties of mechanical pulp fines, Nordic Pulp and Paper Research J. 19.
- [26] Luukko, K., Paulapuro, H. (1999): Mechanical pulp fines: Effect of particle size and shape, Tappi 82.
- [27] Laamanen, L, Sihtola, H. (1962): On the factors influencing the drainage of lye from alkali cellulose slurry, and a method for determining the drainage index, Pap Puu 44.
- [28] Retulainen, E, Luukko, K, Fagerholm, K, Pere, J, Laine, J, Paulapuro, H. (2002): Papermaking quality of fines from different pulps – the effect of size, shape and chemical composition, Appita 55.
- [29] Bäckström, M, Kolar, M., C., Htun, M. (2008): Characterisation of fines from unbleached kraft pulps and their impact on sheet properties, Holzforschung.
- [30] Odabas, N., Hennings, U., Potthast, A., Rosenau, T. (2016): Cellulosic fines: Properties and effects, Progress in Materials Science 83.

- [31] Blechschmidt, J.; Mallon, U.; Schramm, S. (2000): Quantitative Bewertung von Feinstoffen bei der Papiererzeugung, Wochenblatt für Papierfabrikation 128.
- [32] Kangas, H.; Kleen, M. (2004): Surface chemical and morphological properties of mechanical pulp fines, Nordic Pulp and Paper Research Journal 19.
- [33] Luukko, K. (1999): Characterization and Properties of Mechanical Pulp Fines, Dissertation, Helsinki, University of Technology.
- [34] Luukko, K.; Kemppainen-Kajola, P.; Paulapuro, H. (1997): Characterization of mechanical pulp fines by image analysis, Appita 50.
- [35] Krogerus, B., Fagerhom, K.; Tikkaja, E. (2002): Fines from different pulps compared by image analysis, Nordic Pulp and Paper Research Journal 17.
- [36] Wood, J., R.; Karnis, A. (1996): Determination of specific surface area of mechanical pulp fines from turbidity, Paperi ja Puu. 78.
- [37] Retulainen, E., Moss, P., Nieminen, K. (1993): Effect of fines on the properties of fibre networks, Baker CF, Products of papermaking, Leatherhead, UK, Pira International.
- [38] Page, D. H., Seth, R. S., Jordan, B. D., Barbe, M. C. (1985): Curl, crimps, kinks and microcompressions in pulp fibres—their origin, measurement and significance, Transactions of the 8th Fundamental Research Symposium, Oxford UK, Mechanical Engineering Publications Limited, London, vol. 1.
- [39] Kibblewhite, R. P., Brookes, D. B. (1975): Factors which influence the wet web strength of commercial pulps, Appita 8.
- [40] Meitinger, H., Mayr, M. (2016): Paper&Biorefinery Conference 2016, Presentation, Modern Fiber Analyzer-new possibilities with practical usage.
- [41] Mayr, M., Eckhart, R., Bauer, W. (2016): Progress in Paper Physics Seminar 2016, Conference Proceedings, Determination of WRV from fiber and fine fractions and their impact on WRV in the pulp mixture.
- [42] Brecht, W., Sievert, W. (1966): Zur theoretisch-technischen Beurteilung des Mahlprozesses moderner Mahlmaschinen, Das Papier 20.
- [43] Wultsch, F., Flucher, W. (1958): Der Escher-Wyss-Kleinrefiner als Standard-Prüfgerät für moderne Stoffaufbereitungsanlagen, Das Papier 12.
- [44] Mayr, M., Fischer, W., Eckhart, R., Bauer, W. (2015): 18th International Symposium on Wood, Fiber and Pulp Chemistry (ISWFPC), Vienna, Austria, Conference Proceedings 1, Morphological characterization of pulp fines - Evaluation of optical methods.

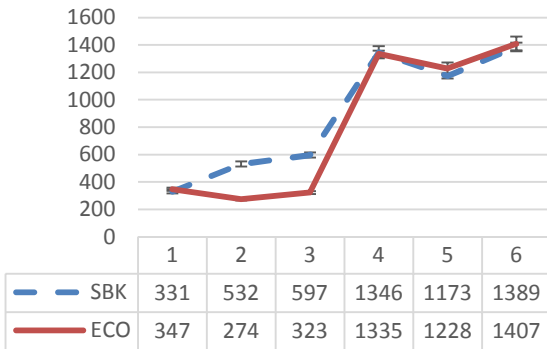
J. ABKÜRZUNGSVERZEICHNIS

AW	Auswaage
BDDJ	Britt Dynamic Drainage Jar
CCD	Charge-Coupled Device
CSF	Canadian Standard Freeness
CTMP	Chemo- Thermomechanical-Pulp
ECO	Ecocell
EL	Elmendorf
EW	Einwaage
FbM	Flächenbezogene Masse
FT	Fibertester
GW	Ground Wood
LF	Leitfähigkeit
LW	Length Weighted
MTBE	Methyl-Tert-Butylether
MW	Mittelwert
PGW	Pressurized Ground Wood
RBA	Relative Bonded Area
RL	Reißlänge
RMP	Refiner Mechanical Pulp
SB	Scott Bond
SBK	Softwood Bleached Kraft
SD	Stoffdichte
SEC	Specific Energy Consumption
SEL	Specific Edge Load
SGW	Stone Ground Wood
SR	Schopper Riegler
TMP	Thermomechanical-Pulp
WRV	Wasserrückhaltevermögen
WW	Weight Weighted

