



**INFOR-Projekt Nr. 129**

**Weiterführende Untersuchungen zur Mahlungs-  
unterstützung mittels Hochleistungsschall**

**Schlussbericht**

**September 2010**

Professur für Papiertechnik  
Technische Universität Dresden

Prof. Dr.-Ing. Harald Großmann  
Dr.-Ing. Roland Zelm  
Dipl.-Ing. Matthias Wanske



## **Abschlussbericht**

# **Weiterführende Untersuchungen zur Mahlungsunterstützung mittels Hochleistungsschall**

(INFOR-Projekt Nr. 129)

Prof. Dr.-Ing. H. Großmann,  
Dipl.-Ing. T. Brenner

März 2011

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                 |                                                                                                                                                |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| <p>Projektbegleiter:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- Fritz Brümmer (Sappi Alfeld GmbH)</li><li>- Dr. Peter Engert (UPM-Kymmene Papier GmbH &amp; Co. KG, Werk Augsburg)</li><li>- Dr. Hans-Günter Ludwig (Moritz J. Weig GmbH &amp; Co KG)</li><li>- Dr. Detlef Rhodius (Papierfabrik Schoellershammer)</li><li>- Dr.-Ing. Steffen Sander (MD Papier GmbH Werk Plattling)</li><li>- Petra Bursian (Glatfelter Gernsbach GmbH &amp; Co. KG)</li><li>- Prof. Dr.-Ing. H. Großmann (TU Dresden)</li><li>- Dipl.-Ing. T. Brenner (TU Dresden)</li></ul> | <p>Das Forschungsprojekt wird gefördert über das Kuratorium für Forschung und Technik der Zellstoff- und Papierindustrie im VDP e.V., Bonn</p> |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

## Inhaltsverzeichnis

|                      |                                                                                                                                                       |    |
|----------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1                    | Ausgangssituation / Problemstellung .....                                                                                                             | 1  |
| 2                    | Forschungsziel.....                                                                                                                                   | 1  |
| 3                    | Stand des Wissens .....                                                                                                                               | 1  |
| 3.1                  | Ultraschall .....                                                                                                                                     | 2  |
| 3.1.1                | Grundlagen .....                                                                                                                                      | 2  |
| 3.1.2                | Kavitation .....                                                                                                                                      | 3  |
| 3.1.3                | Einsatz von Ultraschall in der Faserstoffsuspension .....                                                                                             | 5  |
| 4                    | Material und Methoden .....                                                                                                                           | 6  |
| 4.1                  | Untersuchte Rohstoffe .....                                                                                                                           | 6  |
| 4.2                  | Messmethoden .....                                                                                                                                    | 7  |
| 4.3                  | Versuchsstände zur Ultraschallbehandlung.....                                                                                                         | 7  |
| 4.3.1                | Ultraschall-Batchzelle (UB) .....                                                                                                                     | 7  |
| 4.3.2                | Ultraschall-Durchfluss-Anlage (UDA) .....                                                                                                             | 8  |
| 4.4                  | Aggregate zur Mahlung.....                                                                                                                            | 10 |
| 4.4.1                | JOKRO-Mühle.....                                                                                                                                      | 10 |
| 4.4.2                | Labor-Scheibenrefiner.....                                                                                                                            | 11 |
| 4.4.3                | Industrielle Refiner .....                                                                                                                            | 12 |
| 5                    | Arbeitsplan .....                                                                                                                                     | 12 |
| 6                    | Ergebnisse und Diskussion der Untersuchungen .....                                                                                                    | 15 |
| 6.1                  | Bestimmung der Mahlungsbedingungen in industriellen Produktionsanlagen .                                                                              | 15 |
| 6.2                  | Bestimmung des Betriebspunkts für eine Ultraschallbehandlung bei<br>mechanischer Vorbehandlung des Faserstoffes mit der JOKRO-Mühle.....              | 15 |
| 6.2.1                | Festlegung der Vormahlung des Faserstoffes in der JOKRO-Mühle ....                                                                                    | 16 |
| 6.2.2                | Variation des Energieeintrages bei der Ultraschallbehandlung .....                                                                                    | 17 |
| 6.2.3                | Variation der Stoffdichte bei der Ultraschallbehandlung.....                                                                                          | 19 |
| 6.2.4                | Variation des Faserstoffes bei der Ultraschallbehandlung .....                                                                                        | 19 |
| 6.2.5                | Variation des Anteils der konventionellen Mahlung (JOKRO-Mühle) bei<br>der Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung ....             | 23 |
| 6.3                  | Variation des Anteils der konventionellen Mahlung (Labor-Scheiben-refiner)<br>bei der Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung ..... | 25 |
| 6.4                  | Bestimmung des Betriebspunkts für eine Ultraschallbehandlung bei<br>mechanischer Vorbehandlung des Faserstoffes mit industriellen Refinern.....       | 29 |
| 6.4.1                | Graphische Papiere .....                                                                                                                              | 29 |
| 6.4.2                | Spezialpapiere .....                                                                                                                                  | 33 |
| 6.5                  | Untersuchung des Einflusses von Füllstoffen bei der Ultraschallbehandlung ..                                                                          | 40 |
| 6.6                  | Gestaltungshinweise für die Applikation des Ultraschall in<br>Stoffaufbereitungsanlagen .....                                                         | 44 |
| 6.6.1                | Minimierung des spezifischen Energiebedarfs durch Erhöhung der<br>Stoffdichte .....                                                                   | 44 |
| 6.6.2                | Geometrie des Ultraschallreaktors .....                                                                                                               | 45 |
| 7                    | Zusammenfassung der Arbeiten und der Ergebnisse .....                                                                                                 | 46 |
| 8                    | Ausblick / offene Fragen / Zukünftige Forschungsschwerpunkte .....                                                                                    | 48 |
| Anhang               | .....                                                                                                                                                 | 50 |
| Literaturverzeichnis | .....                                                                                                                                                 | 56 |

**Abkürzungen:**

|        |                                                                                |
|--------|--------------------------------------------------------------------------------|
| BHKP   | Bleached hardwood kraft pulp                                                   |
| EuSa   | Eukalyptus-Sulfatzellstoff                                                     |
| F      | Faserstoff                                                                     |
| FiSi   | Fichten-Sulfitzellstoff                                                        |
| FM     | Faserstoff mit Mahlhilfsmittel                                                 |
| FMU    | Faserstoff mit Mahlhilfsmittel Ultraschall behandelt                           |
| FU     | Faserstoff Ultraschall behandelt                                               |
| FUM    | Faserstoff Ultraschall behandelt und anschließende Zugabe des Mahlhilfsmittels |
| KiFiSa | KiefernFichten-Sulfatzellstoff                                                 |
| KiSa   | Kiefern-Sulfatzellstoff                                                        |
| NBSK   | Northern bleached softwood kraft                                               |
| otro   | ofentrocken                                                                    |
| PSA    | Powerspektrumanalyse                                                           |
| RK     | Rapid-Köthen                                                                   |
| SR     | Schopper-Riegler-Einheiten                                                     |
| UB     | Ultraschall-Batchzelle                                                         |
| UDA    | Ultraschall-Durchfluss-Anlage                                                  |
| US     | Ultraschall                                                                    |
| WRV    | Wasserrückhaltevermögen                                                        |
| ZS     | Zellstoff                                                                      |

**Formelzeichen und Indizes:**

| <b>Symbol</b>     | <b>Einheit</b>         | <b>Bedeutung</b>                   |
|-------------------|------------------------|------------------------------------|
| A                 | $\mu\text{m}$          | Schwingungsamplitude               |
| Bs                | J/m                    | spezifische Mahlkantenbelastung    |
| $E_{\text{spez}}$ | kWh/t                  | spezifischer Energieeintrag        |
| I                 | $\text{W}/\text{cm}^2$ | Schallintensität                   |
| $L(l)c$           | mm                     | Längengewichtete Kontur-Faserlänge |
| $p_{\text{ü}}$    | bar                    | statischer Überdruck               |
| SD                | %                      | Stoffdichte                        |

**Danksagung**

Die Autoren bedanken sich beim Verband Deutscher Papierfabriken für die Finanzierung dieser Arbeiten und bei den Projektbegleitern für die hilfreichen Diskussionsbeiträge sowie die praktische Unterstützung.

## **1 Ausgangssituation / Problemstellung**

Neben der Auswahl der Halbstoffe nimmt die Mahlung innerhalb der Stoffaufbereitung einen entscheidenden Einfluss auf die spätere Papierqualität. Ziel der Mahlbehandlung ist dabei zumeist die Steigerung der Festigkeit und die Erhöhung des Volumens des herzustellenden Papiers. Erreicht werden soll das durch die von der Mahlung bewirkten Vergrößerung der bindungsaktiven Kontaktflächen zwischen den Fasern und durch die Steigerung ihres Quellvermögens. Als Mahlaggregate kommen meist Scheiben- oder Kegelrefiner zum Einsatz sowie zunehmend auch zylindrische Refiner.

Am energetischen Gesamtverbrauch verschiedener Papierproduktionsanlagen variiert der Anteil der installierten Leistung, der für die Mahlung genutzten Aggregate, in Abhängigkeit vom hergestellten Produkt [1]. Beim Vergleich der Mahlung mit anderen Prozessen der Stoffaufbereitung zeigt sich sehr schnell, dass diese neben der Entstippung mit bis zu 60 kWh/t und der Dispergierung mit bis zu 150 kWh/t zu den energieintensivsten Teilprozessen zählt.

Der spezifische Energieeinsatz der Mahlung liegt bei der Aufbereitung von Altpapierstoffen bei bis zu 60 kWh/t [2]. Bei Zellstoffen variiert er mit dem eingesetzten Faserstoff (Langfaserstoff aus dem Sulfatprozess bis zu 200 kWh/t, bei Kurzfaserstoff bis zu 80 kWh/t [3]).

## **2 Forschungsziel**

Ziel des Projektes war die Entwicklung eines Verfahrensprinzips zur Behandlung von Faserstoffen mit einer Kombination aus konventioneller Faserstoffmahlung und einer Ultraschallbehandlung und die Beantwortung der Frage, ob die Ultraschallapplikation für eine technologisch und energetisch d. h. wirtschaftlich bessere Faserbehandlung geeignet ist. Dabei sollen vergleichbare Faserstoffqualitäten wie bei der konventionellen Mahlung erreicht werden.

Weiterhin sollen Gestaltungshinweise für eine energetisch optimierte Wirkstelle zur kontinuierlichen Ultraschallbehandlung erarbeitet werden, um die industrielle Umsetzung des Verfahrens vorzubereiten.

Zur Beurteilung der erreichbaren Faserstoffqualitäten werden sowohl Fasereigenschaften (Mahlgrad, Wasserrückhaltevermögen, Entwässerungszeit RK-Zahl, faser-morphologische Eigenschaften) und Papiereigenschaften (Festigkeiten - Zugfestigkeit, Reißlänge, Bruchkraft; optische Eigenschaften – Opazität, Weißgrad; Porosität - Bendtsen) von gebildeten Laborblättern bestimmt.

Auf Basis der erwarteten Versuchsergebnisse soll das Gesamtkonzept anhand spezifischer Kenngrößen und durch den Vergleich zur konventionellen Mahlung energetisch bilanziert werden.

## **3 Stand des Wissens**

Wie in der Einleitung aufgeführt, ist die Mahlung ein wichtiger Aufbereitungsschritt bei der Papierherstellung. In den dem Stand der Technik entsprechenden Prozessen kommt jedoch ein erheblicher Teil der eingesetzten Mahlenergie nicht dem eigentlichen Ziel der Faserbehandlung zu Gute, sondern wird zum größten Teil in Wärme umgewandelt. Die Mahlung zählt deshalb zu den Teilprozessen der Stoffaufbereitung mit der niedrigsten Energieeffizienz.

