

## **Titel**

# **Verbesserung der Leimung durch Steuerung der AKD-Faserstoff-Wechselwirkung**

M. Fiedler, K. Erhard

## **Inhalt**

<b>1</b>	<b>Zusammenfassung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Abstract</b>	<b>3</b>
<b>3</b>	<b>Einleitung</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>Versuchsdurchführung</b>	<b>8</b>
<b>5</b>	<b>Charakterisierung der einbezogenen Faserstoffe</b>	<b>9</b>
<b>6</b>	<b>Systematische Untersuchungen zur Aufklärung faserbedingter Einflüsse auf die AKD-Leimung</b>	<b>10</b>
6.1	AKD-Leimung in Abhängigkeit des Mahlunگزustandes - Vergleich Entwässerungswiderstand ca. 20 SR und 30 SR	10
6.1.1	Einfluss des Entwässerungswiderstand ca. 20 SR und 30 SR auf die AKD-Leimung ohne Füllstoff .....	11
6.1.2	Einfluss des Füllstoffes auf die AKD-Leimung bei Entwässerungswiderstand von ca. 20 SR und 30 SR.....	13
6.2	AKD-Leimung von fraktionierten Faserstoffen (mit und ohne Feinstoff)	15
6.2.1	Chemisch morphologische Charakterisierung der Gesamt- und Langfaserstoffe .....	15
6.2.2	Einfluss der Gesamt- und Langfaserstoffe auf die AKD-Leimung .....	16
<b>7</b>	<b>Exemplarische Anwendung der Forschungsergebnisse</b>	<b>19</b>
<b>8</b>	<b>Schlussfolgerungen für Zellstoffauswahl und Mahlung</b>	<b>20</b>
<b>9</b>	<b>Erarbeitung einer Optimierungsstrategie zur Einsparung von AKD</b>	<b>21</b>
<b>10</b>	<b>Wirtschaftlichkeitsbetrachtung</b>	<b>22</b>

## 1 Zusammenfassung

---

**Thema** Verbesserung der Leimung durch Steuerung der AKD-Faserstoff-Wechselwirkung.

---

**Zielstellung und Lösungsweg** Ziel des Forschungsprojektes war die Verbesserung der Leimungswirkung von AKD-Leimungsmittel im Papier durch die vom Faserstoff ausgehenden Einflüsse.

Dazu wurde untersucht, welchen Einfluss die Faserstoffart und deren morphologische Eigenschaften, die Faserstoffzusammensetzung sowie die Faserladung und zugegebene Füllstoffe auf die Ausbildung der Leimungswirkung haben. Voraussetzung hierfür war die Entwicklung einer robusten Methode zur differenzierten Erfassung des gesamten und des gebundenen AKD im Papier.

Durch eine getrennte Betrachtung der Wechselwirkungen, die im Wet End die Leimungsmittelretention bestimmen und in der Trockenpartie der Papiermaschine dann zur Ausbildung der Leimungswirkung führen, wurde es möglich, deren Einflusstärke zu erkennen. Wie kann die Leimungswirkung verbessert werden?

Die Differenzierung von gebundenem und ungebundenem AKD sollte durch die zu entwickelnde Methode auf Basis der NIR-Technik geliefert werden.

Die in die Untersuchungen einbezogenen Faserstoffe unterschieden sich hinsichtlich ihrer chemischen und morphologischen Eigenschaften. Die Einbeziehung von Baumwolllinters als rein cellulosischen Faserstoff in die Untersuchungen sollte den Einfluss der Hemicellulosen verdeutlichen. Die Untersuchungen erfolgten an definiert geleimten ungefüllten und gefüllten Papieren, die bei zwei verschiedenen Entwässerungswiderständen (ca. 20 und 30 SR) erzeugt worden waren.

---

**Ergebnisse** Es wurde eine Methode entwickelt, das durch Veresterung nicht gebundene AKD durch Extraktion aus dem Papier zu entfernen, wobei sich Hexan als das geeignetste Extraktionsmittel erwies. Durch eine NIR-spektroskopische Messung des AKD-Gehaltes im Papier vor und nach der Extraktion wurde es möglich, den Anteil des gebundenen AKD zu ermitteln.

Folgendes Verhalten wurden beobachtet:

Retention: Die AKD-Retention ist bei Nadelholz-Zellstoffen besser als bei Laubholz-Zellstoffen; am besten bei BW-Linters. In Gegenwart von Füllstoff wird die AKD-Retention verschlechtert.

Leimungswirkung: Der Anteil an gebundenem AKD ist bei Nadelholz-Zellstoffen höher als bei Laubholz-Zellstoffen und BW-Linters. Stärker gemahlene Faserstoffe oder höherer Gehalt an Mahlunfeinstoffen führen verstärkt zur Ausbildung von gebundenem AKD. Eine Ausnahme bildet BW-Linters.

Die Ergebnisse der Technikums- und Laboruntersuchungen zeigten, dass die AKD-Retention nicht allein ladunggetrieben abläuft, sondern auch von den Eigenschaften der Faseroberfläche bestimmt wird. Hier sind auch die Einflüsse des Stärke-Schutzkolloids zu beachten.

---

Zur Ausbildung der Leimungswirkung sind dann offensichtlich bevorzugt gering geladene und gut zugängliche Cellulose-Oberflächen mit hohem Ordnungszustand befähigt.

Diese Ergebnisse bestätigen die in zwei Papierfabriken vorgenommenen Untersuchungen zur AKD-Retention und Leimungswirkung.

---

**Schlussfolgerung**

Die Entwicklung einer Messmethodik zur Unterscheidung zwischen gebundenem und ungebundenem AKD ermöglicht eine differenzierte Aussage zu Retention und zur Ausbildung der Leimungswirkung im Papier. Dabei ist eine getrennte Betrachtung der Prozesse, im Wet End und während der Papiertrocknung nötig.

Eine optimale Retention der AKD-Dispersion erfolgt dann, wenn die anionischen Ladungszentren an der Oberfläche der Fasern zugänglich sind und mahlungsbedingte Feinstoffe retendiert werden. Die Einstellung der notwendigen Fasereigenschaften kann durch Mahlung erreicht werden, wobei SR-Wert und Feinstoffbildung durch das zu produzierende Papier begrenzt werden.

Um den nachteiligen Füllstoffeinfluss auf die Retention zu begrenzen, sollte der Füllstoff getrennt vom AKD dosiert werden, möglichst nach der AKD-Dosierung.

Die Ausbildung von gebundenem AKD und einer guten Leimungswirkung in der Trockenpartie werden durch folgende beeinflusst:

Anionische Hemicellulosen stoßen offensichtlich die anionischen  $\beta$ -keto-Säure des Leimungsmittels elektrostatisch ab und es kommt in diesen Bereichen nicht zur Ausbildung des  $\beta$ -keto-Esters.

Außerdem wird deutlich, dass hoch geordnete Strukturbereiche der Faser und eine große, gut zugängliche trockene Faseroberfläche zur Ausbildung von Leimungswirkung, gemessen als gebundenes AKD Voraussetzung sind. Dabei ist die BET-Oberfläche des trockenen Papiers ein Maß für die Zugänglichkeit der trockenen Faseroberfläche (Linters vs. Zellstoff!).

Unter Berücksichtigung dieser Bedingungen können Faserstoffe gezielter ausgewählt und aufbereitet werden, so dass entweder durch Verbesserung der AKD-Retention oder gute Bedingungen in der Trockenpartie eine akzeptable Leimungswirkung erreicht wird.

Durch Anwendung der Ergebnisse können vor allem kleine und mittlere Unternehmen kostenintensives AKD-Leimungsmittel einsparen und im Wettbewerb besser bestehen.

---

**Danksagung**

Das Forschungsvorhaben IGF 14373BR der Forschungsvereinigung PTS wurde im Programm zur Förderung der „Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)“ vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie über die AiF finanziert. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Unser Dank gilt außerdem den beteiligten Firmen der Papier- und Zulieferindustrie für die Unterstützung der Arbeiten.

---

## 2 Abstract

---

**Subject**

Improved sizing performance through controlled AKD - fibre interaction

---

**Objective and approach**

Objective of this research project was the improvement of AKD sizing performance in paper via influences originating from the pulp.

The influences of pulp types and their morphological properties, of pulp composition, fibre charges and filler additions on the development of sizing effects were investigated in papers manufactured under pre-defined conditions. The interactions responsible for sizing aid retention in the wet end and those leading to the development of sizing effects in the PM drying section were looked at separately in order to determine the strength of these individual influences. The findings from these investigations were used to derive recommendations for procedures leading to better sizing results.

In the method to be developed, the differentiation between bonded and unbonded AKD was to be achieved by means of NIR technology.

---

**Results**

Model papers were examined to develop a method which differentiates between bonded and unbonded AKD by means of differential measurement. The method is based on the experience that AKD bonded by esterification cannot be removed from paper by extraction, with hexane being identified as the most suitable extractant here. The share of bonded AKD could thus be determined from the AKD contents measured before and after extraction in the paper.

The pulps included in the investigation differed in chemical and morphological properties. Cotton linters were examined as typical purely cellulosic fibres, to show the influence of hemicelluloses. Tests were done with both filled and unfilled papers, which had been produced at two different beating levels (approx. 20 and 30 SR) and sized under pre-defined conditions. The following behaviour was observed:

Retention: AKD retention was better in softwood than in hardwood pulps; and best in the linter pulp. AKD retention deteriorated in the presence of fillers.

Sizing effect: The share of bonded AKD was higher in softwood pulps than in hardwood or linter pulps. Increased refining and higher fines contents due to refining resulted in the increased formation of bonded AKD (except for linter pulp).

Pilot plant and laboratory tests indicated that AKD retention is driven not only by charge distribution, but also by the surface properties of fibres. Influences of the starch protective colloid must be taken into account here as well.