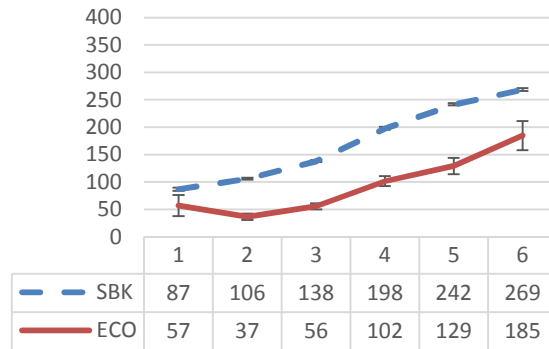
ANHANG A1. Voruntersuchung – Faserlinien



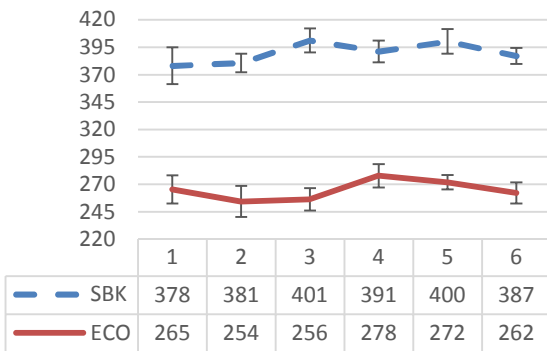
Luftdurchlässigkeit Bendtsen (s)



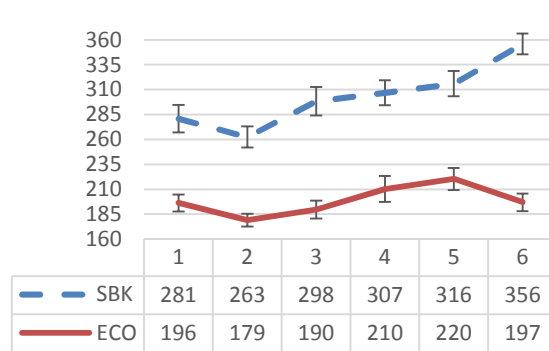
Luftdurchlässigkeit Bendtsen (p)



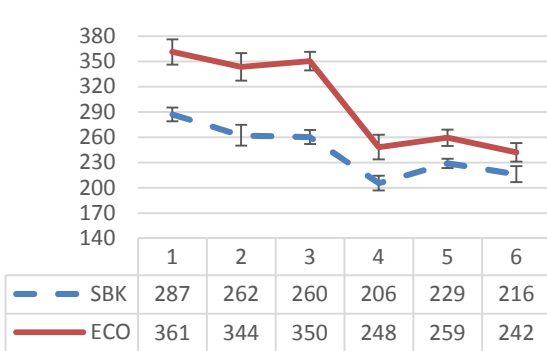
Elmendorf (s)



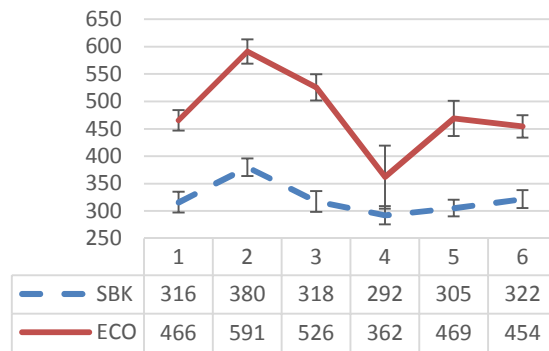
Elmendorf (p)



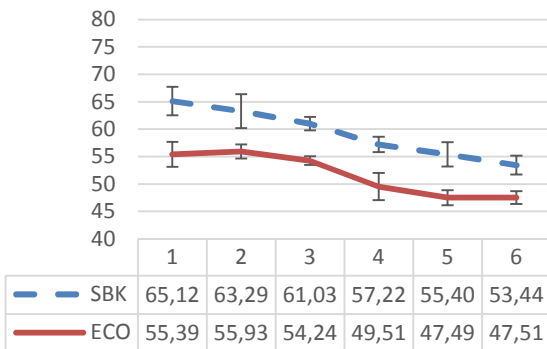
Scott Bond (s)



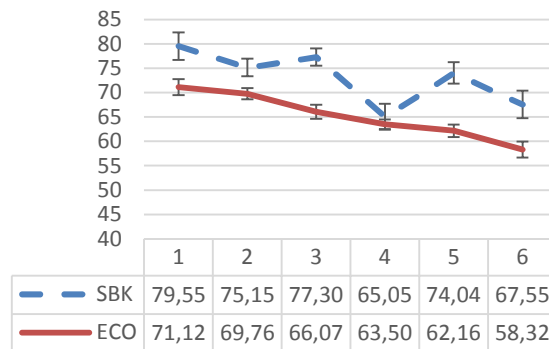
Scott Bond (p)



