



» FASERN UND  
COMPOSITE

» VERPACKUNGEN  
UND KONFORMITÄT

» DRUCK UND  
FUNKTIONALE OBERFLÄCHEN

» PAPIER-  
WIRTSCHAFT 4.0

» MATERIALPRÜFUNG  
UND ANALYTIK

## PTS-FORSCHUNGSBERICHT IK\_MF 120090

ERZEUGUNG TRANSPARENTER, FLÄCHIGER WERKSTOFFE AUF ZELLULOSEFASERBASIS DURCH PENETRATION MIT ISOREFRAKTIVEN FLUIDEN

Nadia El-Karzazi:

Erzeugung transparenter, flächiger Werkstoffe auf Zellulosefaserbasis durch Penetration mit isorefraktiven Fluiden

(Faserfolie – Transparentes Papier)

PTS-Forschungsbericht MF 120090

Juni 2015; zweite geringfügig überarbeitete Auflage November 2015

Papiertechnische Stiftung (PTS)

Heißstraße 134

D - 80797 München

[www.ptspaper.de](http://www.ptspaper.de)

Download-Information:

Diese Studie steht auf der Homepage der PTS zum Download bereit:

[www.ptspaper.de/forschungsdatenbank](http://www.ptspaper.de/forschungsdatenbank)

Ansprechpartner:

Tiemo Arndt

Tel. (03529) 551-643

[tiemo.arndt@ptspaper.de](mailto:tiemo.arndt@ptspaper.de)

Papiertechnische Stiftung PTS

Institut für Zellstoff und Papier IZP

Pirnaer Straße 37

01809 Heidenau

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

Die Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens MF 120090 gewonnen, das im Programm zur "Förderung von Forschung und Entwicklung bei Wachstumsträgern in benachteiligten Regionen" mit finanziellen Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) über den Projektträger EuroNorm Gesellschaft für Qualitätssicherung und Technologie mbH aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert wurde. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Unser Dank gilt außerdem den beteiligten Firmen für die Probenbereitstellung und für die freundliche Unterstützung bei der Projektdurchführung.

## **Erzeugung transparenter, flächiger Werkstoffe auf Zellulosefaserbasis durch Penetration mit isorefraktiven Fluiden**

N. El-Karzazi

### **Inhalt**

<b>1</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>Ausgangssituation und Forschungsziel.....</b>	<b>5</b>
<b>3</b>	<b>Durchführung des Vorhabens .....</b>	<b>6</b>
<b>4</b>	<b>Material und Methoden .....</b>	<b>7</b>
<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion.....</b>	<b>9</b>

## 1 Zusammenfassung

<b>Zielstellung</b>	<p>Ziel des beantragten Forschungsvorhabens war es, flächige und fehlerfreie Transparenz von imprägnierten und verpressten Spezialpapieren zu erhalten. Im Projekt sollte eine defektfreie Transparenz über die Kenntnisse der optimalen Wechselwirkung zwischen Fluid und Papier im Imprägnier- und Verpressungsschritt erzielt und daraus folgend die Herstellung eines Papiers mit optimalen physikalischen Eigenschaften zur Generation von Transparenz ermöglicht werden.</p> <p>Abgeleitet aus den Ergebnissen der Produktoptimierung sollte dieses Prinzip auch auf eine biobasierte Verpackungsfolie adaptiert werden.</p>
<b>Wissenschaftliche Ergebnisse</b>	<p>Es wurde eine Methode entwickelt, die die Defektfläche des imprägnierten und verpressten Rohpapiers quantitativ bestimmt. Somit werden Spezialpapierhersteller und -verarbeiter in die Lage versetzt, objektiv eine Qualitätskontrolle des Produkts durchzuführen und Ausschuss frühzeitig zu vermeiden. Im Projekt konnten über die Methode der quantitativen Defektflächenanalyse Einflüsse der Papierrezeptur und -herstellung, der Imprägnierung des Rohpapiers und der physikalischen Eigenschaften des Fluids auf die Transparenz des Endprodukts vorhergesagt werden. Die Fluid/Papier-Wechselwirkung ist ein entscheidender Faktor zur Herstellung von Transparenz bzw. zur Minimierung von Defekten im Papier/Fluid Composite.</p>
<b>Wirtschaftliche Ergebnisse</b>	<p>Der wirtschaftliche Nutzen besteht darin, dass durch Anwendung der quantitativen Ermittlung von Defektflächen in verpressten Produkten eine Qualitätskontrolle im Werk stattfinden kann. Über die erzielten Ergebnisse des Forschungsvorhabens könnten optimierte Papiere produziert und somit die Ausschussmenge reduziert werden.</p>
<b>Schlussfolgerung</b>	<p>Die Ergebnisse des durchgeführten Projektes zeigen, dass die Transparenz des Compounds gesteigert werden kann.. Damit können Entwicklungszeiten und notwendige Optimierungsarbeiten an Großmaschinen zur Verbesserung der Wettbewerbsfähigkeit reduziert werden.</p> <p>Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.</p>