Obviously, it is preferably the lowly-charged, easily accessible and highly ordered cellulose surfaces which are capable of producing the sizing effect. These results are in agreement with two previous mill studies on AKD retention and sizing performance.

---

---

**Conclusions**

A measuring method which differentiates between bonded and unbonded AKD can provide detailed and distinct information on retention and the final sizing effect in paper. It is useful to distinguish between wet end and drying processes here.

Preconditions for optimum retention of the AKD dispersion are readily accessible anionic charge centres on fibre surfaces and the retention of refining-induced fines. Fibre properties can be accordingly adjusted by refining, with SR freeness and fines formation being limited by the paper to be produced.

To limit their adverse effects on retention, fillers should not be added together with AKD size. Preferably, they should be added downstream of the AKD dosing point.

Good sizing effects due to bonded AKD are achievable in the drying section under the following conditions:

Ester formation between the OH groups of fibres and the sizing agent's unstable, anionic  $\beta$  keto acid is obviously influenced by charge distributions on the fibre surface. Because the anionic  $\beta$  keto acid of the sizing agent is repelled by the highly anionic hemicelluloses, no  $\beta$  keto ester can be formed in these areas.

The results showed very clearly that in order to achieve good sizing results (measured as bonded AKD), fibres must have highly ordered structural units and large, easily accessible dry surfaces. The BET surface of dry paper is a measure of the accessibility of dry fibre surfaces.

Taking these conditions into account, pulps can be specifically selected and treated to achieve acceptable sizing results by either improved AKD retention or more favourable conditions in the drying section.

This enables especially small and medium-sized paper producers to save expensive AKD size and become more competitive.

---

**Acknowledgement**

The IGF 14373BR research project of the research association PTS was funded within the program of promoting "pre-competitive joint research (IGF)" by the German Federal Ministry of Economics and Technology BMWi and carried out under the umbrella of the German Federation of Industrial Co-operative Research Associations (AiF) in Cologne. We would like to express our warmly gratitude for this support.

We would also like to express our thanks to the involved companies from the paper industry and its allied suppliers for supporting the project work.

---

### 3 Einleitung

---

#### Ausgangssituation

Die Leimung dient der gezielten Hydrophobierung von Papier, um seine Beschreib- und Bedruckbarkeit zu gewährleisten oder wasserabweisende Eigenschaften, wie sie in Foto-, Etikettenpapieren oder anderen Spezialanwendungen gefordert sind, zu erreichen. Im Segment der holzfreien ungestrichenen und gestrichenen graphischen Papiere sowie für die genannten Spezialpapiersortimente, die von gebleichten Zellstoffen als Faserstoff ausgehen, wird die angestrebte Leimungswirkung vor allem durch Anwendung von AKD-Leimungsmittel erzielt. In diesen Papiersortimenten wurden in Europa 2006 etwa 24.000 t AKD-Wirksamkeit eingesetzt. In handelsüblichen Produkten weist diese meist einen Gehalt von etwa 5 bis 20 % auf. AKD-Leimungsmittel zählen zu den synthetischen Leimungsmitteln. Sie werden im neutralen bis schwach alkalischen Bereich eingesetzt und erfüllen die Bedingungen an die Neutralleimung bei Anwendung von Kalziumkarbonat als Füllstoff.

Nach Dosierung der AKD-Dispersion läuft der Prozess der AKD-Leimung in den Schritten Retention und Fixierung, Spreiten auf der Faser und Ausbildung der Bindung zur Faser ab. Durch letzteren Schritt erfolgt die bipolare Orientierung des AKD zur Faseroberfläche und es wird Leimungswirkung erzielt (siehe **Abb. 1**).

---

#### Wirksamkeit

Alkyl-Keten-Dimer, auch als AKD bezeichnet, ist die Wirksamkeit des AKD-Leimungsmittels, das mit der Anwendung von Kalziumkarbonat als Füllstoff und Streichpigment sowie der daraus resultierenden Neutralfahrweise im Bereich der gestrichenen und ungestrichenen grafischen Papiere zur breiten Anwendung fand. Sein Einsatz erfolgt aber auch in Spezialpapiersortimenten, um das Papier gezielt mit hydrophoben Eigenschaften auszurüsten, wie das bei Etiketten-, Inkjet- und Fotorohpapieren der Fall ist. Bei Alkyl-Keten-Dimeren handelt es sich um ungesättigte Lactone, die überwiegend aus Stearinsäure erzeugt werden. – vgl. auch **Abb. 1** und **2** [1, 2, 3, 4]. Da AKD ein hydrophober, wachsartiger Feststoff ist, wird es als kationische Dispersion in der Papiererzeugung eingesetzt. Als Schutzkolloid fungiert dabei kationische Stärke. Diese Produkte der 1. Generation werden mit einer Wirkstoffkonzentration bis etwa 10 % erzeugt. Durch Modifizieren des Schutzkolloids mittels synthetischer, kationischer Polymere oder Polymerdispersionen stehen heute AKD-Leime der 2. und 3. Generation zur Verfügung. Sie weisen Wirkstoffgehalte bis 25 % und bessere Leimungscharakteristika auf. Die Modifizierung erfolgt dabei meist mittels niedermolekularer kationischer Polyelektrolyte hoher Ladungsdichte oder durch hydrophobe, amphotere Polymere geringer Ladungsdichte [1, 5, 6, 7]. Die angestrebte gezielte Nutzung der Wirkmechanismen wird noch im Folgenden beschrieben.

---

#### Wirkmechanismen

Der Lacton-Ring des AKD ist sehr reaktionsfähig und kann mit OH-Gruppen  $\beta$ -keto-Ester bilden. Erfolgt diese Reaktion an OH-Gruppen der Cellulose oder der Hemicellulosen, so wird das AKD über eine kovalente Bindung an der Oberfläche der Faser fixiert und immobilisiert. Durch seine Ausrichtung (siehe auch **Abb. 1** und **2**) wird die Faseroberfläche hydrophobiert - Leimungswirkung wird erzielt. Erfolgt die Reaktion mit den OH-Gruppen des Wassers, so wird durch Hydrolyse und Decarboxylierung aus dem AKD ein Keton gebildet, das nicht mehr zur

---

Reaktion mit der Faser befähigt ist, keine Leimungswirkung besitzt und im Wasserkreislauf zur Agglomeration und Abscheidung neigt. In welcher Richtung die Reaktion bevorzugt abläuft zeigen folgende kinetischen Daten [7, 8, 9]:

Es wird ersichtlich, dass bei 70°C die Veresterungsreaktion im Papier in der Trockenpartie 10-mal so schnell abläuft wie die Hydrolyse. Setzt man zusätzlich in Rechnung, dass der voranschreitende Wasserentzug in der Trocknung die Veresterung begünstigt und die Hydrolyse zurückdrängt, so wird die AKD-Fixierung an der Faser deutlich begünstigt. Für die Praxis heißt dies, dass einmal auf der Faser retendiertes AKD vorrangig zum Celluloseester reagieren wird, da die Konkurrenzreaktion der Hydrolyse kinetisch benachteiligt ist. Dies setzt aber voraus, dass für die Veresterung eine reaktionsfähige Faseroberfläche zur Verfügung steht.

Retendiertes AKD-Partikel (Dispersion)  
Adsorption – keine Leimung

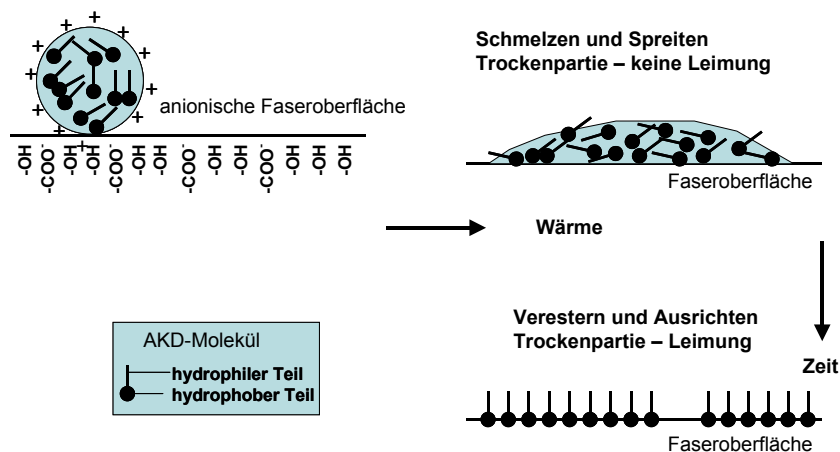


Abb. 1 Verhalten des AKD im Leimungsprozess [7]