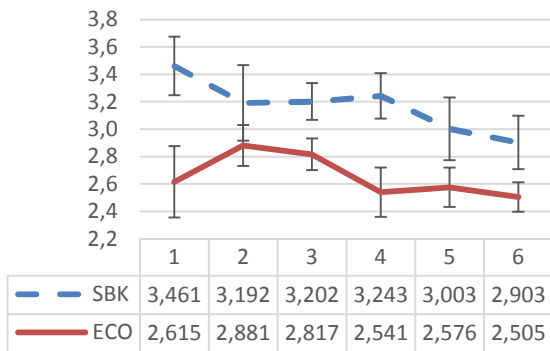
Bruchkraftindex (s)



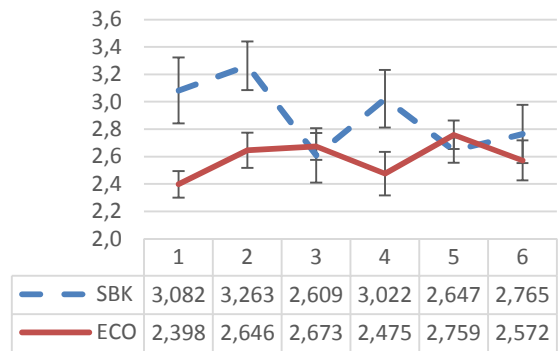
Bruchkraftindex (p)



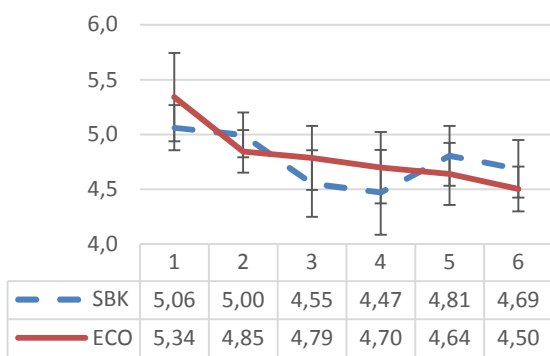
Dehnung (s)



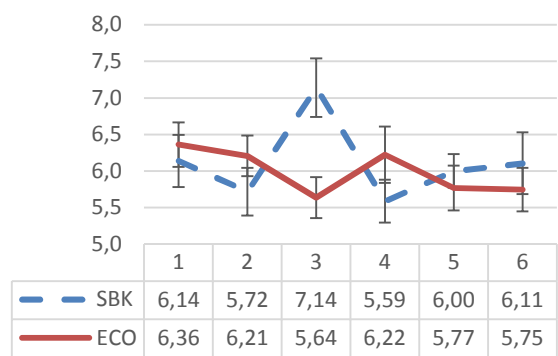
Dehnung (p)



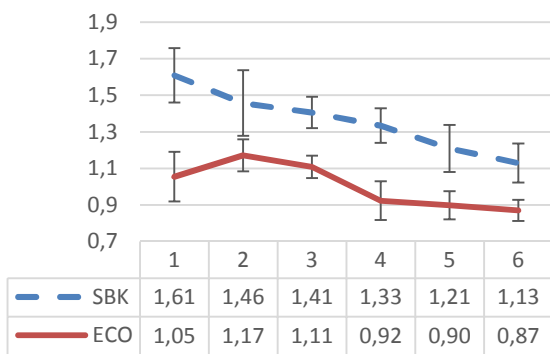
E-Modul (s)



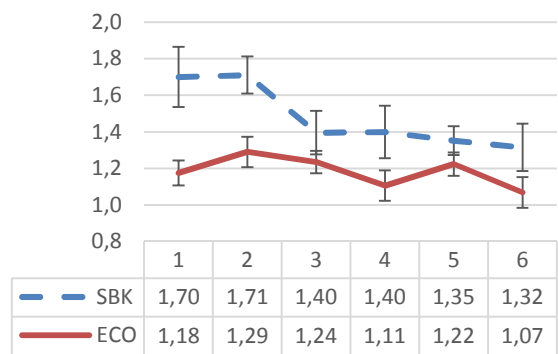
E-Modul (p)



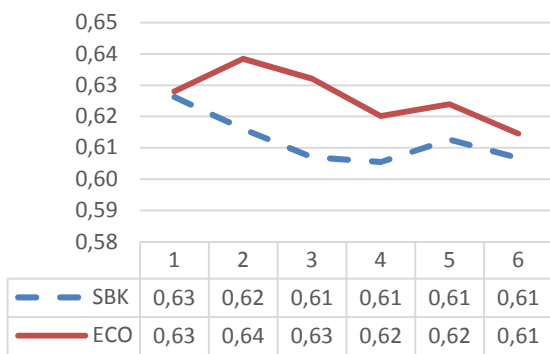
ArbeitsAV Index (s)