**Danksagung**

Die Ergebnisse wurden im Rahmen des Forschungsvorhabens MF 120090 gewonnen, das im Programm zur "Förderung von Forschung und Entwicklung bei Wachstumsträgern in benachteiligten Regionen" mit finanziellen Mitteln des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie (BMWi) über den Projektträger EuroNorm Gesellschaft für Qualitätssicherung und Technologie mbH aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert wurde. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

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

## 2 Ausgangssituation und Forschungsziel

**Transparenz und Defekte in Papierverbunden** In Papierverbunden kann nach Verpressung unter Druck- und Temperatureinfluss mit geeigneten Zusätzen ein transparentes Produkt hergestellt werden. Dieses besitzt jedoch Defektstellen, die die Transparenz herabsetzen und somit das die optische Qualität verschlechtern. Die Beurteilung erfolgt dabei rein subjektiv.

Transparenz zwischen zwei verbundenen Medien liegt vor, wenn die Brechungsindizes beider identisch sind und an der Grenzfläche keine Streuzentren entstehen. Im Forschungsvorhaben wird ein Spezialpapier, welches einen Brechungsindex von 1,5 besitzt, mit einem Fluid, dessen Brechungsindex annähernd dem des Papiers entspricht, versetzt.

---

**Zielstellung** Ziel sollte dabei sein, über die Kenntnisse der signifikanten Einflussfaktoren zur Reduzierung der Defektstellen die Reklamationsquote zu mindern. Über die Kenntnisse zur Erstellung eines optisch ansprechenden Papierverbunds soll ebenso die zur Herstellung hoher Transparenz nötige Fluidmenge optimiert werden. Im Projekt wird darauf eingegangen, welchen Einfluss die Papierherstellung und die Papierverarbeitung, d.h. die Imprägnierung im Tauchverfahren und die anschließende Verpressung auf die Wechselwirkung zwischen Faser und Fluid an der Phasengrenzfläche haben.

---

**Forschungsbedarf** Der Forschungsbedarf vor dem Hintergrund dieser Zielstellung leitet sich von der weitgehenden Unkenntnis der Zusammenhänge zwischen Papierstruktur und Transparenz ab. Ein solides technisch-wissenschaftliches Verständnis

- der zugrunde liegenden Benetzungsprozesse,
- der chemischen und physikalischen Eigenschaften geeigneter Fluide,
- der Struktur der benetzten Faser und des Fasernetzwerkes,
- der Einflüsse der Herstellungsschritte (Imprägnierung) sowie
- der Einflüsse durch mögliche weitere Verarbeitung der Produkte

sind Voraussetzung für die planbare Steuerung (= Beherrschung) der Herstellung und des Eigenschaftsspektrums eines transparenten Papiers. Somit ist die Aufklärung der technologischen Einflussfaktoren und die Bestimmung von technischen Grenzen ein Nebenziel des Vorhabens.

---

### 3 Durchführung des Vorhabens

**Phase 1:** Das bearbeitete Projekt war in drei Phasen gegliedert:

**Versuchsmaterialien**

In Phase 1 wurden vorhandene Marktpapiere beschafft und hinsichtlich ihrer Einsetzbarkeit in den nachfolgend geplanten Imprägnierungsschritten charakterisiert. Das Ziel war es, Kenngrößen zu ermitteln, die zur Herstellung von Modellpapieren im Technikum hilfreich sind und eine Auswahl an industriell gefertigten Papieren als Benchmark zur Verfügung zu haben, da die Fähigkeit eines Papiers, Flüssigkeit zu absorbieren, vom Aufbau und der Zusammensetzung des Materials abhängig ist. Diese wird im Herstellungsprozess des Blattes festgelegt. Es ergaben sich im Einzelnen folgende Teilziele:

- Untersuchung der Einflussfaktoren der Papiererzeugung auf die Transparenz des Papiers nach einer geeigneten Imprägnierung,
- Herstellung und Auswahl von definierten Musterpapieren für nachfolgende Imprägnierungsversuche und Weiterverarbeitung.