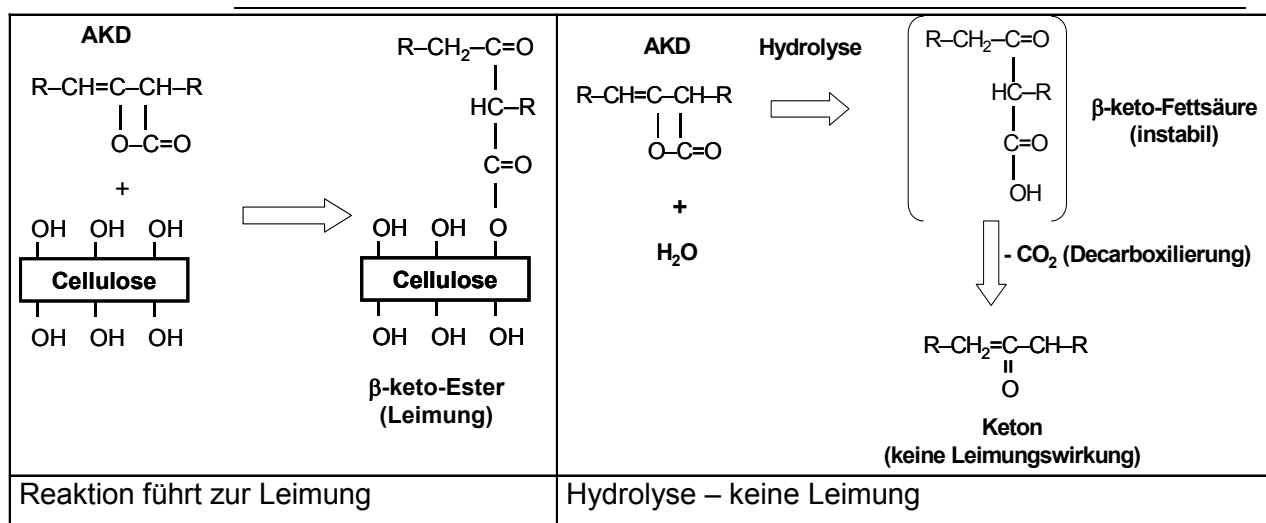


Abb. 2 Mögliche Reaktionswege des AKD beim Leimungsprozess [7]

---

**Retention des AKD**

In Abhängigkeit von der Reinheit des Alkyl-Keten-Dimeren liegt sein Schmelzpunkt im Bereich von 45 – 55°C. Für reinere Produkte mit einem hohen C<sub>18</sub>-Anteil wird ein Schmelzpunkt nahe 55°C beobachtet und für Produkte mit Beimischungen niedermolekulare Fettsäuren, den sogenannten C<sub>16</sub>/C<sub>18</sub>-AKD-Produkten, wird ein Schmelzbereich von etwa 45 – 52°C verzeichnet. Für den Einsatz der AKD-Dispersion in der Stoffaufbereitung vor der Papiermaschine ist es wichtig, dass ihr Schmelzbereich nicht erreicht wird, da sonst die Wirkung des Schutzkolloids verloren geht und so das AKD agglomerieren und in Verbindung mit Ca-Ionen zu klebenden Verunreinigungen und zu Ablagerungen führen kann. Derartig verändertes AKD liegt nicht mehr als hydrophobe, kationische Dispersion vor und kann nicht mehr durch starke ionische Wechselwirkungen zwischen dem Schutzkolloid und der anionischen Faser retendiert werden [10, 11].

Das auf der Faser retendierte AKD-Schutzkolloid-Addukt im Papier wird bei überschreiten der Schmelztemperatur in der Trockenpartie der Papiermaschine zerstört und das AKD spreitet auf der Faser, wobei eine monomolekulare Bedeckung angestrebt wird. Diese Spreitung ist Voraussetzung dafür, dass das AKD soweit an die OH-Gruppen der Faser angenähert wird, dass sie miteinander reagieren können.

---

**Einfluss Faserstoff**

Die Retention der kationischen AKD-Dispersion wird durch starke elektrostatische Wechselwirkungen mit anionischen Ladungszentren der Stoffsuspension angetrieben. Dabei ist es wichtig, dass die Retention möglichst auf Faserbestandteilen erfolgt, damit die beschriebenen Reaktionen des AKD mit den OH-Gruppen der Faser ablaufen können. Nicht retendierte AKD-Dispersion geht durch Hydrolyse verloren. Nur das auf der Faser retendierte AKD erzielt durch die Esterbindung zur Faser die angestrebte Leimungswirkung.

---

**Einfluss Füllstoff**

Bei Einsatz von Füllstoffen treten diese als anionische Feinstoffe in Konkurrenz zu den anionischen Faserbestandteilen. Ihre große spezifische Oberfläche in Verbindung mit ihrer anionischen Ladung führen dabei zur Retention von AKD-Dispersionsteilchen am Füllstoff. Dieses AKD geht für die Reaktion mit der Faseroberfläche zum größten Teil verloren. Einerseits wird dieser Verlust durch den geringeren Grad der Füllstoffretention verursacht und andererseits steht dieses AKD der Faseroberfläche nicht für Bindung zur Faser zur Verfügung. Wenn es gelingt, beim Spreiten Anteile des AKD auf die Faseroberfläche zu übertragen, kann dadurch die Leimungswirkung gesteigert werden. Durch eine Trennung der AKD- und Füllstoffdosierung in der Stoffaufbereitung kann erreicht werden, dass zuerst die AKD-Dispersion mit dem Faserstoff reagieren kann.

---

**Einfluss Faserfeinstoff**

Diese Szenarien machen bewusst, dass der Retention der AKD-Dispersionsteilchen auf der Faser und Faserbestandteilen die entscheidende Bedeutung zukommt. Hierbei ist es nötig, die Faser durch Mahlung so zu reaktivieren, dass vorhandene anionische Ladungen an der Oberfläche der Fasern zugänglich werden und durch Einstellen des optimalen pH-Wertes 8 in ionisierter Form vorliegen. So können diese anionischen Zentren die Retention fördern, indem sie direkt mit den kationischen Dispersionsbestandteilen in Wechselwirkung treten. Dies trifft besonders auf die in der Mahlung gebildeten Feinstoffe zu [7].

---



- 
- Forschungsziel** Ziel des Forschungsprojekts war die Verbesserung der Leimungswirkung im Papier durch eine Steuerung vom Faserstoff ausgehenden Einflüsse, wobei die bekannten, vom Füllstoff ausgehenden Effekte zu berücksichtigen waren. Es sollte aufgeklärt werden, welcher Zusammenhang zwischen der Leimungswirkung in definiert erzeugten Papieren und
- der Faserstoffart,
  - der Faserstoffzusammensetzung (Cellulose- und Hemicellulosegehalt und Oberflächenstruktur),
  - der Fasermorphologie und der Faserstoffladung in Bezug zu
  - dem Füllstoffgehalt und zu
  - den Erzeugungsbedingungen in der Stoffaufbereitung und in der Trockenpartie der PM

besteht.

Damit sollten Voraussetzungen geschaffen werden, um durch gezielte Auswahl und Aufbereitung der Faserstoffe die effektivere Leimungswirkung bei reduziertem Einsatz des Leimungsmittels AKD zu erreichen ohne andere papiertechnologische Eigenschaften oder Papierqualitätsparameter, wie Festigkeit, Porosität/Rohdichte und optische Eigenschaften zu verschlechtern. Auf dieser Basis wird eine Optimierungsstrategie zur Einsparung von AKD-Leimungsmittel durch Verbesserung seines Ausnutzungsgrades sowie durch Reduzierung der zur Leimung notwendigen AKD-Menge erarbeitet.

---

## 4 Versuchsdurchführung

---

- Wirkprinzipien** Die Untersuchungen des Forschungsvorhabens waren auf eine gezielte systematische Erweiterung des Kenntnisstandes zur AKD-Leimung gerichtet. Dies betraf sowohl die weitere Aufklärung der kolloidchemischen und chemischen Wirkprinzipien der Leimung, die zwischen Faserstoff und AKD-Dispersion in der Stoffaufbereitung und im Wet End ablaufen als auch die in der Trockenpartie zur Ausbildung der Leimungswirkung führen.
- 

- NIR-Analysenverfahren** Dazu war die schnell und einfach durchzuführenden NIR-Analysenverfahren, die die Verteilungs- und Bindungsverhältnisse von AKD-Leimungsmitteln in der Stoffaufbereitung und im Papier ermöglichen, weiterzuentwickeln, so dass dadurch die Retentionsverhältnisse und der Anteil des gebundenen AKD im Papier ermittelt und in Relation zum Leimungsgrad gesetzt werden konnten [12].
- 

- Papier-eigenschaften** Die gleichzeitige Einbeziehung der Entwicklung von Papierfestigkeit und -struktur sowie optischer Eigenschaften sollte einseitige Vorgehensweisen unter alleiniger Betrachtung der Leimungsvorgänge ausschließen. Der Abgleich der Leimungswirkung auf der einen Seite und den genannten Papiereigenschaften auf der anderen Seite in Abhängigkeit von morphologischen und chemischen Faserstoffeigenschaften sollten zeigen, in welchem Maße durch geeignete Faserstoffauswahl und Mahlung papiertechnologische Eigenschaften neben der Leimungswirkung gewährleistet werden können. Dadurch sollte es möglich werden, bisher ungenutzte Faserstoffpotenziale zu erschließen.
-

## 5 Charakterisierung der einbezogenen Faserstoffe

### Übersicht Faserstoffe

Folgende Faserstoffe (**Tab. 1**) wurden in die Untersuchungen einbezogen:

**Tab. 1: Ausgewählte Faserstoffe**

Faserstoff	Rohstoff / Bemerkung
NH-ECF-Sa	Fichte/Kiefer / ECF gebleicht
NH-TCF-Sa	Fichte/Kiefer / TCF gebleicht
Euc1	Eukalyptus globulus (Europa)
Euc2	Eukalyptus grandis (Südamerika)
Birke	Birkenzellstoff / ECF gebleicht
Ahorn	Ahornzellstoff / ECF gebleicht
BW-Linters	Baumwoll-Linters-Zellstoff

Die ausgewählten Faserstoffe unterscheiden sich hinsichtlich Holzart und geografischer Herkunft. In die Untersuchungen wurde ein Baumwoll-Linters einbezogen, um den Einfluss der Hemicellulosen erfassen zu können, da dieser nahezu hemicellulose frei ist.

### Chemische Eigenschaften

Die unterschiedlichen Rohstoffspezies legen morphologische Fasereigenschaften fest. Im Ergebnis von Aufschluss und Bleiche werden die Anteile an Restlignin, Cellulose und Hemicellulose in der Faserwand festgelegt. Einen Überblick über die chemischen Eigenschaften der eingesetzten Faserstoffe gibt **Tab. 2** wieder.