Neben dem spezifischen Gesamtenergieeinsatz, ist dabei die so genannte Mahlkanntenbelastung, also die insgesamt eingetragene Arbeit bezogen auf die Gesamtlänge

der Kanten der Refinergarnitur, ein weiterer wichtiger Parameter zur Beeinflussung der Faserstoffqualität (Tabelle 1).

Tabelle 1 Typische Kennwerte der Mahlung verschiedener Faserstoffe [4]

| Faserstoff | Mahlkantenbelastung in J/m |         | spez. Energieeintrag<br>in kWh/t |
|------------|----------------------------|---------|----------------------------------|
|            | Schwach                    | Stark   |                                  |
| Langfaser  | 2,0 –4,0                   | 4,0–6,0 | 60–200                           |
| Kurzfaser  | 0,4–0,8                    | 0,8–1,5 | 40–80                            |
| Altpapier  | 0,4–2,0                    | 2,0–4,0 | 20–100                           |

Aufgrund ihrer Bedeutung für den Papierherstellungsprozess wird nicht erst seit dem starken Anstieg der Energiekosten nach Möglichkeiten gesucht, den spezifischen Energiebedarf der Mahlung durch die Nutzung anderer Technologien signifikant zu reduzieren.

Als eine solche mögliche Technologie kommt grundsätzlich auch die Behandlung der Fasern mit Ultraschall in Betracht. Ultraschallwellen werden bereits in verschiedenen anderen Branchen für unterschiedliche Aufgabenstellungen eingesetzt, wie bspw. zum Reinigen, zum Emulgieren oder zur Desintegration.

### 3.1 Ultraschall

#### 3.1.1 Grundlagen

Als Ultraschall werden in der Akustik die Schallfrequenzen oberhalb der menschlichen Hörschwelle, d. h. Schallschwingungen von rund 20 kHz, bis zu einer Frequenz von 1 GHz verstanden.

Es handelt sich also um mechanische Wellen, die den Gesetzen der Akustik folgen. Die heute üblicherweise genutzten Systeme zur Erzeugung von Ultraschall basieren auf dem piezoelektrischen Effekt. Hierbei werden zumeist Keramiken auf der Basis von Bariumtitanat und Bleizirkonattitanat genutzt. In Abbildung 1 ist schematisch ein Gerät zur Erzeugung von Ultraschall auf Basis des piezoelektrischen Effektes aufgeführt. Im Generator wird ein niederfrequentes elektrisches Signal (bspw. 50 Hz) in ein hochfrequentes elektrisches Signal (bspw. 20 kHz) umgewandelt. Im Ultraschallwandler wird das hochfrequente elektrische Signal über Piezoelemente in eine hochfrequente mechanische Schwingung umgewandelt. Über mechanische Elemente wird diese Schwingung zur Sonotrode geleitet, die direkt mit dem Medium in Kontakt steht.

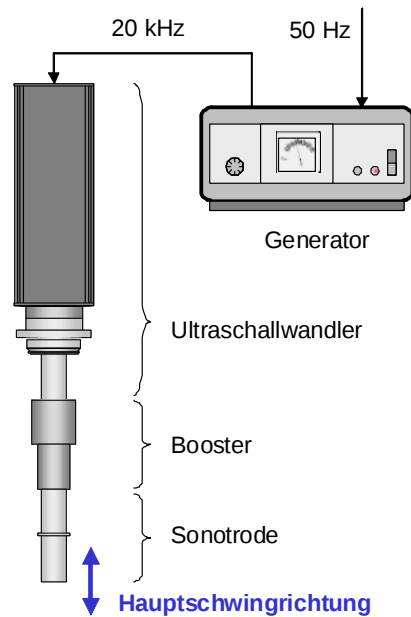


Abbildung 1: Prinzipskizze einer Anlage zur Erzeugung von Ultraschall durch Nutzung des piezoelektrischen Effektes

Ultraschallschwingungen können sowohl als Longitudinalwelle (Schwingungen in Fortpflanzungsrichtung) als auch als Transversalwelle (Schwingungen senkrecht zur Fortpflanzungsrichtung) auftreten. In Flüssigkeiten und Gasen können ausschließlich Longitudinalwellen übertragen werden. In Festkörpern können zusätzlich Transversalwellen auftreten. [5]

Der Ultraschall wird insbesondere durch folgende Größen charakterisiert [6]:

#### *Schallintensität in $W/cm^2$*

Die Schallintensität ist die pro Fläche und Zeiteinheit senkrecht zur Ausbreitungsrichtung der fortschreitenden Welle transportierte Energie.

#### *Schallleistung in $W$*

Die Gesamtleistung  $P$  eines Strahlers umfasst die gesamte Energie, die von diesem pro Zeiteinheit abgestrahlt wird.

#### *Schwingungsamplitude in $\mu m$*

Die Schwingungsamplitude charakterisiert die Schwingungsbewegungen des durchstrahlten Mediums.

Die Schwingungsamplitude ist im physikalischen Sinne der Weg der Auslenkung von der Ruhelage bis zum Maximum einer Schwingung. Die Schwingungsamplitude oder kurz Amplitude bezieht sich auf die Schwingweite der Sonotrodenstirfläche.

### **3.1.2 Kavitation**

Bei der Behandlung von Flüssigkeiten mit Ultraschall ist die sogenannte akustische Kavitation eine typische und sehr bedeutende Erscheinung, welche hauptsächlich für die zur Faserstoffbeeinflussung genutzten Effekte verantwortlich gemacht wird.

Die akustische Kavitation ordnet sich nach Lohrberg 2001 [7] wie folgt in die vier Typen von Kavitation ein:

- Einzelblasenkavitation,
- Schichtkavitation,
- Wirbelkavitation,
- akustische Kavitation.

Als Kavitation wird im Allgemeinen die Bildung von Hohlräumen in Flüssigkeiten verstanden, die in Folge der Einwirkung eines Unterdruckes entstehen. Die Lebensdauer dieser Hohlräume (Kavitationsblasen) ist sehr kurz. Sie können in kleinere Hohlräume zerfallen oder vollständig kollabieren – abhängig von den äußeren Bedingungen [8]. Bei Schallwellen und somit auch bei Ultraschallwellen treten zyklisch Kompression und Expansion auf. In einer Kompressionsphase treten positive Drücke auf, bei denen die Moleküle zusammen gedrückt werden. In einer Expansionsphase treten negative Drücke auf; die Moleküle werden voneinander weg bewegt. Flüssigkeiten werden durch ihre Zugfestigkeit zusammengehalten. Um eine Kavitationsblase zu erzeugen, muss der negative Druck während der Expansionsphase die Zugfestigkeit der Flüssigkeiten überwinden. Für eine reine Flüssigkeit – ohne Fremdpartikel oder Gase – müssten dafür Drücke von mehr als 1000 bar während der Expansionsphase wirken. In den meisten Flüssigkeiten, wie z.B. auch in Leitungswasser, sind aber immer Verunreinigungen vorhanden. In diesen Fällen genügen bereits wesentlich kleinere Drücke, um die Ausbildung von Kavitationsblasen zu ermöglichen. [9]

Der Lebenszyklus einer Kavitationsblase in einem Ultraschallfeld ist in Abbildung 2 dargestellt. Während mehrerer Schwingungsphasen wächst die Blase bis zu einer kritischen Größe an, bei der sie implodiert. Befindet sich die Blase in der Nähe eines Festkörpers (oder einer weiteren Blase), so kommt es zu einer gerichteten Implosion. Dabei tritt Wasser von der dem Festkörper abgewandten Seite in die Blase ein, formt sich zu einem Flüssigkeitsstrahl („Micro-Jet“) und durchschlägt die Blase auf der dem Festkörper zugewandten Seite. Der Flüssigkeitsstrahl entwickelt dabei eine Geschwindigkeit von bis zu 400 km/h [Abbildung 3].

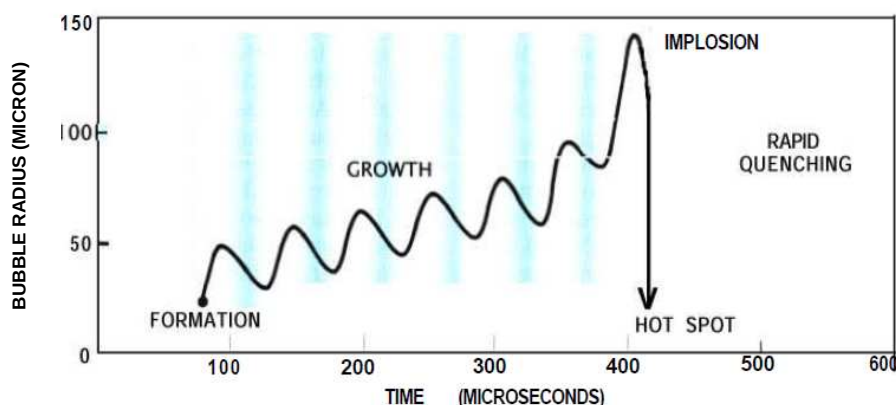


Abbildung 2: Modellvorstellung zum Wachstum und der Implosion einer Kavitationsblase in einem Ultraschallfeld bei der akustischen Kavitation [9]

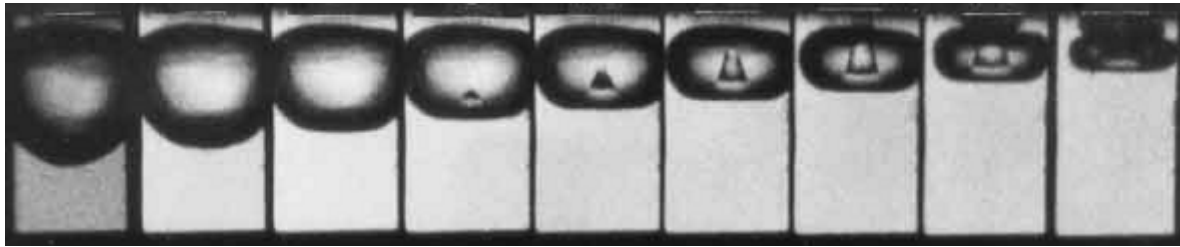


Abbildung 3: Fotografische Aufnahmen der Implosion einer Kavitationsblase in einer Flüssigkeit in der Nähe einer Festkörperfläche (oben) mit Bildung eines Flüssigkeitsstrahls (von links nach rechts) [10]

Die bei der akustischen Kavitation auftretenden Blasen können gemäß [9] wie folgt charakterisiert werden:

- Blasengröße: bis zu 150  $\mu\text{m}$  (bei einer Frequenz von 20 kHz am Ultraschallsender)
- Temperatur: 5.500  $^{\circ}\text{C}$  in Gasphase der Blase, 2.100  $^{\circ}\text{C}$  in Flüssigkeitsschicht um die Blase
- Druck: 1000 bar bei Kollaps der Blase

Bei der akustischen Kavitation treten somit sehr hochenergetische Effekte auf, die auch zu mechanischen Wirkungen an Festkörpern führen. Dies kann bspw. bei der Bildung von Kavitation an Schiffsschrauben oder Pumpen z. T. sehr unerwünschte Auswirkungen (Materialerosion) hervorrufen. Im Bereich der Abwassertechnik bewirkt die Beschallung von Klärschlamm eine Desintegration (Reduktion der Größe suspendierter Partikel, Zellaufschluss) und damit eine positive Wirkung.