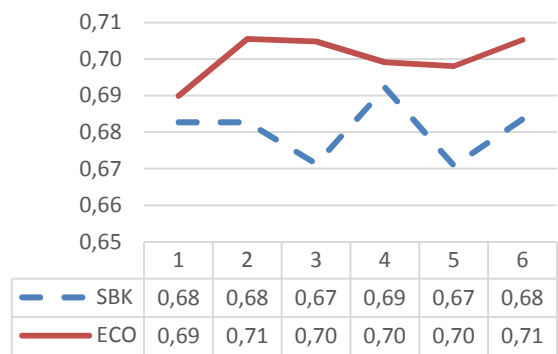
ArbeitsAV Index (p)



Dichte (s)



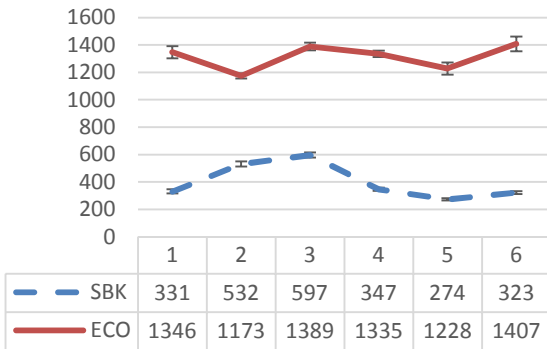
Dichte (p)



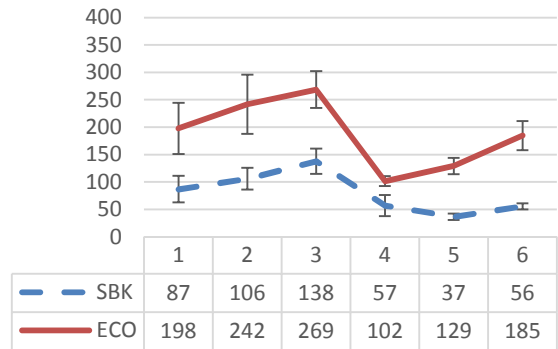
ANHANG A2. Voruntersuchung – Feinstofflinien



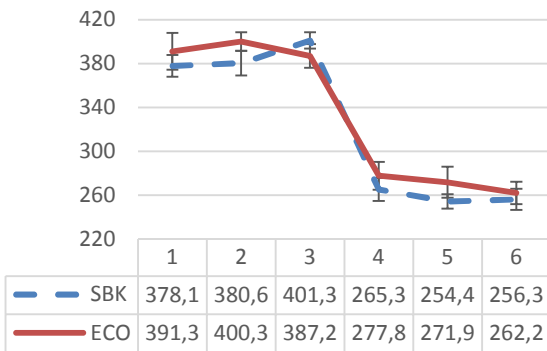
Luftdurchlässigkeit (s)



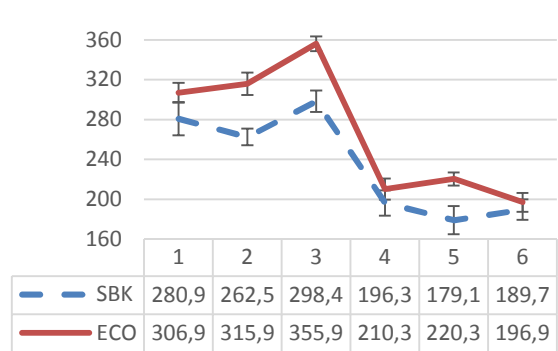
Luftdurchlässigkeit (p)



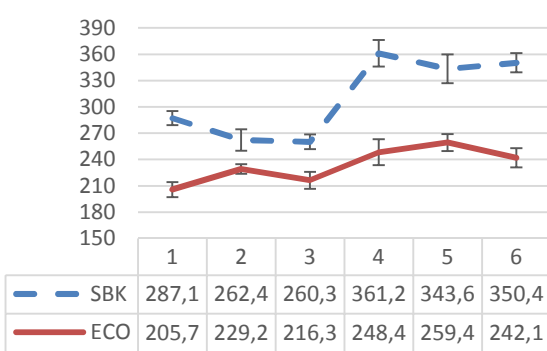
Elmendorf (s)



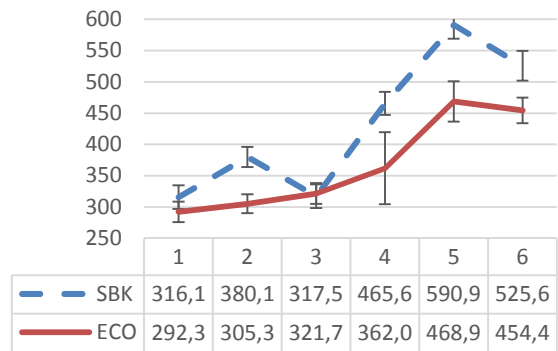
Elmendorf (p)