**Tab. 2: Chemische Eigenschaften der Faserstoffe**

Faserstoff	Asche 525 °C	Kappa	WR V	Löslichkeit in NaOH		GVZ	Gesamt- ladung	Oberfl.- ladung
				S <sub>5</sub>	S <sub>18</sub>			
	[%]		[%]	[%]	[%]	[ml/g]	[mmol/kg ]	[mmol/kg]
NH-ECF	0,34	0,5	131	6,9	12,4	605	38,3	26,7
NH-TCF	0,32	1,1	133	6,7	12,4	573	38,5	26,4
Euc1	0,37	0,7	127	12,1	5,4	892	71,2	25,7
Euc2	0,50	0,6	147	11,3	6,4	743	74,2	22,1
Birke	0,55	1,5	156	18,0	8,3	749	77,7	29,9
Ahorn	0,43	-	140	14,6	9,4	353	64,6	28,6
BW-Linters	0,10	< 0,3	104	1,3	0,8	719	14,8	17,9

Aus der chemischen Charakterisierung der Zellstoffe wird ersichtlich, dass diese sich deutlich unterscheiden. Die unterschiedlichen Eigenschaften der Faserstoffe bilden deren Variabilität, die durch Faserstoffauswahl beeinflussbar ist.

## 6 Systematische Untersuchungen zur Aufklärung faserbedingter Einflüsse auf die AKD-Leimung

**Vorgehen** Es wurde untersucht, ob durch Mahlung und Bildung reaktiver Feinstoffe in Abhängigkeit vom Zellstofftyp die Retention des AKD am Feinstoff gesteigert werden kann.

Die im Antrag vorgesehenen Untersuchungen zur AKD-Leimung im Labormaßstab wurden im kleintechnischen Maßstab auf der Papiermaschine ausgeführt, um durch die praxisrelevanten Trocknungsbedingungen wirklichkeitsnahe Leimungsergebnisse zu erzielen.

Die Untersuchungen erfolgten an zwei Mahlpunkten mit einem Entwässerungswiderstand von ca. 20 und 30 SR.

Für die Papiererzeugung wurden folgende Additive zudosiert:

- AKD: 3% bzw. 4% (bei Füllstoffzugabe) Handelsware
- Retentionsmittel: (konstant 0,15% vor dem Stoffauflauf)

Füllstoff: CaCO<sub>3</sub>, Füllstoffgehalt: ca. 28% im Papier

Die eingesetzten Faserstoffe sind in **Tab. 1** aufgeführt.

### 6.1 AKD-Leimung in Abhängigkeit des Mahlzustandes - Vergleich Entwässerungswiderstand ca. 20 SR und 30 SR

#### Mahlungsbedingungen

Die Faserstoffe wurden unter folgenden Bedingungen gemahlen:

Mahlkantenbelastung Bs für Langfaserzellstoffe: 2,0 Ws/m

Bs für Kurzfaserzellstoffe: 1,0 Ws/m

Schnittwinkel Scheibe: 60° (fibrillierend)

Zum Erreichen eines Entwässerungsgrades von ca. 20 und 30 SR wurde die spezifische Mahlenergie der einzelnen Faserstoffe variiert.

**Tab. 3: Mahlbedingungen und erzielter Entwässerungswiderstand**

Faserstoff	spez. Mahlenergie	Entwässerungswiderstand
	[kWh/t]	[SR]
NH-ECF	100	28
Euc2	150	30
Birke	100	28
Ahorn	100	35
BW-Linters	200	27
NH-ECF	60	20
Euc2	75	21
Birke	60	24
BW-Linters	150	25

**Eingesetzte AKD-Typen** Für die Versuche bei einem Entwässerungswiderstand von ca. 30 SR kamen die Leimungsmittel AKD1 und AKD2 zum Einsatz.

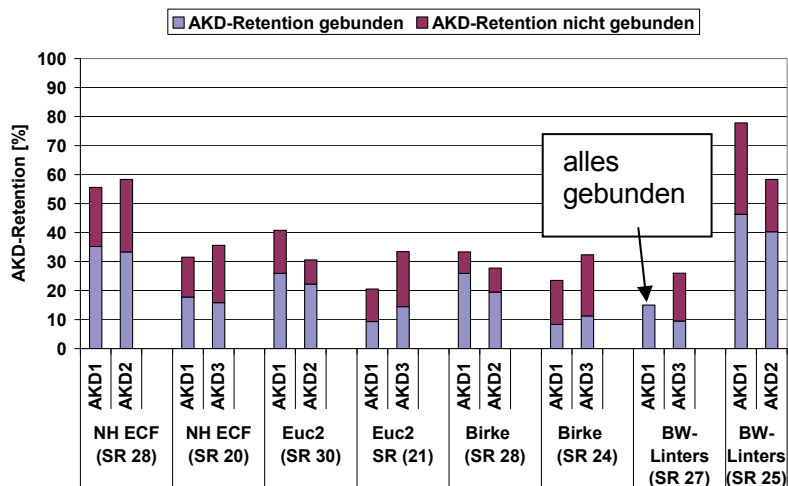
Der AKD2 als ein sehr spezieller AKD-Typ, der vorwiegend bei der Erzeugung von Spezialpapieren eingesetzt wird, wies eine tendenziell schlechtere AKD-Retentionen auf. Deshalb wurde für die weiteren Untersuchungen AKD2 gegen AKD3 (**Tab. 4**) ausgetauscht, um vertretbare Retentionsverhältnisse einzustellen. Dieser AKD-Typ wird vorrangig in Massenpapieren eingesetzt.

**Tab. 4: Eigenschaften der eingesetzten AKD-Dispersionen**

Einsatzzweck / Wirkung	Leimungsmittel		
	AKD1	AKD2	AKD3
Code	AKD1	AKD2	AKD3
Wirksubstanzgehalt in %	9	12	20
Kettenlänge	C18	C22	C16/C18
pH-Wert	3,5 +/-1,0	3,1 +/-0,5	3,0 +/-1,0

**6.1.1 Einfluss des Entwässerungswiderstand ca. 20 SR und 30 SR auf die AKD-Leimung ohne Füllstoff**

**AKD-Retention** Um eine Bewertung hinsichtlich Faserstoffreaktivität gegenüber der AKD-Dispersion in Abhängigkeit vom Mahlunugszustand ermitteln zu können wurden die Faserstoffe mit einem Entwässerungswiderstand von ca. 20 bzw. 30 SR verglichen. Die **Abb. 3** zeigt die AKD-Retention gebunden und ungebunden bei unterschiedlichem Entwässerungswiderstand. Die AKD-Retention ist bei allen Faserstoffen mit dem niedrigeren Mahlunugszustand geringer. Nur der BW-Linters verhält sich umgekehrt.



**Abb. 3 AKD-Retention gebunden ungebunden ohne Füllstoff (Entwässerungswiderstand ca. 20 SR und 30 SR)**

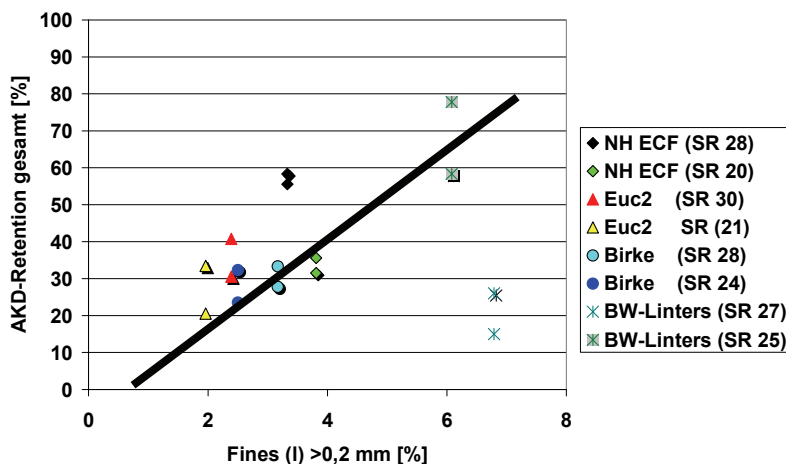
Die Faserstoffe mit dem Entwässerungswiderstand ca. 20 erreichen nur die Hälfte des gebundenen AKD's als die mit dem höheren Entwässerungswiderstand.

Aus dem Vergleich des Entwässerungswiderstandes von 20 und 30 SR wird deutlich, dass die Faser durch die Mahlung bei einem EW von 20 noch nicht so

aktiviert wurde, dass vorhandene anionische Ladungen an der Oberfläche der Fasern zugänglich werden. Die Retention des AKD ist dadurch niedriger als bei einem Entwässerungswiderstand von 30. Der BW-Linters verhält sich genau umgekehrt. Er erreicht bei niedrigem Entwässerungswiderstand ca. die 4-fache Menge an gebundenem AKD.

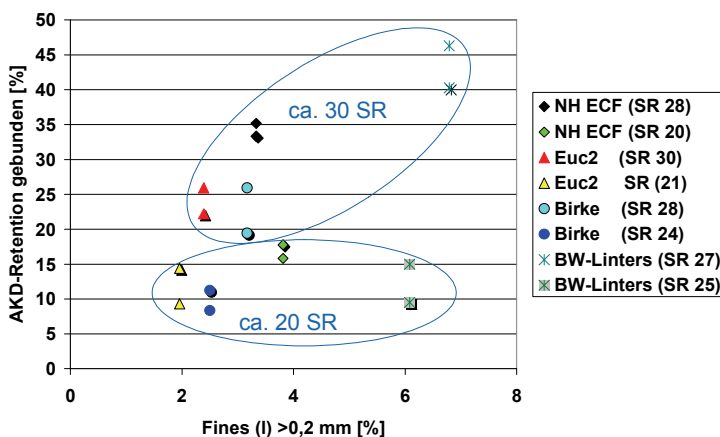
**Einfluss  
Feinstoffgehalt  
AKD-Retention**

Betrachtet man die AKD-Retention in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes, wird bestätigt, dass die Faserstoffe mit dem höheren Feinstoffgehalt die bessere AKD-Retention erzielen. Die Symbole mit dem Schatten zeigen die Faserstoffe mit dem Entwässerungswiderstand von ca. 20.