### 3.1.3 Einsatz von Ultraschall in der Faserstoffsuspension

Die ersten Untersuchungen zur Anwendung von Ultraschall in der Papiertechnik wurden in den 1950er Jahren von Jayme / Rosenfeld [11] sowie Simpson / Mason [12] durchgeführt. Dabei wurde eine Steigerung des Wasserrückhaltevermögens bei Zellstofffasern durch die Behandlung mit Ultraschall beobachtet. Weiterführende Arbeiten wurden von Jayme 1960 veröffentlicht, in denen eine Variation der Frequenz, des Druckes und der Stoffdichte untersucht wurden. Dabei konnten verschiedene morphologische und kolloidchemische Beeinflussungen der Zellstofffasern nachgewiesen werden.

Weitere Arbeiten von Laine / Goring 1977 [13], Turai / Teng 1987 [14], Manning / Thompson 2002 [15] oder Gruber / Pena 2007 [16] konnten ebenfalls positive Eigenschaftsveränderungen an mit Ultraschall behandelten Faserstoffen beobachten. Zu nennen sind insbesondere:

- die Erhöhung der Faserfibrillierung,
- die Bildung des besonders bindungsaktiven Fein- und Schleimstoffes,
- die Erhöhung der Fein- und Füllstoffretention,
- die Steigerung des Quellvermögens bzw. der Wasseraufnahme,
- die Erhöhung von Papierfestigkeiten (Zugfestigkeit),
- die Reduzierung oder Vermeidung der Faserkürzung.

Neben Zellstoffen wurden auch Untersuchungen an rezyklierten Faserstoffen durchgeführt. Hierbei soll Ultraschall insbesondere die Entfernung von Druckfarben bei graphischen Papieren unterstützen [17].

In den bisherigen Untersuchungen im Labormaßstab ergaben sich die besten Ergebnisse bei einer leichten Vormahlung, d. h. einem geringen spezifischen Energieeintrag und anschließender Ultraschallbehandlung der Faserstoffsuspension.

In den Veröffentlichungen und Abschlussberichten wurde zumeist auf einen noch ungenügenden Versuchsaufbau bzw. eine ungünstige Ultraschall- Wirkstelle hingewiesen, so dass weiterhin festgestellt werden musste, dass der spezifische Energieeinsatz mit den bisher für die Untersuchungen genutzten Einrichtungen vergleichsweise hoch ist und meist über dem der konventionellen Mahlung lag [16]. Außerdem wurden in den verschiedenen Quellen die Wirkung des Ultraschalls zumeist an unterschiedlichen Suspensionskenngößen oder Festigkeitseigenschaften publiziert (Anhang - Tabelle 6).

Bei der akustischen Kavitation hervorgerufene mechanische Effekte sind dabei von mehreren Parametern (u. a. Schwingungsamplitude, Stoffdichte, Temperatur, statischer Druck, Geometrie des Schallfeldes) abhängig.

Der statische Druck wirkt in zweifacher Hinsicht. Durch einen höheren statischen Druck steigt zum einen der Partialdruck in der Blase, wodurch deren Kollaps abgeschwächt wird. Andererseits steigt jedoch auch die in der Blase gespeicherte Energie bei gleichem Blasenradius. Dadurch verlaufen der Kollaps und die damit verbundenen Effekte intensiver [18]. Mit diesem Wissen erscheint es sinnvoll, die Auswirkung der Ultraschalleffekte auf die Faserstoffeigenschaften auch bei erhöhten Umgebungsdrücken zu untersuchen.

Die Arbeit von Gruber und Pena [16] untersucht die Wirkung einer Mahlbehandlung in Kombination mit einer Ultraschallbehandlung und bewertet die Änderung papiertechnologischer Kenngrößen wie bspw. Mahlgrad, Fasermorphologie, Weißgrad und Reißlänge. Des Weiteren enthält sie einen Vergleich verschiedener Sonotrodenkonzepte (Zylinder, Walzen). Hierbei zeigte sich, dass insbesondere mit einer Zylindersonotrode eine gezielte Beeinflussung von Fasern in einer Suspension erreicht werden kann – gemessen an der Reißlänge. Die Beschallung von Papierfasersuspensionen entlang einer Walzensonotrode (Durchlaufverfahren) erbrachte hingegen keinen Anstieg der Reißlänge. Im Projekt INFOR 129 wird daher mit Zylindersonotroden gearbeitet.

## **4 Material und Methoden**

### **4.1 Untersuchte Rohstoffe**

Für die Untersuchungen im Projekt wurden die folgenden Faserstoffe genutzt:

- |                                  |                   |
|----------------------------------|-------------------|
| • Kiefern-Sulfatzellstoff,       | Abkürzung: KiSa   |
| • Eukalyptus-Sulfatzellstoff,    | Abkürzung: EuSa   |
| • Fichten-Sulfitzellstoff,       | Abkürzung: FiSi   |
| • KiefernFichten-Sulfatzellstoff | Abkürzung: KiFiSa |

Die Untersuchungen an Altpapier erfolgten an einem industriell hergestellten Graukarton, dessen Rohstoff eine Mischung der Altpapiersorten 1.02 und 1.04 war.

## 4.2 Messmethoden

Die Tabelle 2 gibt einen Überblick über die genutzten Messmethoden. Für die papier-technischen Untersuchungen wurden Laborblätter auf einer Rapid-Köthen-Blattbildungseinrichtung nach DIN EN ISO 5269-2 [19] hergestellt und klimatisiert.

Die Gewinnung von Mikroskopiebildern erfolgte mit einem DM4000B der Fa. Leica.

Tabelle 2 Im Projekt INFOR 129 genutzte Messmethoden

| Eigenschaft                                                     | Methode                                                     |
|-----------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------|
| <i>Suspensionseigenschaften</i>                                 |                                                             |
| Entwässerungswiderstand                                         | DIN EN ISO 5267/1 10/2000                                   |
| Wasserrückhaltevermögen                                         | Lehrstuhlmethode PPT                                        |
| Fasermorphologie (Faserlänge, Feinstoffanteil, Faserwandstärke) | nach Gerätevorschrift FiberLab 4.0                          |
| <i>Physikalische Prüfung</i>                                    |                                                             |
| Tensile-Index                                                   | DIN EN ISO 1924-2:2009-05                                   |
| Transparenz                                                     | DIN 53147 , 01/93                                           |
| Weiterreißarbeit (Brecht-Imset)                                 | DIN 53 115:2008-05                                          |
| Weißgrad (R457, ohne UV, D65)                                   | DIN 53145-1, 03/00                                          |
| Formation                                                       | nach Gerätevorschrift DOMAS 2.3, Powerspektrumanalyse (PSA) |

## 4.3 Versuchsstände zur Ultraschallbehandlung

### 4.3.1 Ultraschall-Batchzelle (UB)

Die Beschallung von geringen Mengen Faserstoffsuspension erfolgte an einem Versuchsstand mit diskontinuierlicher Betriebsweise (Abbildung 4 und Abbildung 5).



Abbildung 4 Ultraschall-Batchzelle zur diskontinuierlichen Beschallung von Faserstoffsuspension

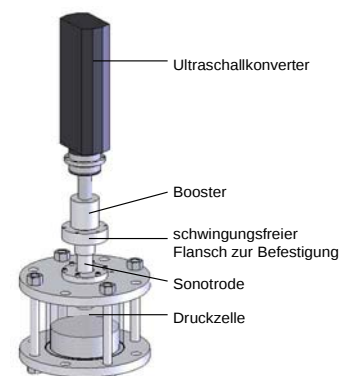


Abbildung 5 Prinzipskizze der Ultraschall-Batchzelle

Mit diesem Versuchsstand wird eine intensive Einwirkung von Schwingungen im Ultraschallbereich (20 kHz) auf die Papierfasersuspension bewirkt, wobei auch eine Behandlung bei Überdruck (max. 5 bar) realisiert werden kann. Mit einer Erhöhung des Druckes kann bei der Beschallung ein höherer Leistungseintrag und damit eine höhere Intensität (Schallintensität) erzielt werden. Die Behandlung einer Papierfaser-suspension erfolgt in einem Becherglas (Material: PMP (Polymethylpenten)) mit einem Füllvolumen von 400 ml. Die Sonotrode ragt dabei ca. 10 mm in die Papierfaser-suspension ein. Als Generator und Konverter kam ein UIP1000 (Fa. Hielscher Ultrasonics GmbH) zum Einsatz.

#### Technische Daten (Auswahl):

|                                     |                                         |
|-------------------------------------|-----------------------------------------|
| Ultraschall Schwingfrequenz:        | 20 kHz                                  |
| max. Leistung Ultraschallgenerator: | 1.000 W                                 |
| Sonotrode:                          | BS2d22 (Fa. Hielscher Ultrasonics GmbH) |
| Sonotrodendurchmesser:              | 22 mm                                   |
| Ultraschallbooster Verstärkung:     | 1,8                                     |
| Schallintensität:                   | 6–230 W/cm <sup>2</sup>                 |
| Überdruck in Zelle:                 | 0–5 bar                                 |

Im Rahmen des Projektes INFOR 129 erfolgte eine umfangreiche Modifizierung des Versuchstandes.

#### 4.3.2 Ultraschall-Durchfluss-Anlage (UDA)

In dem Versuchsstand UDA erfolgt die Beschallung von Faserstoffsuspension in kontinuierlicher Betriebsweise (Abbildung 6 und Abbildung 7).



Abbildung 6 Ultraschall-Durchfluss-Anlage zur kontinuierlichen Beschallung von Faserstoffsuspension

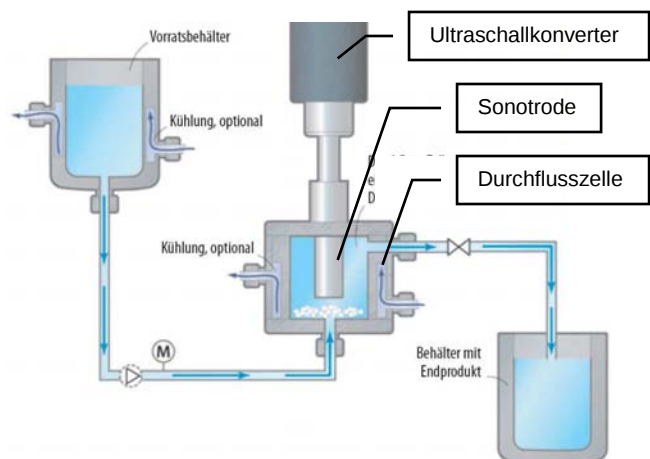


Abbildung 7 Prinzipskizze Ultraschall-Durchflusszelle, Quelle: Fa. JTT ([www.jtt-ultraschall.de](http://www.jtt-ultraschall.de))

Mit diesem Versuchsstand wird ebenfalls eine intensive Einwirkung von Schwingungen im Ultraschallbereich (20 kHz) auf die Papierfaser-suspension bewirkt.

Bei der Versuchsdurchführung wird die Papierfaser-suspension in eine der beiden Vorlagebehälter gegeben. Eine Exzentrerschneckenpumpe fördert die Papierfaser-

suspension in eine Durchflusszelle, in die eine Ultraschallsonotrode ragt und den Faserstoff beschallt. Der beschallte Stoff wird in einem Behälter aufgefangen.

Die Beschallung der Faserstoffsuspension in der Ultraschall-Durchfluss-Anlage erfolgte in einem Ultraschallreaktor (Flow cell). Für ausgewählte Versuche in *Kapitel 6.4.2 - Versuchsserie B* wurden der Ultraschallreaktor „FC gap 5mm“ und „T-unit“ genutzt. Bei allen weiteren Versuchen mit der Ultraschall-Durchfluss-Anlage wurde der Ultraschallreaktor „FC Insert 34“ genutzt.