Hierfür wurden 36 Papiermuster, die eine flächenbezogene Masse von  $25 \text{ g/m}^2$  besitzen, an der Versuchspapiermaschine über eine Schrägsiebzanlage mit Zylindertrocknung hergestellt. Die so erzeugten Muster unterschieden sich hinsichtlich ihres Langfaseranteils, Mahlgrades, Schnittwinkels und der Menge an Nassfestmittel im Papier.

---

**Phase 2: Aufbau Pool an Methoden**

In Phase 2 wurden die entscheidenden Einflussfaktoren der Hohlraumbildung nach dem Imprägnieren von hoch porösen Papieren untersucht. Die erzeugten Papiere wurden imprägniert und das zu verwendende Fluid charakterisiert. Die Einflüsse des Fluids und der Prozessführung auf die Vollständigkeit der Penetration und der Transparenz wurden gleichermaßen untersucht.

Im ersten Schritt wurde ein imprägniertes Papiermuster unter verschiedenen Bedingungen verpresst. Hierbei wurde auf den Einfluss der Pressparameter auf die Transparenz der verpressten Probe eingegangen. Im zweiten Schritt wurden die hergestellten Imprägnate unter einem Pressprogramm zur Bewertung des Einflusses der Papier- und Papiermaschinenparameter auf die Transparenz der Produkte verpresst. Im dritten Schritt wurden die verpressten Imprägnate quantitativ bezüglich der Defektfläche analysiert. Die Messmethodik hierfür wurde aus dem DOMAS-Modul „Scheuertest“ eigens entwickelt.

---

**Phase 3: Bewertung der Ergebnisse**

Aus diesen Erkenntnissen wurde ein schlüssiges Konzept entwickelt, wie unter Laborbedingungen ein imprägniertes Faservlies für verpresste Komposite mit maximaler Transparenz erzeugt werden kann.

---

## 4 Material und Methoden

**Marktpapiere** Die ersten Untersuchungen zum Benchmark wurden an fünf verschiedenen Papiermustern durchgeführt. Die Ergebnisse der Messungen wurden in Tabelle 1 zusammengestellt.

*Tabelle 1: Ergebnisse des Marktpapier-Benchmarks*

	$m_A$ [g/m <sup>2</sup> ]	Dicke [μm]	LD [mm/s]	OFS [mN/m]	PV [ml/g]	T [%]
Muster 1	25	58	148	49	1.3	55
Chromatographiepapier	91	207	21	46	1	45
Filterpapier aus Zellstoff	64	154	31	45	1.2	55
Muster 2	25		160	52	1.5	63
Muster 3	25		482	51	2.5	73

**Versuchspapiermaschine** Abgeleitet aus den Ergebnissen des Marktpapier-Benchmarks wurden auf der Versuchspapiermaschine im Faserstofftechnikum Heidenau unter verschiedenen Einstellungsparametern Papiermuster hergestellt, die eine flächenbezogene Masse von 25 g/m<sup>2</sup> besaßen.

**Imprägnierung der Papiere** Zur Imprägnierung der Papiermuster wurde ein doppelseitiges Rakelgerät eingesetzt, welches im Rahmen des Forschungsvorhabens angeschafft wurde.

**Verpressung der Imprägnate** Die Verpressung der in AP 3 hergestellten Imprägnate wurde durch Einsatz der hydraulischen Laborpresse LaboPress P300S der Fa. Vogt realisiert, die im Rahmen des Forschungsvorhabens angeschafft wurde.

**Beurteilung von speziellen Papiereigenschaften** Die Oberflächenspannung von Papieren wurde im Projekt über die Dynamische Dampfsorption (Dynamic Vapor Sorption = DVS) ermittelt.  
Zur Charakterisierung der Porenstruktur wurde die Quecksilberporosimetrie eingesetzt.  
Im Projekt wurden zwei Methoden zur Untersuchung des Penetrationsverhaltens von Papieren angewendet: Die Bristow-Wheel Methode und die Saughöhemethode nach Klemm.