**Abb. 4 Tendenz der AKD-Retention gesamt in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes ohne Füllstoff (bei ca. 20 und 30 SR)**

Die **Abb. 5** zeigt sehr deutlich den Einfluss des Feinstoffgehaltes auf die gebundene AKD-Retention. Bei 20 SR ist die Reaktivität der Faseroberfläche nicht so gut ausgebildet wie bei einem Entwässerungswiderstand von 30 SR. Durch die Erhöhung der Oberfläche der Fasern konnte eine höhere Retention des AKD erreicht werden. Der Nadelholz Zellstoff und der BW-Linters erreichen eine bessere AKD-Retention als die Laubholz Zellstoffe.

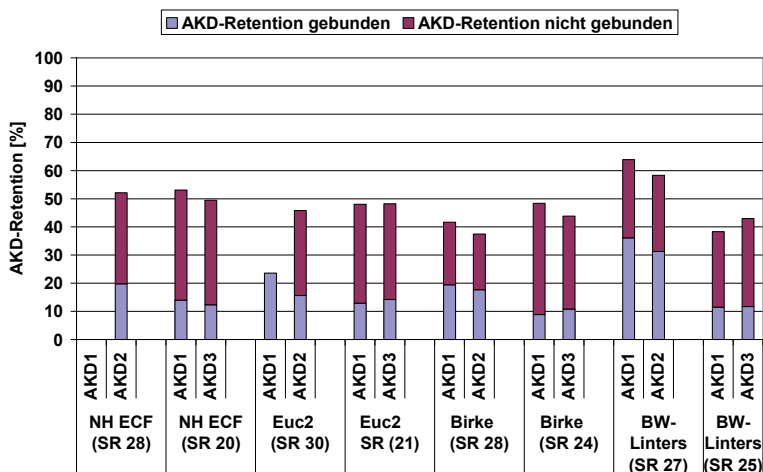


**Abb. 5 AKD-Retention (gebunden) in Abhängigkeit des**

**Feinstoffgehaltes ohne Füllstoff (bei ca. 20 und 30 SR)**

**6.1.2 Einfluss des Füllstoffes auf die AKD-Leimung bei Entwässerungswiderstand von ca. 20 SR und 30 SR**

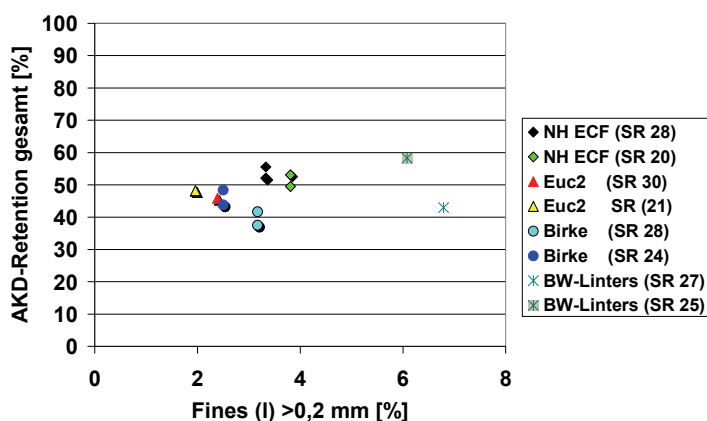
**AKD-Retention** Die gefüllten Papiere weisen die gleiche Tendenz wie die ungefüllten Papiere auf. Die Faserstoffe mit dem niedrigeren Entwässerungswiderstand haben die geringere AKD-Retention.



**Abb. 6 AKD-Retention (gesamt = gebunden+ungebunden) mit Füllstoff**

**Einfluss Feinstoffgehalt AKD-Retention**

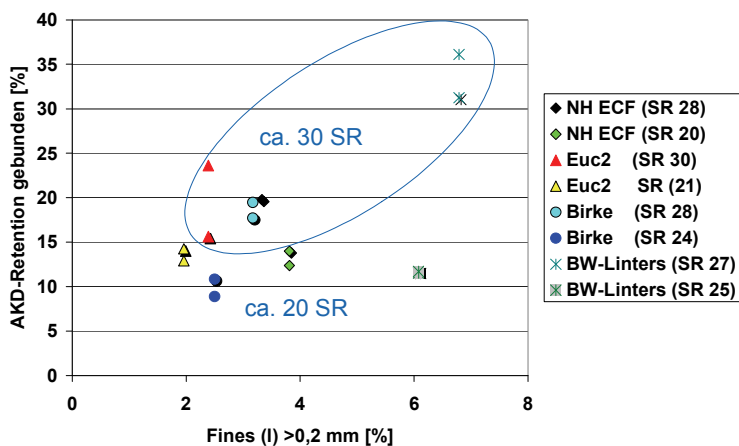
Die Differenzierung der gesamt AKD-Retention im Verhältnis zum Feinstoffgehalt ist geringer als ohne Füllstoff. Im Diagramm sind die Faserstoffe mit dem niedrigen Entwässerungswiderstand (SR 20) als Symbol mit Schatten dargestellt.



**Abb. 7 AKD-Retention (gesamt) in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes mit Füllstoff (Entwässerungswiderstand ca. 20 SR)**

Die gleiche Tendenz zeigt auch die Retention des gebundenen AKD. Mit dem Entwässerungswiderstand von 20 SR werden geringere gebundene AKD-Retentionen erreicht. Der BW-Linters zeigt die beste AKD-Retention (gebunden)

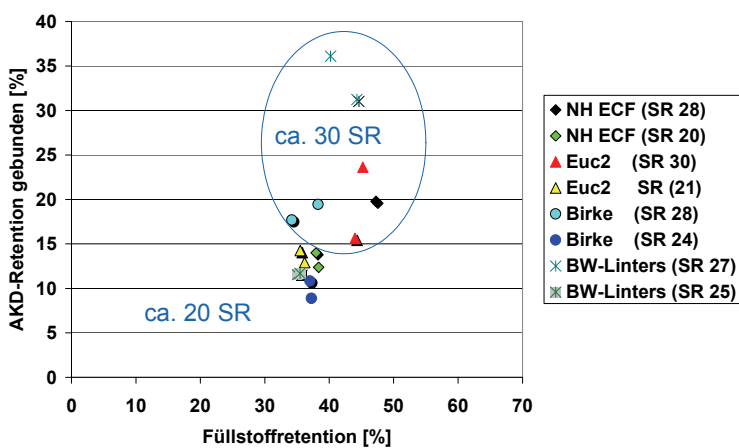
bei einem Entwässerungswiderstand von ca. 20 SR.



**Abb. 8** AKD-Retention (gebunden) in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes mit Füllstoff

**Füllstoffretention** Bei Einsatz von Füllstoff treten diese in Konkurrenz zu den anionischen Faserbestandteilen und können das AKD retentieren. Dieses AKD geht für die Reaktion mit der Faser zum größten Teil verloren. Durch eine gute Füllstoffretention kann es gelingen, beim Spreiten Anteile des AKD auf die Faseroberfläche zu übertragen und die Leimungswirkung zu erhöhen.

Die **Abb. 9** zeigt, dass mit steigender Füllstoffretention der Anteil an gebundenem AKD zunimmt. Die Füllstoffretention ist mit dem niedrigen Entwässerungswiderstand geringer, demzufolge auch die AKD-Retention.



**Abb. 9** Abhängigkeit von AKD (gebunden)- und Füllstoffretention

## 6.2 AKD-Leimung von fraktionierten Faserstoffen (mit und ohne Feinstoff)

### Vorgehen

Um den Einfluss des Feinstoffes differenziert zu bewerten wurde an der PTS eine spezielle Methode entwickelt. Sie basiert auf vergleichenden Untersuchungen am gemahlenen, also Feinstoff haltigem Faserstoff (Gesamtfaserstoff) und an gleichem Faserstoff, der vom Feinstoff durch Auswaschen befreit worden war (Langfaserstoff).

Von den Gesamt- und Langfaserstoffen wurden Laborblätter gebildet. Damit der Einfluss des Füllstoffes auf die AKD-Leimung ermittelt werden konnte, wurden die Versuche mit und ohne Füllstoff durchgeführt. Es kamen zwei AKD-Typen (AKD1 und AKD3) zum Einsatz (**Tab. 4**).

Folgende Faserstoffe wurden hinsichtlich Gesamtfaserstoff und Langfaserstoff untersucht:

**Tab. 5: Ausgewählte Faserstoffe**

Faserstoff	Rohstoff / Bemerkung
NH-ECF-Sa	Fichte/Kiefer / ECF gebleicht
Euc2	Eukalyptus grandis (Südamerika)
Birke	Birkenzellstoff / ECF gebleicht
BW-Linters	Baumwoll-Linters-Zellstoff

### 6.2.1 Chemisch morphologische Charakterisierung der Gesamt- und Langfaserstoffe

#### Chemische morphologische Eigenschaften

Die chemischen Eigenschaften der Gesamt- und Langfaserstoffe sind in **Tab. 6** dargestellt.