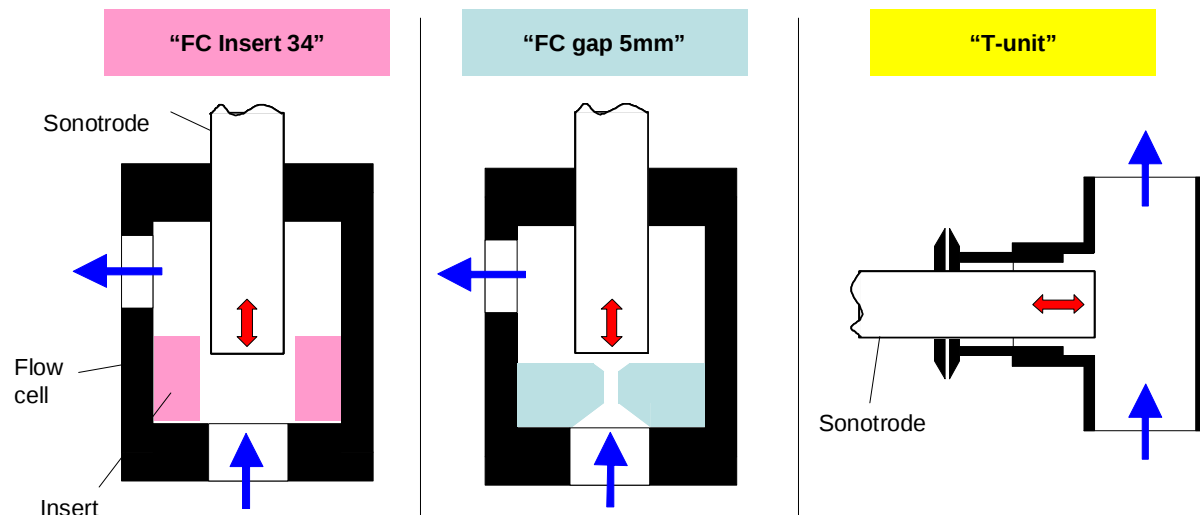


Abbildung 8 Ultraschallreaktoren für die Behandlung der Faserstoffsuspension mit Ultraschall in der Ultraschall-Durchfluss-Anlage

### Technische Daten (Auswahl):

Die Versuchsanlage hat folgende technische Daten.

|                           |                       |                                                                                                           |
|---------------------------|-----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Durchflusszelle:          | Anschlussquerschnitt: | 1¼ "                                                                                                      |
|                           | Innendurchmesser:     | 62 mm                                                                                                     |
| Füllvolumen:              |                       | 6 Liter je Behälter                                                                                       |
| Volumenstrom Pumpe:       |                       | 1,0–5 l/min                                                                                               |
| Strömungsgeschwindigkeit: |                       | 0,007–0,07 m/s Saugseite<br>0,01–0,1 m/s Druckseite                                                       |
| Stoffdichte               |                       | max. 3 % (Faserstoffspezifisch)                                                                           |
| Beschallungsreaktor:      |                       | Flow Cell FC100L1-1S mit Flow Cell Insert34<br>(Fa. Hielscher Ultrasonics GmbH),<br>FC gap 5mm,<br>T-unit |

Die technischen Daten der Ultraschallausrüstung an der Ultraschall-Durchfluss-Anlage entsprechen denen der Ultraschall-Batchzelle. Abweichend davon wurde bei den Versuchen in Kapitel 6.4.2 „Versuchsserie B“ die Sonotrode BS2d34 mit einem Sonotrodendurchmesser von 34 mm eingesetzt.

## 4.4 Aggregate zur Mahlung

### 4.4.1 JOKRO-Mühle

Der Betrieb der JOKRO-Mühle erfolgte gemäß EN 25264 (1984). Abbildung 9 zeigt die an der Forschungsstelle verwandte Ausführung der JOKRO-Mühle der Fa. FRANK PTI.



Abbildung 9 JOKRO-Mühle an der Forschungsstelle zur Mahlung von Faserstoffsuspension im Labormaßstab – Karussell für Mahlbüchsen (links), Mahlbüchse mit Mahlkörper (rechts)

Je Mahlbüchse werden 16 g otro Faserstoff auf 265 g Suspensionsmenge mit Wasser aufgefüllt. Die JOKRO-Mühle kann mit maximal sechs Mahlbüchsen bestückt werden.

Für eine Vormahlung mit der JOKRO-Mühle wurden Mahlpunkte gemäß Tabelle 3 gewählt und anschließend mit Ultraschall behandelt.

Tabelle 3 Betriebspunkte der Vormahlung in der JOKRO-Mühle für die Ultraschallversuche in Schritt 1 des Arbeitsplans

| Rohstoff | Mahldauer in min |
|----------|------------------|
| KiSa     | 35; 40; 60       |
| EuSa     | 20               |
| FiSi     | 20               |

Für die in Kapitel 0 bis 6.2.4 aufgeführten Versuche wurde die Mahldauer für die Mahlung des Kiefern-Sulfatzellstoffs auf 35 Minuten gewählt.

### *Leistungsmessung*

Im Rahmen des Projektes erfolgte eine Abschätzung des spezifischen Energieeintrages der JOKRO-Mühle. Dazu wurde die elektrische Leistung bei Betrieb der JOKRO-Mühle mit dem Leistungsmessgerät „WT230 Digital Powermeter“, Model 760503 der Fa. YOKOGAWA erfasst. Die Messdauer einer Einzelmessung betrug 2 Stunden mit einem Messintervall von 10 Sekunden. Die Netto-Leistung wurde aus der Differenz der Messung von mit Wasser (265 g) gefüllten Mahlbüchsen ohne Mahlkörper und der Messung von mit Faserstoffsuspension (265 g) und eingelegtem Mahlkörper gefüllten Mahlbüchsen bestimmt.

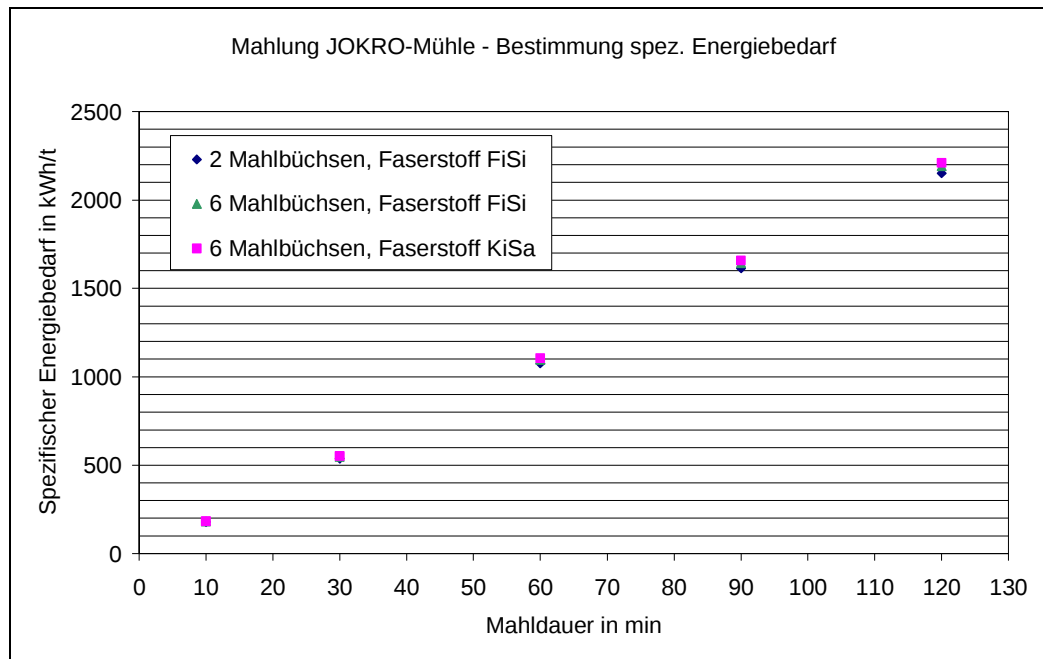


Abbildung 10 Spezifischer Energiebedarf bei der Mahlung in der JOKRO-Mühle als Funktion der Mahldauer, der Variation des Faserstoffes und der Anzahl der Mahlbüchsen

In Abbildung 10 ist der spezifische Energieeintrag bei der Mahlung in der JOKRO-Mühle dargestellt. Die Variation der Anzahl der Mahlbüchsen (2 oder 6 Mahlbüchsen) hat keinen signifikanten Einfluss auf den spezifischen Energiebedarf. Auch die Verwendung unterschiedlich mahlungsresistenter Rohstoffe (Kiefern-Sulfatzellstoff, Fichten-Sulfatzellstoff) hat ebenfalls keinen signifikanten Einfluss auf den spezifischen Energiebedarf.

Aus Abbildung 14 geht hervor, dass für die Erhöhung des Entwässerungswiderstandes bei einem Kiefern-Sulfatzellstoff von 13 SR auf 20 SR eine Mahldauer von 30 Minuten in der JOKRO-Mühle erforderlich ist. Dies entspricht einem spezifischen Energieeintrag in der JOKRO-Mühle von ca. 550 kWh/t. Eine industrielle Refineranlage benötigt für die gleich große Erhöhung des Entwässerungswiderstandes bei einem Kiefern-Sulfatzellstoff einen spezifischen Energieeintrag von durchschnittlich 100 kWh/t.

#### 4.4.2 Labor-Scheibenrefiner

An der Forschungsstelle steht ein Laborrefiner mit einer Scheibengarnitur zur Verfügung. In diesem können Stoffmengen bis 560 g otro gemahlen werden bei einer Stoffdichte von 4 %. Während der Mahlbehandlung wird der Stoff im Kreislauf geführt.

Die in Kapitel 6.3 durchgeführten Versuche zur Vormahlung wurden mit den in Tabelle 4 aufgeführten Einstellungen vorgenommen.

Tabelle 4 Betriebspunkte der Vormahlung im Labor-Scheibenrefiner für die Ultraschallversuche im Schritt 2 des Arbeitsplans

| Rohstoff | Kantenbelastung in J/m | Spez. Energieeintrag in kWh/t |
|----------|------------------------|-------------------------------|
| KiSa     | 1                      | 50; 200                       |
|          | 2                      | 100; 200                      |
|          | 3                      | 100; 200                      |

#### 4.4.3 Industrielle Refiner

Für die in Kapitel 6.4.1 untersuchten Faserstoffe wurden Mahlanlagen aus einem industriellen Stoffaufbereitungsprozess genutzt. Die Aggregate waren Kegelrefiner mit einer spezifischen Kantenbelastung zwischen 20 und 35 km/rev. Der spezifische Energieeintrag ist in Kapitel 6.4.1 aufgeführt.

Die Probenahme zur Gewinnung von Faserstoff für eine Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall erfolgte an der in Abbildung 11 gekennzeichneten Stelle „LF1“.

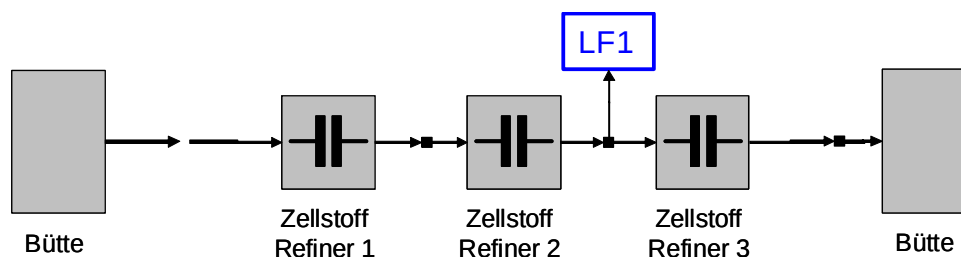


Abbildung 11 Prozessschema für die Aufbereitung von KiefernFichten-Sulfatzellstoff bei der Herstellung graphischer Papiere (Ausschnitt Mahlung)

## 5 Arbeitsplan

Mit einer vorangestellten Literaturstudie wurden die Arbeiten auf dem Gebiet der ultraschallunterstützten Mahlung und der dadurch bewirkten Veränderungen an der Faser zusammengefasst. Auf der Grundlage der Literaturrecherche erfolgte die Auswahl der im Projekt verwendeten Ultraschallwerkzeuge.