**Transparenzbewertung des verpressten Compounds mittels DOMAS-** Die Bewertung des verpressten Verbundes erfolgte mittels DOMAS-Modul „Scheuertest“ in drei Schritten. Die Vorgehensweise des Messprinzips ist in Abbildung 1 dargestellt. Die verpressten Produkte wurden in einem abgedunkelten Raum eingescannt um einen äußeren Lichteinfall, der die Messung verfä-



**Modul  
„Scheuertest“**

schen würde, zu vermeiden. Der Scanner besitzt eine Lichtquelle und eine Photodiode, die das von der Probe reflektierte Licht detektiert. Die Intensität des reflektierten Lichts wird einem Grauwert zugeordnet. Nach Abschluss des Scanvorgangs wurde eine Grauwertverteilung der analysierten Fläche über die implementierte Software errechnet. Aus dieser Grauwertverteilung wurde ein Schwellwert ermittelt. Dieser Schwellenwert wurde benötigt, um einen Grauwert im verpressten Material als Defekt oder als „transparente“ Fläche einzuordnen. Nach Bestimmung des Schwellwerts wurde der prozentuale Anteil an Defektfläche zur analysierten verpressten Fläche ermittelt.

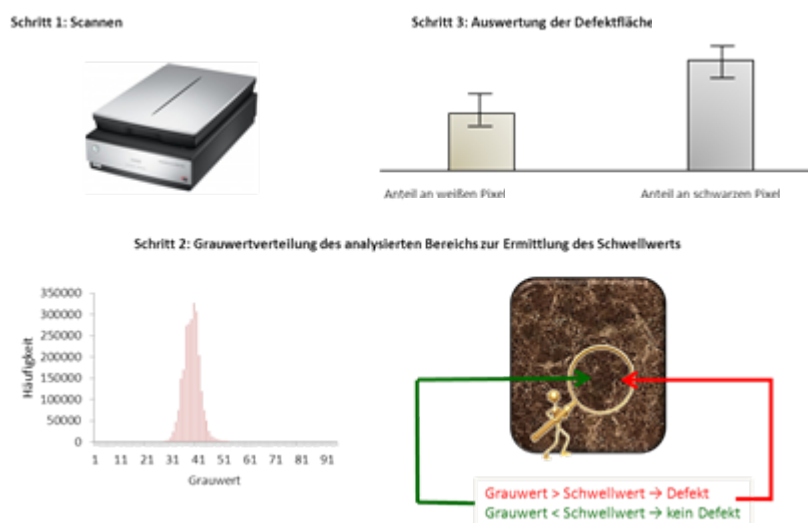


Abbildung 1: Vorgehensweise zur Ermittlung der Defektfläche im verpressten Material mittels DOMASModul „Scheuertest“.

## 5 Ergebnisse und Diskussion

**Versuchspapiere** Nach Screening gängiger Marktpapiere wurden 36 Papiermuster hergestellt und bezüglich ihrer Oberflächenspannung und ihres Porensystems untersucht. Es wurden für die weitere Bearbeitung sieben Muster mit variiertem Langfaseranteil (60-100 %), Anteil an Nassfestmittel (2-6% Handelsware) und Mahlgrad (SR 16-23), die auf der Versuchspapiermaschine der PTS in Heidenau hergestellt wurden, genutzt.

---

**Oberflächenspannung** Im Rahmen der DVS-Analyse zur Messung der Oberflächenspannung wurden folgende Ergebnisse erhalten:

- Mit steigendem Langfaseranteil sinkt die Oberflächenspannung der Papieroberfläche marginal.
- Mit steigendem Nassfestmittelanteil erhöht sich die Oberflächenspannung des Papiers.
- Durch Erhöhung des Schopper-Riegler-Werts und der Anwendung einer fibrillierenden Mahlung wird die Oberflächenspannung des Papiers gesteigert,
- Der Einsatz von Zylindertrocknung führt zur Erhöhung der Oberflächenspannung des Papiers und die Verwendung von Benetzungsmitteln steigert die Oberflächenspannung der Papiere.

---

**Porensystems** Neben den BET-Messungen, bei denen die innere Oberfläche gemessen wird, bieten sich zur Charakterisierung der Porenstruktur auch die Quecksilber- Porosimetrie an. Das Porenvolumen aller Muster betrug im Mittel 1,63 ml/g. Es wurde ein Maxima bei 2,49 ml/g und ein Minima bei 1,25 ml/g ermittelt.