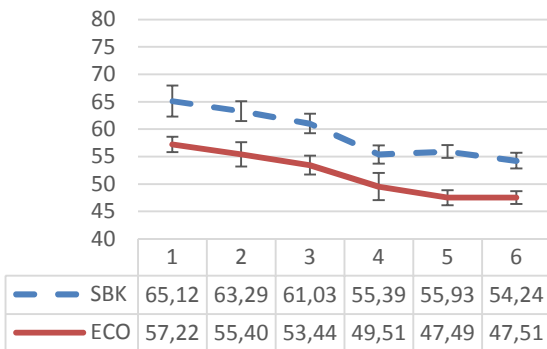
Scott Bond (s)



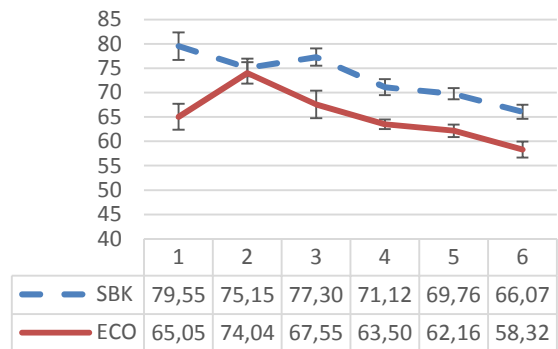
Scott Bond (p)



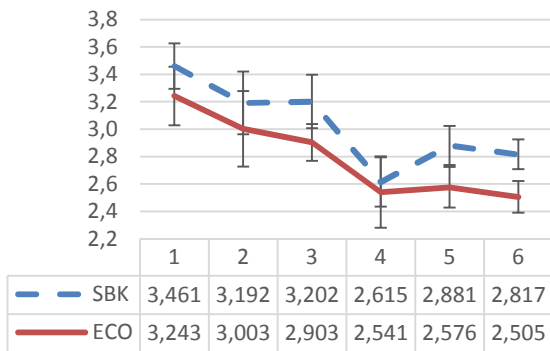
Bruchkraftindex (s)



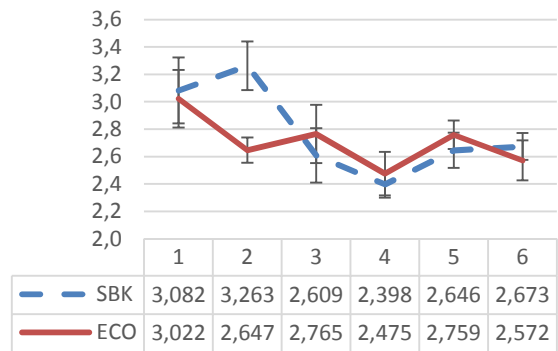
Bruchkraftindex (p)



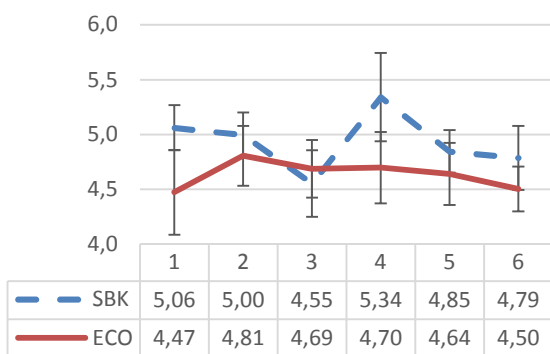
Dehnung (s)



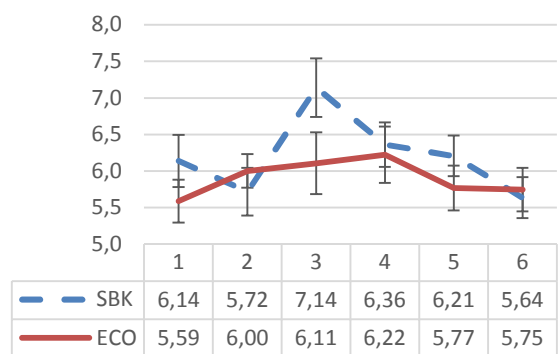
Dehnung (p)



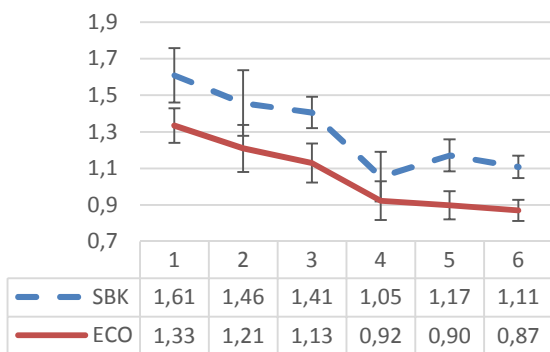
E-Modul (s)



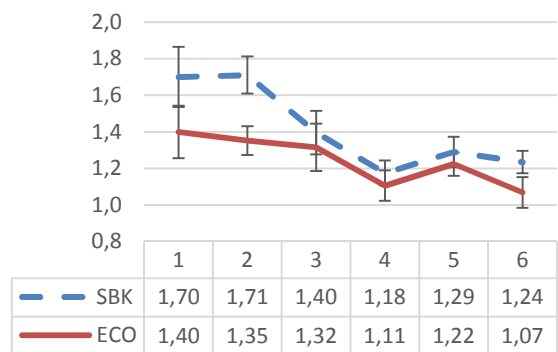
E-Modul (p)