Erste Untersuchungen erfolgten in einer diskontinuierlich arbeitenden Laboranlage zur Ultraschallbehandlung (Ultraschall-Batchzelle) von Faserstoffsuspensionen. Mit dieser wurden 400 ml Faserstoffsuspension unter einem Überdruck von bis zu 5 bar behandelt. Mit der vorhandenen Technik wurden Untersuchungen mit einer Amplitude von 34  $\mu\text{m}$  an der Sonotrodenstirnfläche durchgeführt.

In der Kombination aus einem Refiner und der US-Behandlung wurden vorrangig Versuche an KiSa als typischem Rohstoff für die Herstellung graphischer Papiere durchgeführt. Die Bewertung der Versuchsergebnisse erfolgte anhand von Faserstoffeigenschaften und physikalischen Kenngrößen (Festigkeit, optische Eigenschaften) von Laborblättern, die aus dem Faserstoff gebildet wurden (siehe Kapitel 4.2).

Die Versuchsdurchführung erfolgte in drei Schritten und ist in Abbildung 12 dargestellt:

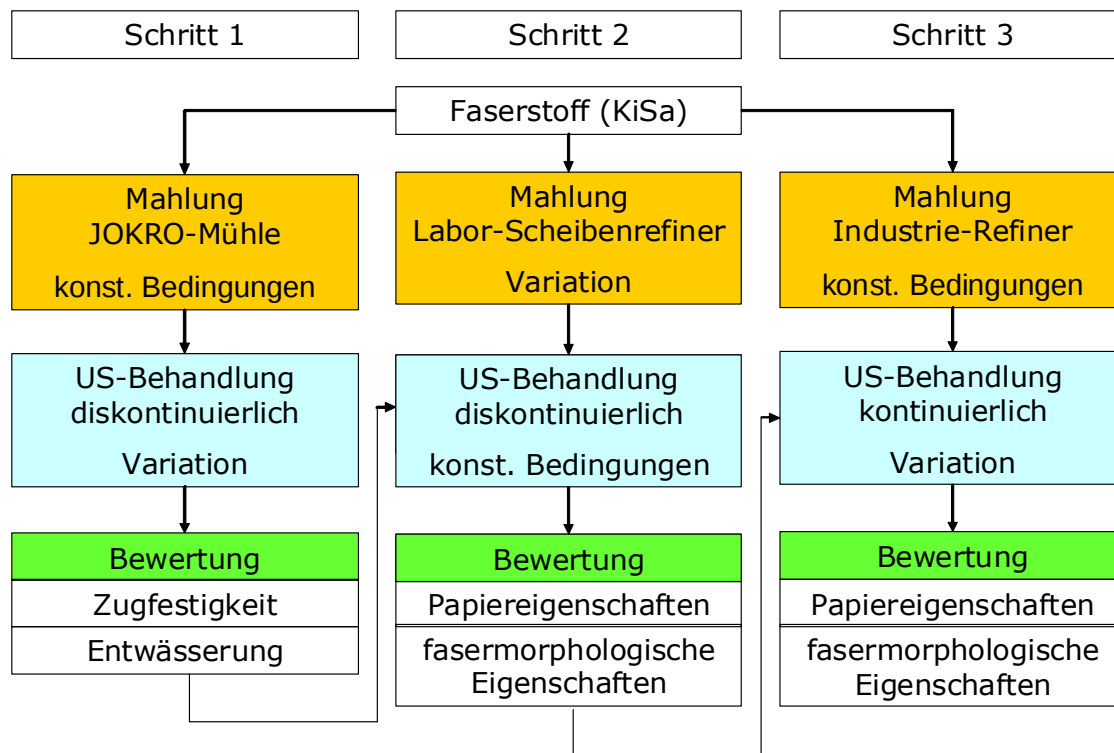


Abbildung 12 Überblick zum Arbeitsprogramm im Projekt

**Schritt 1:**

Dieser Schritt diente der Ermittlung der energetisch optimalen Randbedingungen bei der US-Behandlung. Hierfür wurde der Faserstoff bis auf die Hälfte der in der Industrie üblichen Mahlgradsteigerungen in der JOKRO-Mühle vorgemahlen. In der Ultraschall-Batchzelle erfolgte anschließend die Behandlung des Faserstoffes unter Variation von

- Umgebungsdruck (statischer Überdruck),
- Beschallzeit / Energieeintrag und
- Stoffdichte,

um denjenigen Betriebspunkt zu ermitteln, bei welchem die Änderungen der Faserstoffeigenschaften und der dafür notwendige Energiebedarf am günstigsten waren.

Die Untersuchungen erfolgten vorrangig mit dem Faserstoff KiSa. Zusätzlich wurden der weniger mahlungsresistente Faserstoff FiSi, ein Kurzfasierzellstoff EuSa und für den Produktbereich Verpackungspapiere ein Altpapier (Mischung aus der Altpapiersorte 1.02 und 1.04) untersucht.

**Schritt 2:**

An dem im 1. Schritt identifizierten Betriebspunkt wurden nachfolgend Versuche zur Reduktion des Anteils der konventionellen Mahlung am Gesamtmahlvorgang durchgeführt. Die Vormahlung erfolgte in einem Labor-Scheibenrefiner, mit dem neben dem spezifischen Energieeintrag auch die Mahlkantenbelastung variiert wurde.

**Schritt 3:**

Mit der so ermittelten Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung wurden abschließend Versuche in einem kontinuierlichen Versuchs-

stand zur US-Behandlung von Faserstoffsuspensionen durchgeführt. Dieser Versuchsstand ermöglicht eine praxisnahe Ausführung der Ultraschall-Wirkstelle und erlaubt damit die Bewertung der US-Behandlung bei einer möglichen Implementierung im industriellen Prozess.

In diesem Versuchsstand wurden folgende Faserstoffe beschallt:

- industriell vorgemahlener KiefernFichten-Sulfatzellstoff, wie er bei der Produktion graphischer Papiere zum Einsatz kommt (Entwässerungswiderstand ca. 23 SR) und
- industriell stark vorgemahlener Kiefern-Sulfatzellstoff, wie er bei der Produktion von Transparentpapier genutzt wird (Entwässerungswiderstand > 70 SR).

Während der Projektbearbeitung ergab sich die Fragestellung, inwieweit die Anwesenheit von Mahlhilfsmitteln (Mineralienpartikel) die Änderungen der Fasermorphologie während der US-Behandlung begünstigt. Dazu wurden Untersuchungen im Versuchsstand Ultraschall-Batchzelle mit KiSa sowie Calciumcarbonat als Mineralienpartikel durchgeführt.

## **6 Ergebnisse und Diskussion der Untersuchungen**

### **6.1 Bestimmung der Mahlungsbedingungen in industriellen Produktionsanlagen**

Im Rahmen des Projektes wurde eine Umfrage unter den Projektpartnern zu den Bedingungen bei der Mahlung des Papierfaserstoffes erhoben.

Ziel der Umfrage war die Ermittlung

- o der für die jeweilige Produktgruppe und Faserstoffart notwendige Faserbehandlung und
- o der dafür aufgewendeten Energie.

Zellstoffe haben im ungemahlten Zustand einen Entwässerungswiderstand von weniger als 16 SR. Für die Produktion von graphischen Papieren auf Zellstoffbasis wird der Faserstoff auf einen Entwässerungswiderstand von ca. 23 bis 35 SR gemahlen. Der Tensile-Index wird dabei von 25 bis 35 Nm/g auf 60 bis 80 Nm/g gesteigert.

Die aufgewendete spezifische Mahlenergie für die Mahlung einer Mischung aus Nadel- und Laubholzfasern (je 50 %) beträgt ca. 120 kWh/t.

Für die Mahlung von ausschließlich Nadelholzfasern wird eine spezifische Mahlenergie von 170 kWh/t aufgewandt.

Eine wesentliche Zielstellung der Mahlung ist die Erhöhung der Papierfestigkeit.

### **6.2 Bestimmung des Betriebspunkts für eine Ultraschallbehandlung bei mechanischer Vorbehandlung des Faserstoffes mit der JOKRO-Mühle**

Als erster Schritt im Projekt wurde ein Betriebspunkt für die Kombination aus mechanischer Vorbehandlung und Ultraschallbehandlung gesucht, bei dem die Änderung der Faserstoffeigenschaften (vor allem der Entwässerungswiderstand, als Maß für die externe Fibrillierung des Faserstoffes, und das Festigkeitspotenzial in Form des Tensile-Index der gebildeten Laborblätter) und der dafür notwendige Energiebedarf am günstigsten eingeschätzt werden.

Prinzipiell ist eine Erhöhung des Entwässerungswiderstandes des Faserstoffes nicht anzustreben, weil dadurch die Entwässerung auf der Blattbildungseinheit der Papiermaschine und damit deren Produktionsgeschwindigkeit vermindert wird. Der Entwässerungswiderstand wird daher hier als ein Parameter genutzt, mit dem die beiden Verfahren (konventionelle Mahlung und US-Behandlung) verglichen werden können, inwieweit diese den Faserstoff mechanisch verändern.

In Abbildung 13 ist das Schema des Versuchsplans für diese Versuche aufgeführt. Die nachfolgend aufgelisteten Ergebnisse wurden mit dem Versuchsstand Ultraschall-Batchzelle gewonnen.

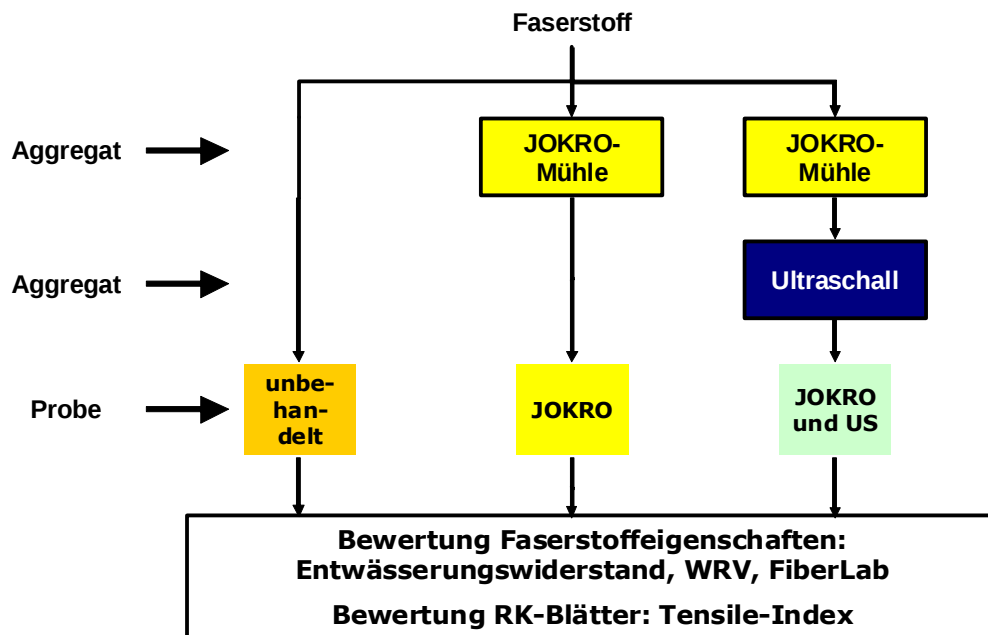


Abbildung 13: Versuchsplan zur Bestimmung des Betriebspunktes der US-Behandlung

### 6.2.1 Festlegung der Vormahlung des Faserstoffes in der JOKRO-Mühle

Die aufgenommene Mahlkurve für Kiefern-Sulfatzellstoff (JOKRO-Mühle) ist in Abbildung 14 dargestellt. Der WRV sowie die Entwicklung der Faserlänge über den Entwässerungswiderstand ist im Anhang in Abbildung 52 und Abbildung 53