---

**Benetzungsverhalten** Drei Fluide wurden bezüglich ihrer Viskosität und ihrer Oberflächenspannung untersucht. Die Oberflächenspannung der drei Fluide betrug 65 mN/m. Eine optimale Benetzung des Papiers fand statt, wenn die Oberflächenspannung des Papiers ebenso annähernd 65 mN/m betrug.

Die Untersuchung ergab, dass zwei Faktoren einen signifikanten Einfluss auf das Benetzungsverhalten haben. Zum einen chemische Additive zum anderen der Mahlprozess selber.

---

---

<b>Penetrationsverhaltens</b>	<p>Die Untersuchung des Penetrationsverhaltens sowohl mittels Bristow-Wheel als auch mittels Saughöhe nach Klemm lieferten, gut übereinstimmende Ergebnisse. Es wurde ermittelt, dass die Penetrationsgeschwindigkeit einer Fluidprobe von der Dichte der Papierprobe abhängig ist, die über die Mahlung und über die Ausführung der Trocknung gesteuert werden kann.</p> <p>Die Konzentration der Fluidlösung besaß ebenfalls einen Einfluss auf die Penetrationsgeschwindigkeit und somit auf das Penetrationsverhalten, da mit steigender Fluidkonzentration die Penetrationsgeschwindigkeit aufgrund der Erhöhung der Viskosität abnahm. Diese ist laut Lukas-Washburn-Gleichung indirekt proportional zur Penetrationsgeschwindigkeit.</p>
<b>Untersuchung der Haftung zwischen Fluid und Substrat nach der Trocknung</b>	<p>Neben der Imprägnierung stellt der Trocknungsprozess einen wichtigen Prozessschritt dar, bei dem sich der finale und polymergefüllte Faserverbund ausbildet. Um die Auswirkungen der Trocknung auf die Morphologie sowie auf mechanische Eigenschaften der imprägnierten Faservliese zu verstehen, wurden im Rahmen des Projekts die Untersuchung der Hohlräume der Imprägnate mittels Quecksilberporosimetrie durchgeführt</p>
<b>Einfluss der Pressparameter</b>	<p>Im ersten Teil des Versuchsplans wurden die Muster über schwarzem Papier (damit der Kontrast im Gegensatz zu weißen Transparenzdefekten besser zu erkennen ist) auf eine mitteldichte Faserplatte mit vier Pressprogrammen (PrePro) laminiert. Es wurden drei Pressparameter variiert: die Presstemperatur, der spezifische Flächendruck und die Presszeit. Im zweiten Teil des Versuchsplans wurden die zuvor imprägnierten Papiermuster zur Untersuchung der Abhängigkeiten von Papier- und Papiermaschinenparametern auf die Transparenz des Endprodukts verpresst.</p> <p>Die Bewertung der Defektfläche mittels DOMAS ergab, dass vor allem die Pressdauer bei gegebenem Pressdruck signifikant das Ergebnis beeinflusst.</p>
<b>Abhängigkeit der Transparenz des verpressten Produktes von Fluidparametern</b>	<p>Die Auswertung der Ergebnisse zeigt, dass zwei Faktoren maßgeblichen Einfluss auf die Transparenz bzw. den Anteil an Defektflächen im verpressten Produkt besitzen:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Die wechselseitige Beziehung der Oberflächenspannung des Fluids zur Papieroberfläche und</li> <li>2. die Penetrationsgeschwindigkeit des Fluids ins Papiergefüge.</li> </ol>
<b>Abhängigkeit der Transparenz von Papierparametern</b>	<p>Auf die gleiche Weise wurden die Abhängigkeiten der Defektfläche von Papierkenngrößen ermittelt. Anhand dieser Daten konnten optimierte Papiereigenschaften ermittelt werden, die ein Papier besitzen muss, um ein verpresstes Produkt mit minimaler Defektfläche und somit höchster Transparenz zu erzeugen</p>