**Tab. 6: chemische Eigenschaften der Gesamt- und Langfaserstoffe**

Faserstoff	Asche 525 °C	WRV	Löslichkeit in NaOH S <sub>5</sub>	GVZ	Gesamt- ladung	Oberfl.- ladung
	[%]	[%]	[%]	[ml/g]	[mmol/kg]	[mmol/kg]
NH-ECF	0,45	201	7,5	605	36,5	47,2
NH-ECF LF		156	6,8	678	42,3	26,1
Euc2	0,64	214	11,4	739	74,6	
Euc2 LF		160	10,0	831	82,2	34,3
Birke	0,56	195	18,1	720	78,3	36,7
Birke LF		162	17,2	740	78,3	28,3
BW-Linters	0,12	146	1,2	719	13,9	19,9
BW-Linters LF		106	0,8	665	15,1	10,3

Vergleicht man die Oberflächenladung, so ist zu erkennen, dass diese am Langfaserstoff geringer als am Ganzfaserstoff ist. Dies bestätigt, dass mit steigendem Feinstoffanteil die spezifische Oberfläche erhöht wird und dadurch die Oberflächenladung und der WRV steigen.

Die Faserlänge und der Feinstoffgehalt der Gesamt- und Langfaserstoffe sind in **Tab. 7** dargestellt. Der Feinstoffanteil der Langfaserstoffe konnte durch auswaschen stark verringert werden. Beim NH-Zellstoff und dem BW-Linters konnte der



Feinstoffgehalt von ca. 30% auf 9% reduziert werden. Für die Laubholzzellstoffe gestaltete sich eine Reduzierung des Feinstoffgehaltes durch die geringere Faserlänge schwieriger. Durch eine längere Waschzeit konnte der Anteil um ca. 10% gesenkt werden.

**Tab. 7: morphologische Eigenschaften der Faserstoffe**

Faserstoff	L(l) proj [mm]	Fines (n) proj [% ]	Fines (l) proj [%]
NH-ECF	1,88	31,28	4,04
NH-ECF LF	1,95	9,00	1,05
Euc2	0,66	13,63	2,70
Euc2 LF	0,67	4,19	1,02
Birke	0,75	16,65	3,05
Birke LF	0,76	5,65	1,29
BW-Linters	0,86	35,57	8,16
BW-Linters LF	0,92	9,54	2,13

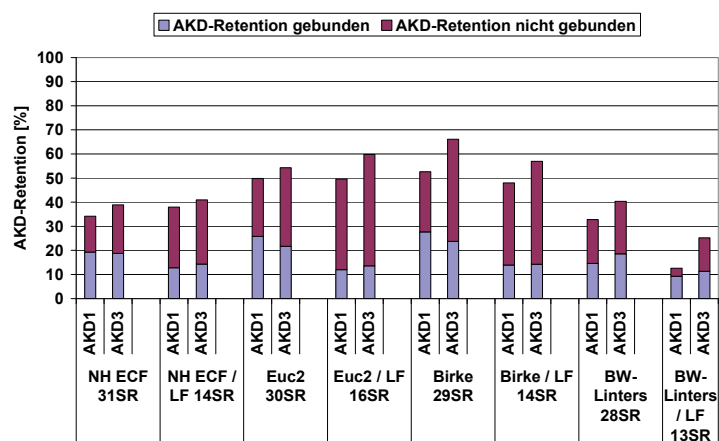
## 6.2.2 Einfluss der Gesamt- und Langfaserstoffe auf die AKD-Leimung

### Grundsätzliche Vorgehensweise

Es erfolgten vergleichende Untersuchungen zur AKD-Retention am Gesamt- und Langfaserstoff, wobei wiederum der Anteil des gebundenen/ungebundenen AKD mittels des gezeigten Extraktionsverfahrens differenziert ermittelt wurde. Der AKD-Gehalt im Papier wurde dabei NIR-spektroskopisch bestimmt.

### AKD-Retention

In der **Abb. 10** sind die gebundene und nichtgebundene AKD-Retention dargestellt. Es ist erkennbar, dass alle Langfaserstoffe (feinstoffreduziert) eine deutlich geringere gebundene AKD-Retention aufweisen. Unterschiede bestehen auch zwischen den Faserstoffen. Die Laubholzzellstoffe weisen eine höhere gebundene Retention als der Nadelholzzellstoff und der Baumwoll-Linters auf.

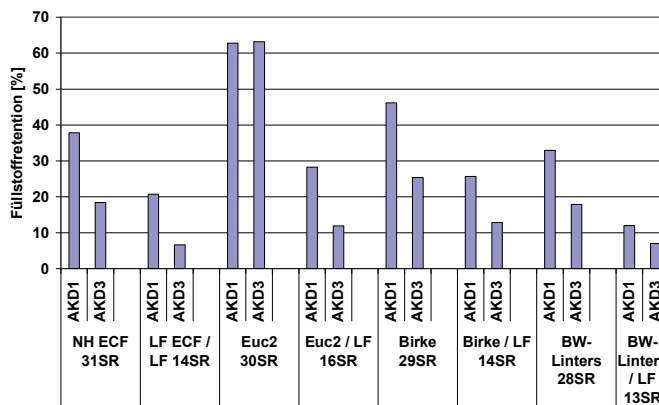


**Abb. 10 AKD-Retention (gebunden und nichtgebunden) am Langfaserstoff (ohne Füllstoff)**

Betrachtet man die Ergebnisse für die feinstoffreduzierten Faserstoffe, so wird erkennbar, dass Faserstoffe mit höherem DP tendenziell einen hohen Anteil an gebundenem AKD aufweisen. Gefüllte Papiere aus den Langfaserstoffen zeigen

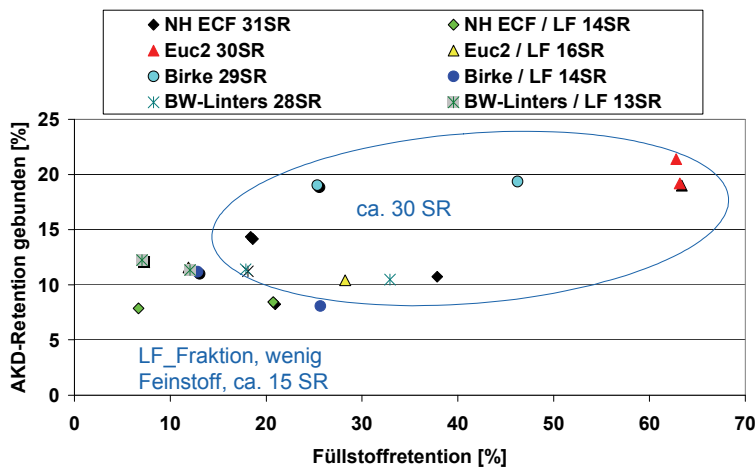
hier im Vergleich einen etwa um 10 % verminderte Anteil an gebundenem AKD.

**Füllstoffretention** In **Abb. 11** ist die Füllstoffretention der Gesamt- und Langfaserstoffe dargestellt. Aus der Abbildung sind deutliche Unterschiede zu erkennen. Die höchste Füllstoffretention erreicht der Eukalyptus2. Durch den Verlust des Feinstoffes wird ersichtlich, dass die Füllstoffretention sich um ca. 20% verringert. Bei Vorhandensein des AKD3 (C16/C18) ist die Füllstoffretention immer niedriger.



**Abb. 11 Füllstoffretention der Gesamt- und Langfaserstoffe**

Die **Abb. 12** zeigt, dass eine hohe gebundenen AKD-Retention durch eine hohe Füllstoffretention erreicht werden kann. Dies bestätigt die Annahme, dass die AKD-Retention stark von der Füllstoffretention beeinflusst wird.



**Abb. 12 AKD- und Füllstoffretention (Gesamt- und Langfaserstoffe)**

**Einfluss des Feinstoffes auf die AKD-Retention**

In **Abb. 13** ist die AKD-Retention gesamt in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes dargestellt. Ein hoher Feinstoffgehalt bedingt eine hohe AKD-Retention gesamt. Auch bei den gefüllten Papieren zeigt sich, dass die Kurzfasersellstoffe die höhere gesamt AKD-Retention aufweisen. Diese fällt aber deutlich geringer aus als bei den ungefüllten Papieren.

Dabei wird bei gefüllten Papieren die gleiche Tendenz beobachtet: Kurzfaserselbstoffe zeigen die höhere gesamt AKD-Retention.

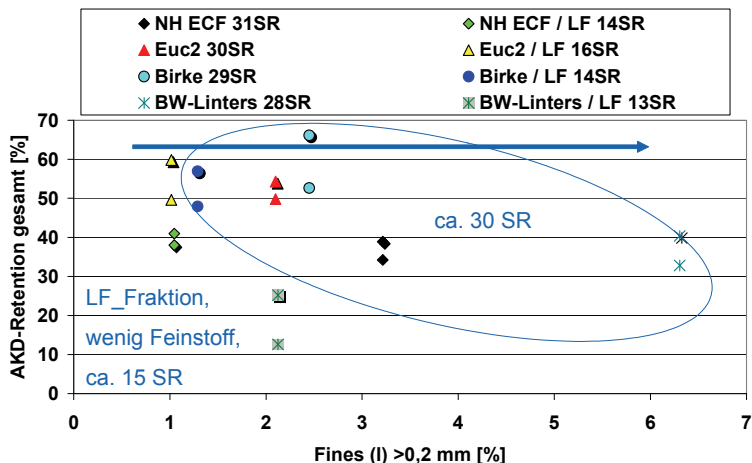


Abb. 13 AKD-Retention in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes (Gesamt- und Langfaserstoffe)

**Einfluss des Feinstoffes auf die AKD-Retention**

Betrachtet man den Feinstoffgehalt in Abhängigkeit der AKD-Retention gebunden, so kann auch hier die Aussage getroffen werden, dass mit höherem Feinstoffgehalt die AKD-Retention gebunden steigt. Aus den Untersuchungen wird deutlich, dass durch reaktiven Feinstoff, abhängig vom Zellstofftyp, die Retention des AKD am Faserstoff gesteigert werden kann.