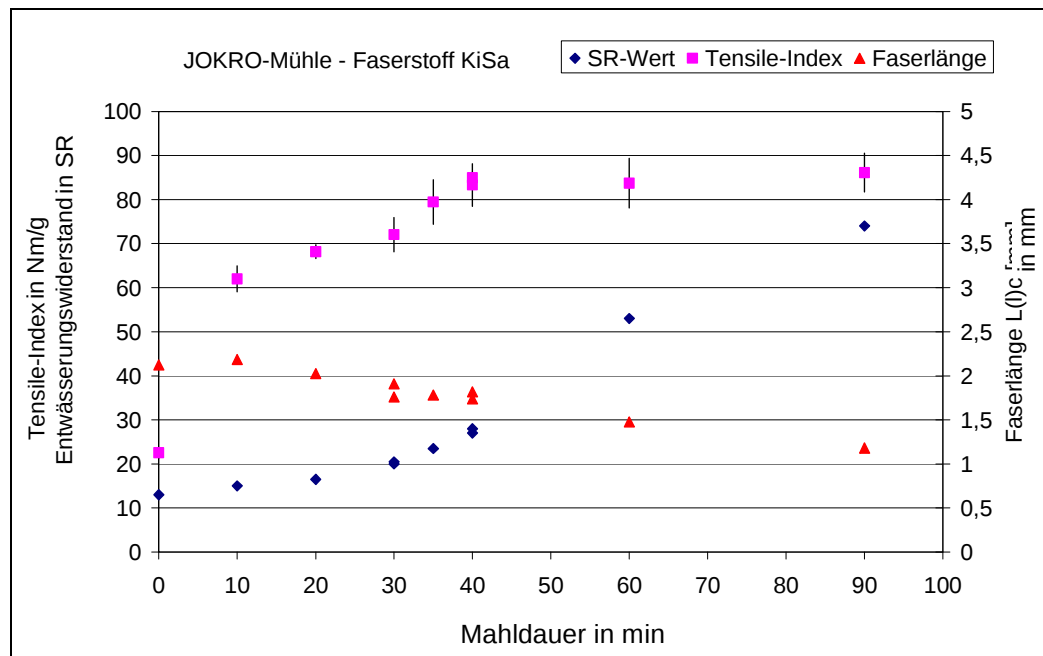


Abbildung 14: Änderung des Entwässerungswiderstandes, des Tensile-Index und der mittleren längengewichteten Faserlänge (Kontur) über der Zeit bei der Mahlung von Kiefern-Sulfatzellstoff in der JOKRO-Mühle

aufgeführt. Nach 35 Minuten Mahldauer ist ein Entwässerungswiderstand von 24 SR erreicht. Die bei diesem Mahlpunkt hergestellten Rapid-Köthen Blätter hatten einen Tensile-Index von 78 Nm/g. Dieser Mahlpunkt wurde als Vorbehandlung des Faserstoffes für eine nachfolgende Ultraschallbehandlung gewählt.

## 6.2.2 Variation des Energieeintrages bei der Ultraschallbehandlung

Die Abbildung 15 und Abbildung 17 zeigen die ermittelten Werte für den Entwässerungswiderstand und den Tensile-Index für Kiefern-Sulfatzellstoff im unbehandelten Zustand (0/0) und nach einer 35minütigen Mahlung (35/0) ohne sowie mit anschließender US-Behandlung bei drei verschiedenen Energieeinträgen (75, 150 und 300 kWh/t).

Die Mahlung des Faserstoffes in der JOKRO-Mühle erhöht den Entwässerungswiderstand von 13 auf 24 SR. Wird der gemahlene Faserstoff nachfolgend mit Ultraschall behandelt, ist keine signifikante Steigerung des Entwässerungswiderstands und des Tensile-Index zu beobachten (spezifischer Energieeintrag 75 bis 300 kWh/t, Schallintensität 22 W/cm<sup>2</sup>, Überdruck 0 bar).

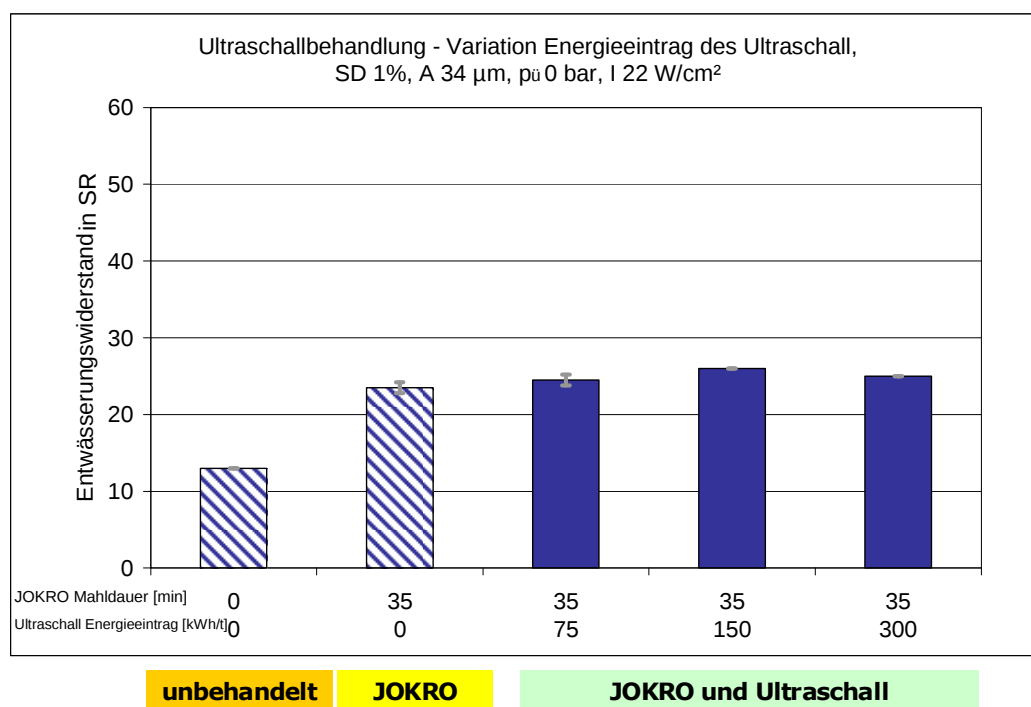


Abbildung 15 Der Entwässerungswiderstand als Funktion des spezifischen Energieeintrages bei der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff

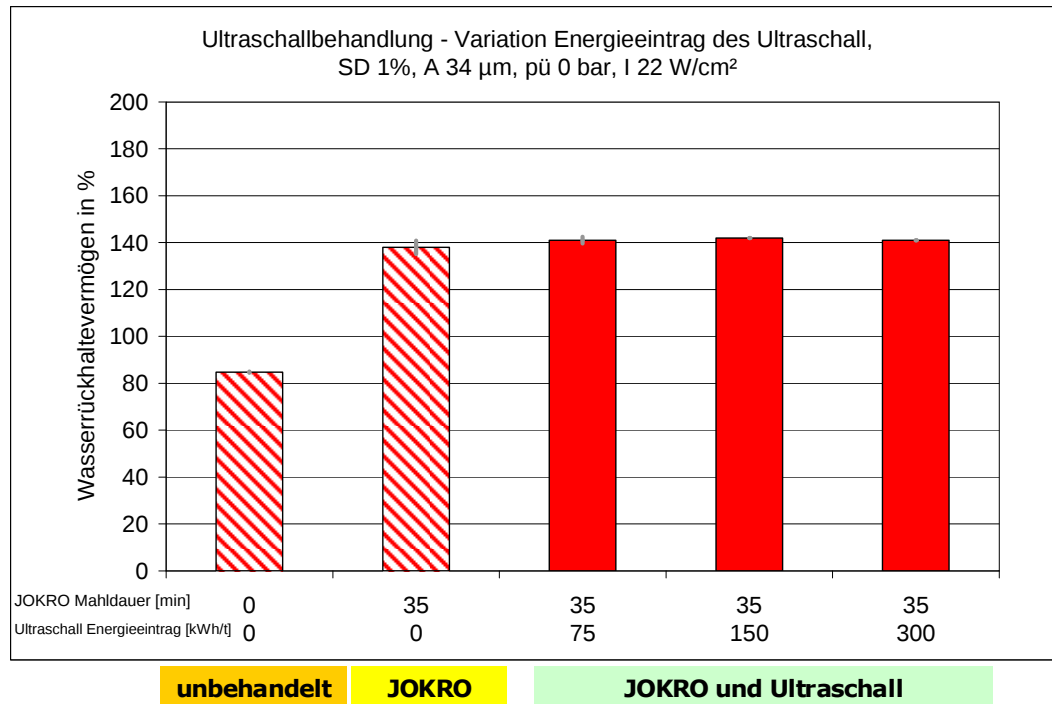


Abbildung 16 Das Wasserrückhaltevermögen als Funktion des spezifischen Energieeintrages bei der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff

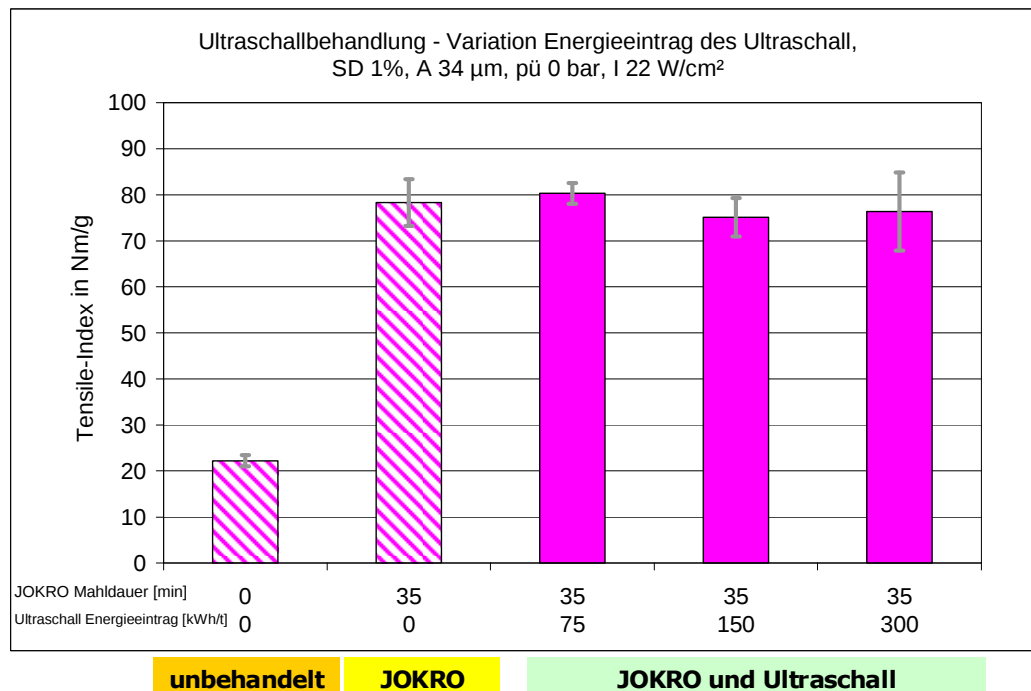


Abbildung 17: Der Tensile-Index als Funktion des spezifischen Energieeintrages bei der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff

Eine längere Vormahlung des Faserstoffes (JOKRO-Mühle, 60 Minuten) in Kombination mit einer anschließenden US-Behandlung (300 kWh/t, 22 W/cm<sup>2</sup>, 0 bar) führt zu keiner Steigerung des Tensile-Index gegenüber der Mahlung des Faserstoffes (JOKRO-Mühle, 60 Minuten) ohne anschließende US-Behandlung. Auch eine Erhöhung des statischen Überdrucks und damit der Schallintensität bei der US-Be-

handlung auf 5 bar bei einem spezifischen Energieeintrag von 300 kWh/t kombiniert mit einer Vormahlung des Faserstoffes (JOKRO-Mühle, 60 Minuten) führt zu keiner Erhöhung des Tensile-Index. (Anhang - Abbildung 55).