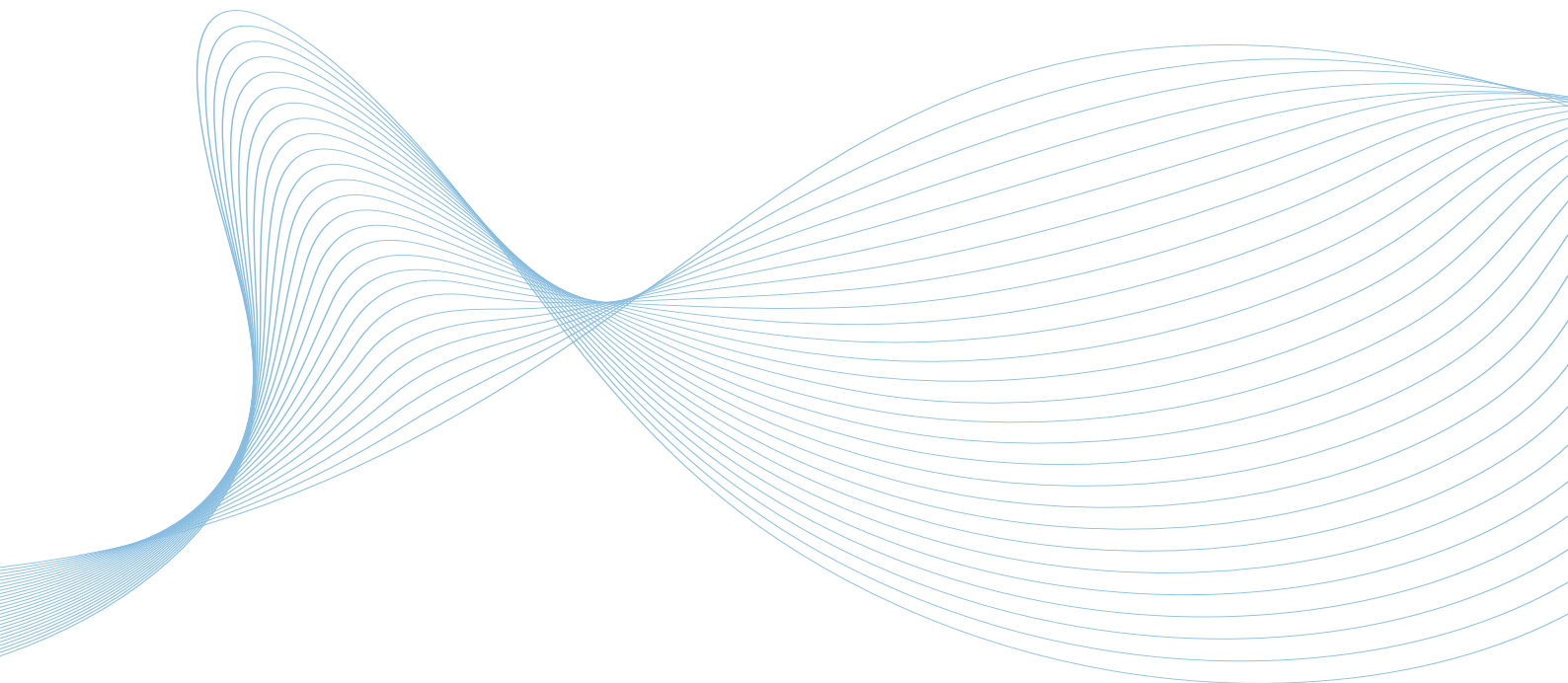
---

**Ansprechpartner für weitere Informationen:**

Tiemo Arndt, M.Sc.  
Tel. 03529 / 551-643  
[tiemo.arndt@ptspaper.de](mailto:tiemo.arndt@ptspaper.de)

Papiertechnische Stiftung PTS  
Pirnaer Straße 37  
01809 Heidenau  
Tel. 03529 / 551-60  
Fax 03529 / 551-899

e-Mail: [info@ptspaper.de](mailto:info@ptspaper.de)  
[www.ptspaper.de](http://www.ptspaper.de)



**[www.ptspaper.de](http://www.ptspaper.de)**

***Papiertechnische Stiftung***

*Heßstraße 134 · 80797 München · Telefon +49 (0)89-12146-0 · Telefax +49 (0)89-12146-36 · Mail [info@ptspaper.de](mailto:info@ptspaper.de)*

*Pirnaer Straße 37 · 01809 Heidenau · Telefon +49 (0)3529-551-60 · Telefax +49 (0)3529-551-899 · Mail [info@ptspaper.de](mailto:info@ptspaper.de)*