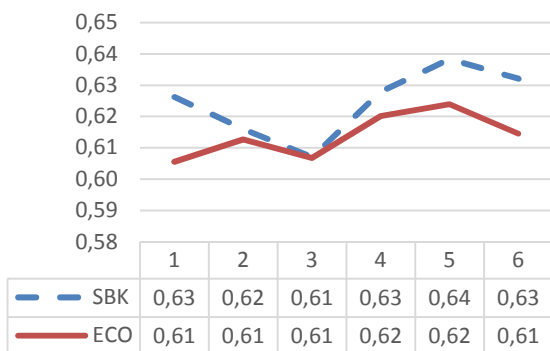
ArbeitsAV Index (s)



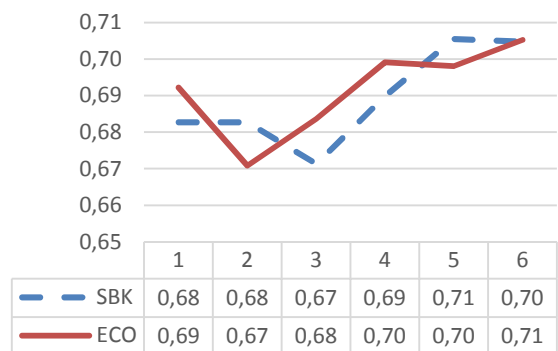
ArbeitsAV Index (p)



Dichte (s)



Dichte (p)



Stoffmischungen (91% Faser + 9% Feinstoff)		SBK 200-0,79 + ECO 130-0,51		SBK 200-0,79 + ECO 130-0,78		SBK 200-0,79 + ECO 130-1,02		SBK 200-1,37 + ECO 90-0,77		SBK 200-1,37 + ECO 130-0,51		SBK 200-1,37 + ECO 130-1,02	
PAPIEREIGENSCHAFT	EINHEIT	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI
WRV	g/g	1,117	0,003	1,161	0,008	1,108	0,005	1,107	0,002	1,135	0,006	1,094	0,004
Mahlgrad	SR	20,9	0,1	19,8	0,4	19,1	0,1	19,1	0,4	18,9	0,1	18,6	0,3
Zetapotential	mV	-15,9	0,1	-21,0	0,2	-24,0	0,2	-15,9	0,0	-18,3	0,2	-17,9	0,0
Flächengewicht	g/m²	60,842	0,572	59,436	0,434	61,545	0,282	60,325	0,599	59,791	0,536	60,312	0,376
Dicke	µm	92,2	0,4	93,0	0,6	96,6	0,7	90,2	0,7	89,8	0,6	91,8	0,8
Volumen	cm³/g	1,514	0,016	1,565	0,010	1,569	0,013	1,495	0,013	1,502	0,009	1,521	0,012
Streukoeffizient	-	19,858	0,287	20,056	0,301	20,232	0,337	19,603	0,299	19,815	0,326	20,132	0,324
Absorptionskoeffizient	-	0,162	0,004	0,152	0,005	0,150	0,004	0,158	0,004	0,143	0,003	0,180	0,020
Opazität	-	61,67	0,38	61,03	0,43	62,18	0,45	61,01	0,44	60,74	0,45	62,11	0,67
Elmendorf	mN	325,0	14,2	316,6	7,6	376,3	12,1	351,9	12,7	300,9	6,7	336,6	8,3
Scott Bond	J/m²	285,0	9,4	312,1	10,9	287,3	13,9	269,9	9,9	318,5	11,2	312,9	12,4
Luftdurchlässigkeit Bendtsen	ml/min	233,8	17,1	219,8	16,9	246,3	14,2	265,3	15,0	241,6	19,6	341,6	24,8
Bruchkraftindex	Nm/g	73,36	1,71	68,53	1,02	67,90	2,30	69,76	3,25	70,75	2,29	66,21	1,84
Dehnung	%	3,15	0,10	2,83	0,07	2,94	0,20	2,62	0,15	3,04	0,13	2,87	0,10
E-Modul	N/mm²	5,43	0,31	5,36	0,32	5,10	0,34	6,00	0,26	5,62	0,34	5,87	0,15
AV-Index	J/g	1,59	0,08	1,35	0,04	1,39	0,11	1,27	0,12	1,49	0,10	1,33	0,08