Mit steigendem Feinstoffgehalt steigt der Anteil an gebundenem AKD. Die feinstoffreduzierten Faserstoffe erreichen nicht die gebundene AKD-Retention wie die Gesamtfaserstoffe (vgl. Abb. 14).

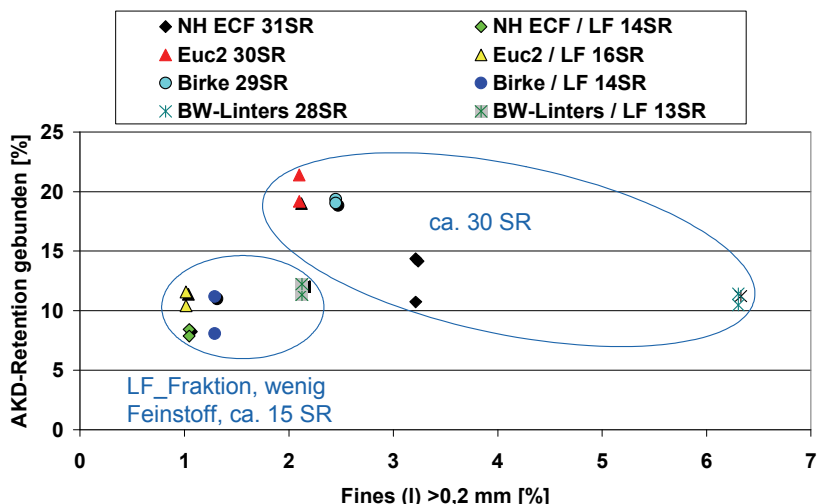


Abb. 14 AKD-Retention gebunden in Abhängigkeit des Feinstoffgehaltes mit Füllstoff (Gesamt- und Langfaserstoffe)

## 7 Exemplarische Anwendung der Forschungsergebnisse

---

<b>Ausgangslage</b>	<p>In den Untersuchungen wurden Erkenntnisse zum Leimungsverhalten von konkreten Faserstoff-AKD-Systemen gewonnen. Als wesentliche Einflüsse für die Ausbildung einer Leimungswirkung haben sich das Retentionsverhalten und der Charakter der Faseroberflächen bei der Trocknung erwiesen.</p> <p>Eine ausreichende Retention des AKD ist die Grundvoraussetzung für eine Leimungswirkung, denn nur retendiertes AKD kann Leimung erzeugen.</p> <p>Das zweite Kriterium für eine erfolgreiche Leimung ist die Spreitung des retendierten AKD und die Ausbildung des Esters beim Trocknungsvorgang. Die endgültige Ausbildung der Leimungswirkung an den Faseroberflächen erfolgt erst in der Trockenpartie und nachfolgender Lagerperiode.</p> <p>Es galt zu zeigen, dass sich die im Technikums- und Laboruntersuchungen gewonnenen Ergebnisse in der industriellen Praxis bestätigt werden.</p>
<b>Vorgehen</b>	<p>Für die Validierung wurden zwei Papierfabriken ausgewählt, in denen solche Faserstoffe und AKD verwendet werden, die auch in den Voruntersuchungen zum Einsatz kamen, jedoch die Erzeugungsbedingungen von denen der industriellen Praxis abweichen (Kreislaufwasser, weitere Additive, .....).</p> <p>In der Papierfabrik 1 kam ein Eukalyptuszellstoff und in der Papierfabrik 2 ein Gemisch aus Nadelholzzellstoff zum Einsatz. Diese Faserstoffe wurden in den Labor- und Technikumsversuchen untersucht. Die eingesetzten Faserstoffe wurden hinsichtlich Entwässerungsverhalten, WRV, Oberflächenladung und Gesamtladung untersucht. In den Papierfabriken wurde die AKD-Verteilung in der Stoffaufbereitung bis zum fertigen Papier verfolgt.</p> <p>Unterschiede bestanden in der Faserstoffart (Nadelholz / Eukalyptus) und der Aufbereitung der Faserstoffe (Mahlung). In der PF1 kam kein Füllstoff zum Einsatz.</p> <p>Die Bewertung der Ergebnisse sollten Aufschluss über die Einflüsse der Faser- und Feinstoffe auf die Retention und Leimungswirkung von AKD geben.</p> <p>Daraus sollten Schlussfolgerungen für Auswahl und Mahlung der Zellstoff gezogen sowie das Optimierungspotential ermittelt werden.</p>
<b>Bewertung der stofflichen Einflüsse</b>	<p>Der Vergleich der Papierfabriken und den Versuchen im Technikum macht deutlich, dass die Oberflächen- und Gesamtladung sowie der Aufbau der Cellulosestruktur (kristalline/amorphe Bereiche) eine wichtige Rolle in der Ausbildung der Leimungswirkung spielen. Die ermittelten Ergebnisse aus den Labor- und Technikumsversuchen bestätigen sich in den Praxisversuchen, dass Faserstoffe mit hoher Oberflächenladung sowie Faserstoffe mit hoch geordneter Cellulosestruktur eine gute AKD-Retention und Leimungswirkung ausbilden können.</p>

---

## 8 Schlussfolgerungen für Zellstoffauswahl und Mahlung

---

### Schlussfolgerungen für Zellstoffauswahl und Mahlung

Ein weiteres Ziel des Forschungsvorhabens bestand in der Aufklärung der Zusammenhänge zwischen der Leimungswirkung und der Faserstoffart, also der chemischen Faserstoffzusammensetzung, Fasermorphologie und Faserstoffladung. Die getroffene Auswahl der Faserstoffe umfasst die bedeutendsten Sortimente hinsichtlich chemischer Zusammensetzung und Morphologie. Die Einbeziehung von Baumwoll-Linters sollte den Einfluss der Hemicellulosen auf die Faser- und Feinstoffeigenschaften sowie den Ladungscharakter in den Untersuchungen verdeutlichen. Zum Einsatz kamen je ein Nadelholzzellstoff EFC und TCF, zwei Eukalyptuszellstoffe (globulus vs. grandis), ein Birkenzellstoff und ein Ahornzellstoff. Die ausgewählten Faserstoffe unterscheiden sich hinsichtlich Holzart und geografischer Herkunft, damit zeigen sie deutliche Unterschiede hinsichtlich ihrer chemischen und morphologischen Eigenschaften.

Die Untersuchungen erfolgten im typischen Bereich des Entwässerungswiderstands an den zwei Mahlpunkten von ca. 20 und 30 SR. Folgende Tatsachen wurden beobachtet:

- Die AKD-Retention ist bei KF-Zellstoffen schlechter als bei Nadelholzzellstoffen und BW-Linters.
- Der Anteil an gebundenem AKD ist bei KF-Zellstoffen geringer als bei Nadelholzzellstoffen und BW-Linters.
- Faserstoffe mit hohem Feinstoffgehalt besitzen eine hohe gebundene AKD-Retention, wenn der Feinstoff retendiert wird.
- Alle Faserstoffe mit großer gequollener Oberfläche (Entwässerungswiderstand) besitzen eine hohe gebundene AKD-Retention (Ausnahme BW-Linters).
- Baumwolllinter erzielt die beste AKD-Retention.
- Bei Vorhandensein von Füllstoff wird die AKD-Retention verschlechtert.
- Faserstoffe, denen Feinstoff entzogen wurde, weisen eine deutlich geringere AKD-Retention auf.

Der Einfluss des Feinstoffgehaltes auf die AKD-Retention wurde an Langfaserstoffen bestimmt, dem durch Auswaschen der Feinstoff aus dem gemahlten Faserstoffen entzogen wurden. Aus den Untersuchungen wurde deutlich, dass die feinstoffreduzierten Faserstoffe eine deutlich geringere AKD-Retention aufweisen.

---

## 9 Erarbeitung einer Optimierungsstrategie zur Einsparung von AKD

---

### Voraussetzung für eine gute Leimung

Die Optimierung muss immer zwei Aspekte beinhalten: die Retention im Wet End und die Ausbildung der Leimungswirkung in der Trockenpartie.

Damit eine optimale Retention der AKD-Dispersion an der Faser erfolgen kann sollte der eingesetzte Faserstoff möglichst folgende Eigenschaften aufweisen:

- Durch eine starke anionische Ladung des Faserstoffes wird AKD besser retendiert.
- Die Ladungsverhältnisse in der Suspension können durch hohe spezifische Ladung und große gequollene Oberflächen geschaffen werden.
- Oberflächenladung und Feinstoffanteil werden durch Auswahl und Mahlung geeigneter Faserstoffe beeinflusst.
- Durch eine gute Fein- und Füllstoffretention wird eine gute AKD-Retention erreicht.
- Die Dosierung von Füllstoff und AKD sollte getrennt erfolgen. Eine AKD-Dosierung und –Retention vor Füllstoffzugabe hat Vorteile.

Zur Ausbildung einer guten Leimungswirkung sollten folgende Bedingungen vorliegen:

- Die Ausbildung der chemischen Bindung zwischen der Faser und dem AKD erfolgen in der Trockenpartie.
- Dabei sind die Ladungsverhältnisse auf der trockenen Faser sehr wichtig. Geladene Hemicellulosen führen zu einer guten Retention verhindern dabei aber offenbar die örtliche Ausbildung chemischer Bindungen, was durch einen geringen Gehalt an gebundenem AKD belegt wird.
- Über die BET-Oberfläche kann eine Aussage über die Zugänglichkeit und Größe der trockenen Faseroberfläche getroffen werden.
- Hoch geordnete, kristalline Bereiche der Faser führen dabei verstärkt zur Ausbildung von gebundenem AKD auf der Faser.