### 6.2.3 Variation der Stoffdichte bei der Ultraschallbehandlung

Die Bewertung des spezifischen Energieeintrages ist in der Papiertechnik auf die Masse an Faserstoff in der Papierfasersuspension bezogen. Die Verringerung des spezifischen Energiebedarfs ist durch die Verringerung der Behandlungszeit der Papierfasersuspension möglich. Zum Anderen beeinflusst die Variation der Stoffdichte in der Papierfasersuspension den Leistungseintrag und damit den spezifischen Energieeintrag.

Die unter Kapitel 6.2.2 beschriebenen Versuche wurden bei einer Stoffdichte von 1 % durchgeführt. Eine Erhöhung der Stoffdichte der beschallten Papierfasersuspension auf bis zu 5 % resultiert nicht in einer Änderung des Tensile-Index wie sie bei einer konventionellen Mahlung dieses Faserstoffes erreicht wird.

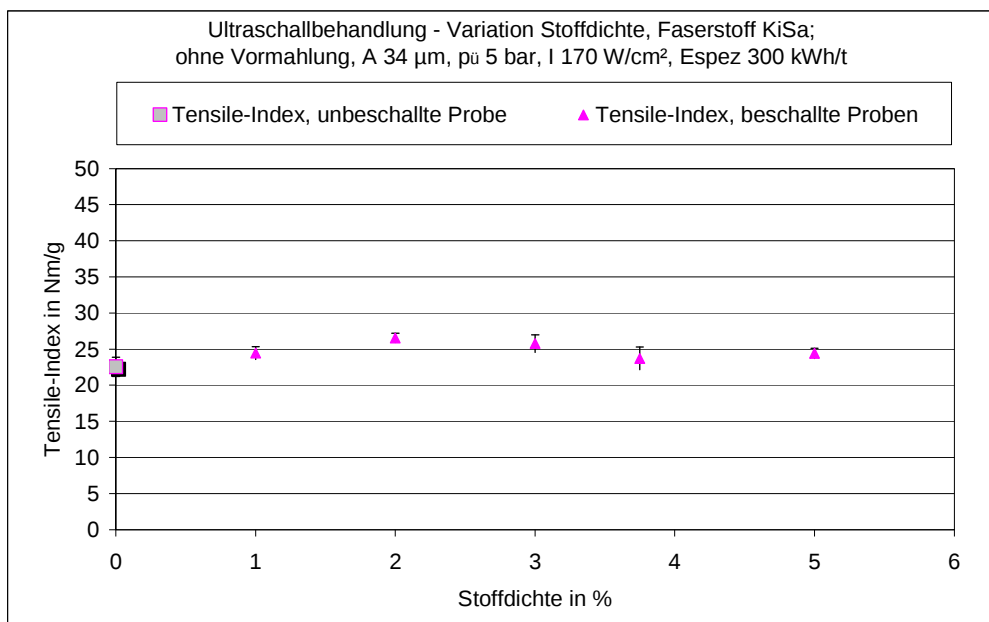


Abbildung 18 Der Tensile-Index als Funktion der Suspensionsstoffdichte bei der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff

Orientierende Versuche mit Stoffdichten von 10 % und 20 % lassen erkennen, dass die Beschallung von Papierfasersuspensionen in diesem Stoffdichtebereich die Konstruktion einer neuen Beschallungsgeometrie erfordert, die eine Bewegung der Papierfasersuspension relative zur Sonotrode ermöglicht.

### 6.2.4 Variation des Faserstoffes bei der Ultraschallbehandlung

#### *Zellstoff*

Ausgehend von diesen Ergebnissen wurden zwei weitere Faserstoffe – ein Eukalyptus-Sulfatzellstoff und ein Fichten-Sulfitzellstoff – untersucht. Sie besitzen nach einer 20-minütigen Mahlung in der JOKRO-Mühle einen Mahlgrad von 24 SR bzw. 23 SR.

Fichten-Sulfitzellstoff ist aufgrund der bereits vorgeschädigten Primärwand infolge des sauren Sulfitaufschlusses bei einer konventionellen Mahlbehandlung weniger mahlresistent als Kiefern-Sulfatzellstoff. Dies spiegelt sich zum einen darin wieder, dass mit einer geringeren Mahldauer (Sulfit: 20 min, Sulfat: 35 min) ein ähnlicher Entwässerungswiderstand von ca. 23 bis 24 SR erzielt wird. Zum anderen führt eine anschließende US-Behandlung bei dem Fichten-Sulfitzellstoff zu einer größeren Steigerung des Entwässerungswiderstandes (+ 5 SR) gegenüber dem Kiefern-Sulfatzellstoff (+ 1 SR). (Abbildung 19)

Dass der Anstieg des Entwässerungswiderstandes auf eine externe Fibrillierung während der US-Behandlung zurückzuführen ist, wird auch durch die Messungen mit dem FiberLab bestätigt. Sowohl beim KiSa als auch beim FiSi steigt der Parameter „Fibrillation“ (Abbildung 21).

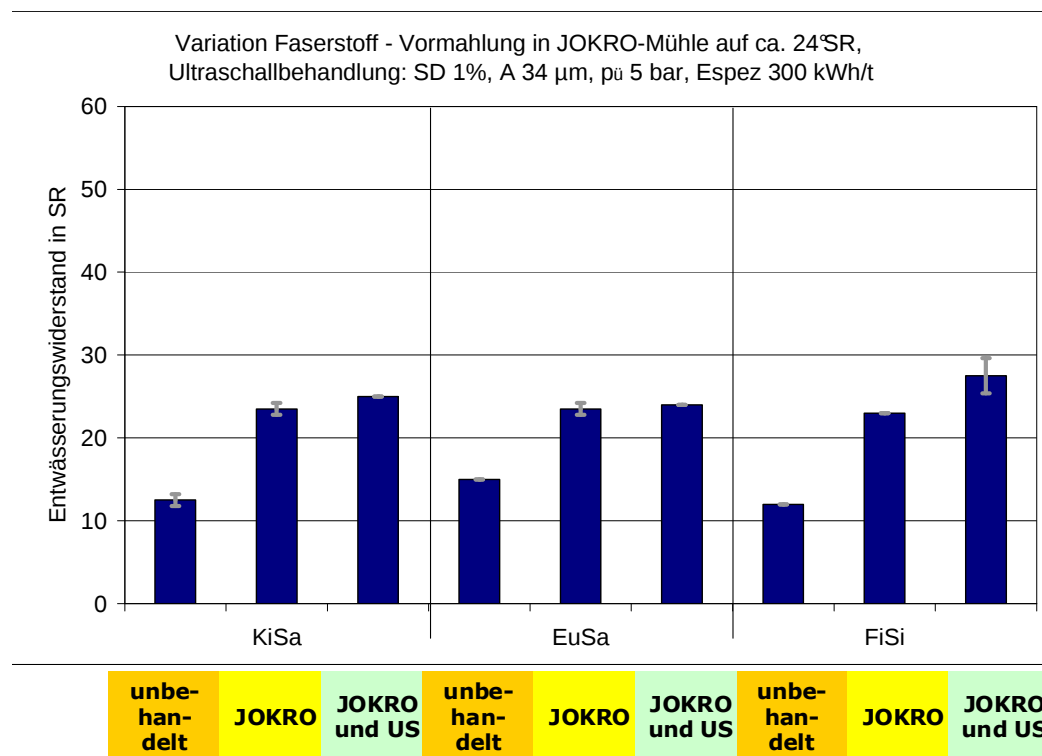


Abbildung 19 Der Entwässerungswiderstand von ungemahlenen Faserstoffen („unbehandelt“), Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen wurden („JOKRO“) und Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen und anschließend mit Hochleistungs-Ultraschall (UB) behandelt wurden („JOKRO und US“)

Die gleiche Tendenz ist auch beim Tensile-Index zu beobachten (Abbildung 20). Die Mahlung in der JOKRO-Mühle führt zu einer großen Steigerung des Tensile-Index. Die sich daran anschließende US-Behandlung führt bei Kiefern-Sulfatzellstoff und Eukalyptus-Sulfatzellstoff zu keiner Steigerung des Tensile-Index. Auch die Steigerung des Tensile-Index durch die US-Behandlung bei Fichten-Sulfitzellstoff ist nicht signifikant.

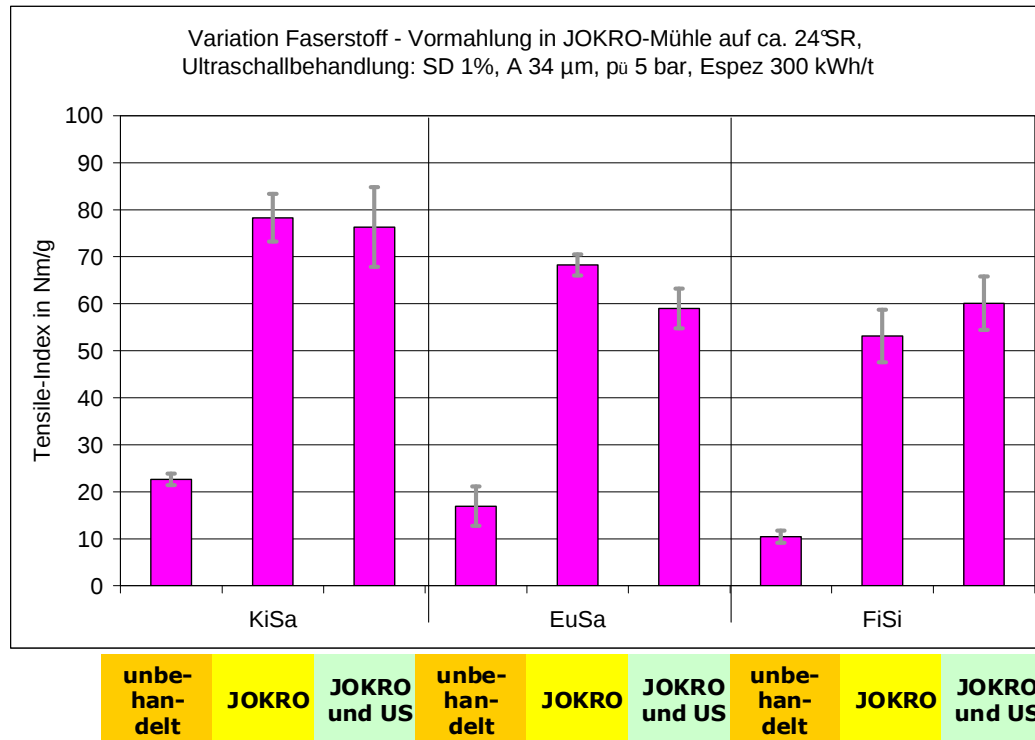


Abbildung 20 Der Tensile-Index von ungemahlenen Faserstoffen („unbehandelt“), Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen wurden („JOKRO“) und Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen und anschließend mit Hochleistungs-Ultraschall (UB) behandelt wurden („JOKRO und US“)

Durch die Mahlung in der JOKRO-Mühle erfolgt eine Faserkürzung bei den Langfaserzellstoffen (KiSa, FiSi), jedoch nicht beim Kurzfaserzellstoff (EuSa) – siehe Abbildung 21 und Abbildung 53.