ANHANG B2: Hauptversuch - Messdaten

Stoffmischungen (91% Faser + 9% Feinstoff)		ECO 130-0,51 + SBK 150-0,77		ECO 130-0,51 + SBK 150-1,02		ECO 130-0,51 + SBK 200-0,79		ECO 130-0,51 + SBK 200-1,37		ECO 130-1,02 + SBK 150-0,77		ECO 130-1,02 + SBK 150-1,02		ECO 130-1,02 + SBK 200-0,79		ECO 130-1,02 + SBK 200-1,37	
PAPIEREIGENSCHAFT	EINHEIT	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI
WRV	g/g	1,200	0,009	1,274	0,020	1,166	0,006	1,236	0,009	1,265	0,005	1,333	0,018	1,321	0,005	1,296	0,017
Mahlgrad	SR	20,7	0,2	30,0	0,5	22,4	0,6	24,5	0,6	23,0	0,2	31,0	0,5	23,5	0,3	27,1	0,3
Zetapotential	mV	-15,9	0,1	-15,3	0,2	-14,7	0,1	-15,9	0,1	-15,3	0,3	-14,9	0,1	-15,4	0,0	-14,1	0,1
Flächengewicht	g/m²	60,068	0,412	59,972	0,351	60,698	0,679	60,718	0,425	61,582	0,214	59,694	0,294	60,718	0,285	59,988	0,322
Dicke	µm	91,8	0,5	90,9	0,6	91,1	0,8	91,9	0,6	94,1	0,6	90,0	0,7	90,0	0,7	91,6	0,6
Volumen	cm³/g	1,528	0,015	1,515	0,017	1,499	0,019	1,515	0,011	1,529	0,011	1,508	0,012	1,482	0,012	1,525	0,011
Streukoeffizient	-	18,076	0,245	17,567	0,232	17,529	0,202	17,513	0,202	17,565	0,324	17,186	0,175	17,042	0,255	16,954	0,252
Absorptionskoeffizient	-	0,230	0,004	0,221	0,002	0,211	0,005	0,204	0,004	0,241	0,005	0,243	0,004	0,235	0,004	0,240	0,006
Opazität	-	60,37	0,39	59,50	0,34	59,57	0,32	59,39	0,27	60,53	0,53	59,18	0,30	59,34	0,43	58,92	0,43
Elmendorf	mN	229,4	6,3	201,3	7,0	220,6	3,5	224,4	8,0	209,7	5,4	195,0	5,9	204,1	5,3	215,3	5,8
Scott Bond	J/m²	308,4	10,1	444,1	12,7	360,7	13,5	401,6	15,7	345,2	12,4	441,1	10,2	354,1	16,2	369,3	12,2
Lufturchlässigkeit Bendtsen	ml/min	169,0	6,8	72,4	3,8	151,5	4,6	110,1	8,5	101,9	6,5	50,3	8,0	92,9	6,6	113,1	5,7
Bruchkraftindex	Nm/g	59,08	1,47	65,74	2,10	63,38	1,72	64,61	1,70	59,31	1,07	61,31	0,67	60,23	1,66	66,28	2,69
Dehnung	%	2,75	0,12	2,78	0,12	2,79	0,10	2,90	0,11	3,23	0,10	3,00	0,10	2,39	0,16	2,62	0,15
E-Modul	N/mm²	5,19	0,39	5,31	0,39	5,28	0,27	4,87	0,19	4,52	0,43	4,98	0,29	5,31	0,45	5,25	0,17
AV-Index	J/g	1,14	0,07	1,26	0,09	1,23	0,07	1,29	0,08	1,36	0,06	1,30	0,05	1,00	0,09	1,20	0,12

Stoffmischungen (91% Faser + 9% Feinstoff)		SBK 200-0,79 + SBK 150-0,77		SBK 200-0,79 + SBK 200-0,79		SBK 200-0,79 + SBK 200-1,03		SBK 200-0,79 + SBK 200-1,37		SBK 200-1,37 + SBK 150-0,77		SBK 200-1,37 + SBK 200-0,79		SBK 200-1,37 + SBK 200-1,03		SBK 200-1,37 + SBK 200-1,37	
PAPIEREIGENSCHAFT	EINHEIT	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI
WRV	g/g	1,144	0,008	1,185	0,007	1,161	0,012	1,209	0,015	1,212	0,006	1,231	0,005	1,213	0,009	1,253	0,006
Mahlgrad	SR	21,2	0,1	22,5	0,2	21,7	0,1	26,0	0,2	23,1	0,1	26,0	0,2	23,3	0,2	25,8	0,1
Zetapotential	mV	-15,7	0,0	-15,0	0,1	-17,7	0,1	-14,4	0,0	-14,1	0,1	-14,3	0,1	-16,8	0,1	-14,0	0,1
Flächengewicht	g/m²	61,286	0,640	60,942	0,574	60,434	0,562	61,236	0,634	60,541	0,484	61,752	0,606	62,502	0,681	59,267	0,395
Dicke	µm	93,4	1,1	92,7	0,7	93,1	0,5	91,8	0,7	92,0	0,6	93,9	0,8	93,3	0,7	88,2	0,4
Volumen	cm³/g	1,524	0,020	1,521	0,010	1,541	0,012	1,499	0,011	1,520	0,018	1,520	0,010	1,493	0,015	1,488	0,012
Streukoeffizient	-	18,886	0,183	18,842	0,487	19,387	0,338	19,230	0,394	18,935	0,278	18,444	0,335	18,666	0,421	17,953	0,379
Absorptionskoeffizient	-	0,134	0,003	0,143	0,006	0,121	0,003	0,129	0,005	0,140	0,003	0,131	0,004	0,123	0,003	0,122	0,002
Opazität	-	60,05	0,26	60,00	0,72	59,99	0,49	60,32	0,60	59,85	0,40	59,62	0,51	59,99	0,60	57,54	0,58
Elmendorf	mN	331,3	10,9	330,9	11,5	334,1	11,0	315,6	14,5	297,8	9,0	302,8	13,7	347,5	13,2	283,1	10,1
Scott Bond	J/m²	380,2	16,8	363,6	14,9	333,9	7,5	414,0	18,5	420,6	19,7	415,5	14,1	399,7	16,1	402,9	17,7
Lufturchlässigkeit Bendtsen	ml/min	207,8	18,1	121,9	4,5	147,8	8,2	151,1	11,3	137,1	6,1	111,0	4,7	80,4	6,0	77,3	5,7
Bruchkraftindex	Nm/g	75,62	2,83	74,98	1,02	76,04	1,21	76,80	1,95	70,72	3,21	80,61	2,10	76,66	1,57	78,69	1,79
Dehnung	%	3,26	0,17	3,00	0,12	3,33	0,11	3,36	0,15	2,98	0,24	3,09	0,11	3,12	0,13	2,90	0,08
E-Modul	N/mm²	5,68	0,35	5,78	0,32	5,39	0,22	5,75	0,20	5,77	0,30	5,95	0,33	5,93	0,28	6,48	0,23
AV-Index	J/g	1,71	0,13	1,55	0,08	1,75	0,07	1,78	0,12	1,48	0,17	1,71	0,10	1,65	0,09	1,56	0,07