Diese Aussagen wurden in Labor- und Technikumsversuchen erarbeitet und durch Validierung in Praxisversuchen bestätigt.

Liegen diese Eigenschaften der Faserstoffe nicht so vor, kann die Oberflächenladung und der Feinstoffanteil durch entsprechende Mahlung erhöht werden. Bei Einsatz von Füllstoff sollte die Dosierung von Füllstoff und AKD möglichst getrennt erfolgen. Die niedrige Gesamtladung wird durch die Holzart festgelegt, so dass durch Aufbereitung keine Änderung erfolgen kann. In diesem Fall sollte eine Zellstoffsubstitution erfolgen.

Durch Erfüllung dieser Bedingungen kann die Retention und Reaktion von AKD erhöht und AKD eingespart werden.

Wie aus den Untersuchungen hervorgeht weisen Nadelholzzellstoff und Baumwoll-Linters eine deutlich niedrigere Gesamtladung als die Laubholzzellstoffe auf. Laubholzzellstoffe besitzen ähnliche Oberflächenladungen wie Nadelholzzellstoffe trotz höherer Gesamtladung. Durch Mahlung kann die zugängliche Oberfläche

---

---

der Faser und ihre Oberflächenladung erhöht werden. Hier zeigt sich, dass die bei Nadelholz Zellstoffen die Vergrößerung der höher geordneten Faseroberfläche dominiert und die Ausbildung von gebundenem AKD gesteigert werden kann.

---

## 10 Wirtschaftlichkeitsbetrachtung

### Effizienzsteigerung kleinerer Papierfabriken

Die systematischen Untersuchungen zur Verbesserung der Leimungswirkung von AKD-Leimungsmitteln im Papier durch Steuerung der vom Faserstoff ausgehenden Einflüsse und den daraus gewonnenen Erkenntnissen zeigten auf, wie Faserstoffe gezielt ausgewählt und aufbereitet werden müssen, um eine effektivere Leimungswirkung zu erreichen. Durch die Verbesserung der Leimungswirkung gelangt nicht mehr so viel ungebundenes (hydrolisiertes) AKD in das Kreislaufwasser. Dadurch wird die Ablagerungsneigung durch Bildung von Agglomeraten herabgesetzt, die Anlagenverfügbarkeit erhöht und die Kosten für Stillstand und Reinigung der Maschinen werden reduziert. Neben diesen sekundären Effekten wird vor allem Leimungsmittel eingespart.

Dadurch sollten auch die beim Verarbeiter oder Endnutzer geleimter Papiere, besonders bei Kopierpapieren, bekannten Probleme der Migration ungebundener Leimungsmittelanteile reduziert oder ganz vermieden werden.

### Nutzenaspekte

Durch die Forschungsergebnisse, können ausgehend von der Entwicklung einer Methode zur Differenzierung von gebundenem und nichtgebundenem AKD im Papier, auf Basis der NIR-Messtechnik Wege aufgezeigt werden, wie durch richtige Auswahl und Aufbereitung von Faserstoffen der gebundene Anteil an AKD erhöht werden kann.

Ein weiterer Aspekt der Anwendung von NIR ist die schnelle und zerstörungsfreie Messung. Für den Papierhersteller bedeutet das, dass er schnell ein Ergebnis erhält und die Produktion entsprechend ändern kann.

Bei einem Transfer der erzielten Forschungsergebnisse können folgende Vorteile für kleinere und mittlere Unternehmen prognostiziert werden:

- gezielte Auswahl der Faserstoffe, und Entwicklung von Rezepturen, die eine verbesserte Ausnutzung des eingesetzten AKD versprechen
- gezielte Aufbereitung der Faserstoffe hinsichtlich der zugänglichen Faseroberfläche und der Oberflächeladung und des Anteils an tolerierbarem Feinstoff. Dadurch kann die Retention und Ausbildung von gebundenem AKD gesteuert werden.
- Einsparung von AKD-Leimungsmitteln
- geringerer Reinigungsaufwand und gesteigerte Anlagenverfügbarkeit

### Kostenbeispiele

Die wirtschaftliche Bedeutung dieses Projektes lag in einer angestrebten Reduzierung der Erzeugungskosten von geleimten Papiersortimenten durch Einsparungen in der AKD-Dosierung in der Größenordnung bis zu 15 %. Die Steigerung

---

---

seines Ausnutzungsgrades sollte durch optimale Faserstoffauswahl, Steigerung der AKD-Retention auf der Faser und der damit verbundenen höheren Leimungswirkung erreicht werden. Die daraus resultierende Einsparung an AKD-Leimungsmittel beträgt in diesem Fall für commodity-Produkte etwa 2,50 € / t und für Spezialprodukte bis 3,70 € / t Papier.

Bezieht man sich auf die Einsparung von etwa 2,50 € / t Papier, können bei einer summarischen Tagesproduktion verschiedener Papierfabriken von 250 t Kosten in Höhe von 200 € /d bzw. bis zu 72 T€ /a eingespart werden.

Diese Betrachtung zeigt nur die Vorteile, die durch Einsparung an AKD-Leimungsmittel erzielt werden. Nicht eingerechnet sind die Kostenvorteile durch geringeren Reinigungsaufwand und gesteigerte Anlagenverfügbarkeit. Durch eine gesteigerte AKD-Retention am Faserstoff wird der Gehalt an hydrolysiertem Produkt in den Wasserkreisläufen der Stoffaufbereitung reduziert, so dass die bekannten Betriebsstörungen, die durch Agglomeration und Ablagerung dieser Leimb Bestandteile hervorgerufen werden, zurückgehen und so die Verfügbarkeit der Erzeugungsanlagen erhöht wird.

Gelingt es beispielsweise dadurch jährlich fünf Tagesproduktionen mehr zu erzeugen, so ergeben sich bei einer Tagesproduktion von 120 t und einem Preis von 700 €/t ein Mehrerlös von 420 T€ jährlich.

---

#### **Ansprechpartner für weitere Informationen:**

Dipl.-Ing. (FH) Manuela Fiedler  
Tel. 03529/551-620  
[manuela.fiedler@ptspaper.de](mailto:manuela.fiedler@ptspaper.de)

Dr. Klaus Erhard  
Tel. 03529/551-627  
[klaus.erhard@ptspaper.de](mailto:klaus.erhard@ptspaper.de)

Papiertechnische Stiftung PTS  
Pirnaer Straße 37  
01809 Heidenau  
Tel. (03529) 551-600  
Fax (03529) 551-899  
e-Mail: [info@ptspaper.de](mailto:info@ptspaper.de)  
[www.ptspaper.de](http://www.ptspaper.de)



**Literaturverzeichnis**

- 1 ETTEL R., RIEBELING U. u. N. SCHALL  
Hydrophobierung mit Alkylketendimer (AKD): Gestern –Heute – Morgen  
Vortragsband zum PTS-Seminar “Papierzellstoffe technologisch richtig auswählen und wirtschaftlich einsetzen”, Heidenau 2001;
- 2 HUBBE M. A.  
Paper’s Resistance to Wetting  
BioResources 2(1), 106-145 (2006)
- 3 KAMUTZKI W. und T. KRAUSE  
Mechanismen bei der Neutralleimung mit Alkyldiketenen  
Wochenblatt für Papierfabrikation 111, 215 – 222 (1983), Nr. 7
- 4 LINDSTRÖM T. u. G. SÖDERBERG  
On the mechanism of sizing with alkylketen dimers  
Part 1. Studies on the amount of alkylketen dimer for sizing different pulps  
Nordic Pulp and Paper Research Journal 1, 26 – 42 (1986), Nr. 1
- 5 AVITSLAND G.A., STERNER M., WAGBERG L. und L. ÖDBERG  
AKD sizing of TCF and ECF bleached birch pulp characterized by peroxid edge wicking index  
Nordic Pulp Paper Research Journal 21 (2), 237-244 (2006)
- 6 RIEBELING U., JEURISSEN H. F. M., DE CLERCQ u. M. PRINZ  
Ein neues Masseleimungskonzept – Wirkungsverbesserung von AKD durch Einsatz hydrophober amphotherer Polymere  
Wochenblatt für Papierfabrikation 124, 997 – 1002 (1996), Nr. 22
- 7 NEIMO L.  
Chapter 7: Internal sizing of paper  
In: Papermaking Science and Technology, Book 4 – Papermaking chemistry; Fapet Oy, Helsinki 1999, S. 151 – 203
- 8 LINDSTRÖM T. u. G. SÖDERBERG  
On the mechanism of sizing with alkylketen dimers  
Part 2. The kinetics of reaction between alkylketendimers and cellulose  
Nordic Pulp and Paper Research Journal 1, 34 – 42 (1986), Nr. 1
- 9 MARTON J.  
Kinetic aspects in furnish interactions: sizing as an example  
Proceedings of 1995 Tappi Papermakers Conference – Bd. II, 97 - 99; Chicago 1995
- 10 JOHANSSON J. u. T. LINDSTRÖM  
A study on AKD-size retention, reaction and sizing efficiency Part 1: The effects of pulp bleached on AKD-sizing  
Nordic Pulp and Paper Research Journal 19, 330-335 (2004), Nr.3
- 11 JOHANSSON J. u. T. LINDSTRÖM  
A study on AKD-size retention, reaction and sizing efficiency Part 2: The effects of electrolytes, retention aids, shear forces and mode of addition on AKD-sizing using anionic and cationic AKD-dispersions  
Nordic Pulp and Paper Research Journal 19, 330-335 (2004), Nr.3
- 12 LIDEN T. u. M. TOLLANDER  
Extractives in totally chlorine free bleached birch pulp and their effect on alkylketene dimers and alkenyl succinic anhydrides sizes  
Nordic Pulp and Paper Research Journal 19, 466 - 469 (2004), Nr.4