Stoffmischungen (91% Faser + 9% Feinstoff)		ECO 130-0,51 + ECO 90-0,51		ECO 130-0,51 + ECO 90-0,77		ECO 130-0,51 + ECO 130-0,51		ECO 130-0,51 + ECO 130-1,02		ECO 130-1,02 + ECO 90-0,51		ECO 130-1,02 + ECO 130-0,51		ECO 130-1,02 + ECO 130-1,02	
		AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI	AV	CI
PAPIEREIGENSCHAFT	EINHEIT														
WRV	g/g	1,051	0,007	1,165	0,006	1,143	0,006	1,155	0,006	1,192	0,006	1,224	0,014	1,214	0,004
Mahlgrad	SR	17,1	0,1	18,9	0,0	17,9	0,9	19,6	0,6	19,0	0,1	20,9	0,5	21,5	0,5
Zetapotential	mV	-21,233	0,053	-17,533	0,107	-20,567	0,107	-21,733	0,213	-19,233	0,141	-22,867	0,053	-23,967	0,053
Flächengewicht	g/m ²	61,811	0,517	60,122	0,210	61,548	0,740	59,799	0,544	61,341	0,600	61,341	0,611	61,035	0,486
Dicke	µm	91,0	0,7	90,9	0,5	92,4	0,7	90,5	0,9	89,9	0,7	92,5	0,9	90,9	1,4
Volumen	cm ³ /g	1,5	0,0	1,5	0,0	1,5	0,0	1,5	0,0	1,5	0,0	1,5	0,0	1,5	0,0
Streukoeffizient	-	19,597	0,357	19,224	0,133	19,214	0,305	18,860	0,299	18,005	0,242	18,725	0,292	18,300	0,167
Absorptionskoeffizient	-	0,217	0,011	0,211	0,011	0,234	0,011	0,230	0,009	0,246	0,006	0,268	0,009	0,252	0,008
Opazität	-	62,83	0,47	61,51	0,30	62,58	0,51	61,27	0,42	61,14	0,37	62,45	0,45	61,49	0,18
Elmendorf	mN	241,3	7,4	240,3	7,0	246,9	10,0	222,8	7,7	219,1	7,6	225,0	8,5	220,0	7,5
Scott Bond	J/m ²	259,4	12,4	251,9	12,0	331,2	24,7	342,1	14,6	274,3	11,9	432,1	10,3	377,9	21,4
Luftdurchlässigkeit Bendtsen	ml/min	297,13	11,64	418,25	18,07	302,88	42,91	212,25	18,32	167,75	13,53	219,38	41,16	131,13	15,18
Bruchkraftindex	Nm/g	53,87	0,88	54,05	1,01	55,83	1,98	56,98	0,77	56,48	1,41	57,13	1,71	55,47	1,01
Dehnung	%	2,54	0,10	2,56	0,11	2,57	0,10	2,41	0,12	2,40	0,13	2,37	0,18	2,79	0,15
E-Modul	N/mm ²	5,40	0,29	4,74	0,30	5,15	0,30	5,13	0,32	5,84	0,40	5,76	0,36	5,23	0,34
AV-Index	J/g	0,97	0,06	0,97	0,06	1,01	0,06	0,95	0,06	0,96	0,07	0,95	0,10	1,15	0,14

ANHANG B3. Hauptversuch - Normierte Ergebnisdarstellung