Durch die US-Behandlung nach der Mahlung in der JOKRO-Mühle ist keine Änderung der Faserlänge bei allen drei Faserstoffen gegenüber dem in der JOKRO-Mühle nicht mit US behandeltem Stoff erkennbar.

Das Wasserrückhaltevermögen wurde durch die US-Behandlung bei allen drei Faserstoffen nicht vermindert (Anhang - Abbildung 54).

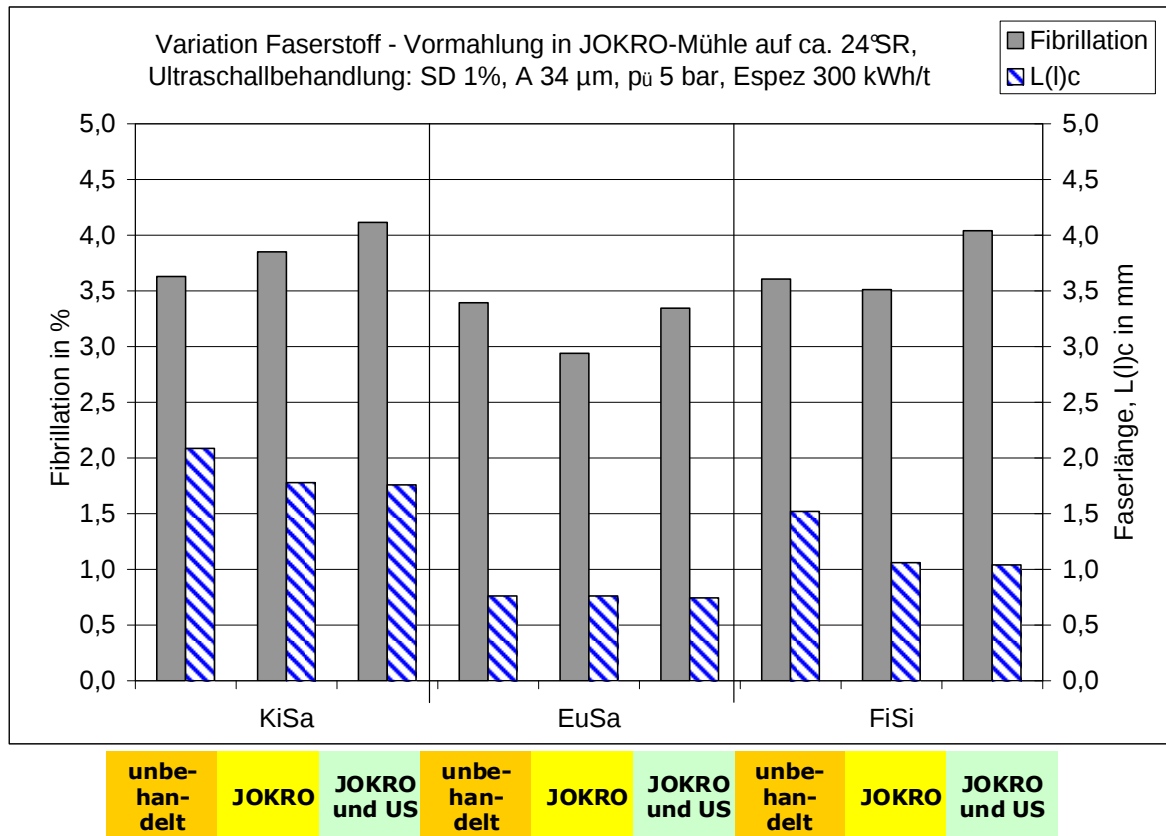


Abbildung 21 Die Fibrillierung und die mittlere längengewichtete Faserlänge (Kontur) von ungemahlenen Faserstoffen („unbehandelt“), Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen wurden („JOKRO“) und Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen und anschließend mit Hochleistungs-Ultraschall (UB) behandelt wurden („JOKRO und US“)

### Rezyklierte Faserstoffe

Neben Zellstoffen wurden auch rezyklierte Faserstoffe der unteren Sortengruppe zur Herstellung von Verpackungspapieren (Mischung aus Altpapiersorte 1.02 und 1.04) untersucht. Eine konventionelle Mahlung dieser rezyklierten Faserstoffe erfolgt heute nur noch selten. Grund ist hierfür der hohe Entwässerungswiderstand des Rohstoffes im ungemahlenen Zustand, der selbst durch geringe Mahlbehandlungen signifikant gesteigert wird. Außerdem ist mit einer konventionellen Mahlung bei diesen Faserstoffen nur eine geringe Steigerung der statischen Festigkeitseigenschaften der Papiere zu verzeichnen. Daher ist es insbesondere bei diesen Faserstoffen interessant, Möglichkeiten zur Steigerung der Festigkeitseigenschaften ohne eine Steigerung des Entwässerungswiderstandes aufzuzeigen.

Eine Vormahlung dieses Rohstoffes erfolgte nicht.

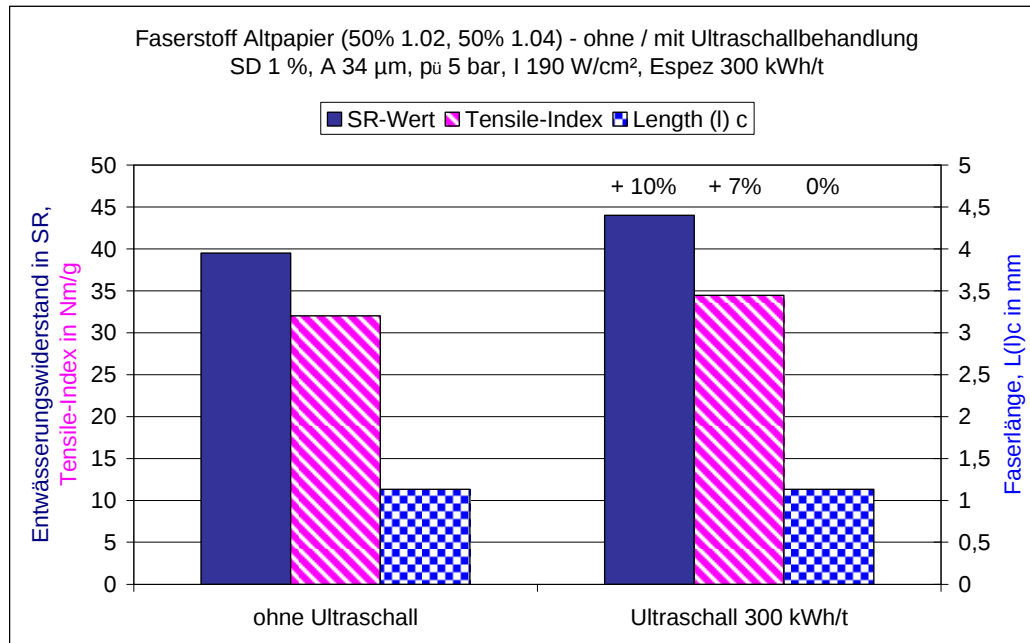


Abbildung 22 Einfluss der US-Behandlung (UB) auf den Entwässerungswiderstand, das Festigkeitspotenzial (Tensile-Index) und die Faserlänge eines rezyklierten Faserstoffes

Die Behandlung des rezyklierten Faserstoffes mit Ultraschall resultiert in einer Steigerung des Tensile-Index um 7 % (Abbildung 22). Die Faserlänge wird dabei nicht verringert und der Anteil an Feinstoff nicht erhöht.

### 6.2.5 Variation des Anteils der konventionellen Mahlung (JOKRO-Mühle) bei der Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung

In den bisherigen Versuchen wurde eine konstante Vormahlung in der JOKRO-Mühle realisiert. Bei der sich an die Vormahlung anschließende US-Behandlung konnten aber nur Eigenschaftsänderungen des Faserstoffes beobachtet werden, die geringer waren als bei der mechanischen Behandlung in der Vormahlung. Daher wurde untersucht, inwieweit eine Änderung der Vormahlung in der JOKRO-Mühle das Ergebnis der US-Behandlung beeinflusst. Der spezifische Energieeintrag der Vormahlung wurde mit der JOKRO-Mühle in drei Stufen (35; 40; 60 min) variiert. Der Entwässerungswiderstand der gemahlenen Faserstoffe entwickelt sich gemäß den schraffierten Säulen in Abbildung 23. Die Behandlung des Faserstoffes mit Ultraschall nach der Mahlung (vollflächige Säulen jeweils rechts neben den gemahlenen Faserstoffen) bewirkt keine signifikante Steigerung des Entwässerungswiderstandes. Auch der Tensile-Index kann durch eine Behandlung mit Ultraschall nach der Mahlung nicht in nennenswertem Umfang gesteigert werden (Abbildung 24).

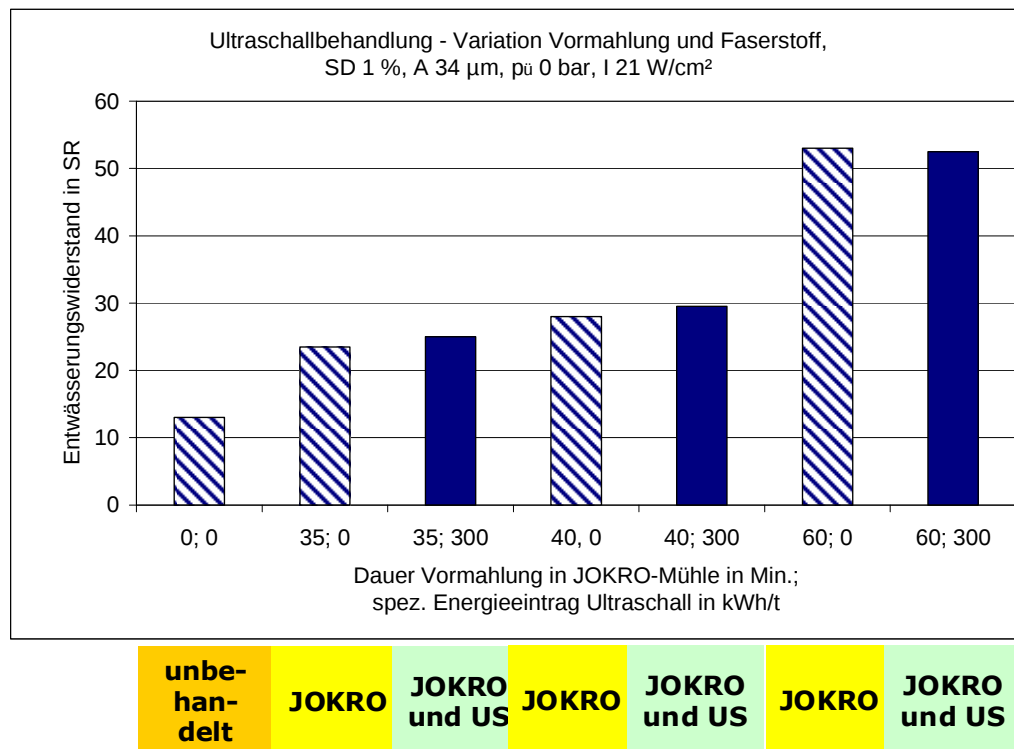


Abbildung 23 Der Entwässerungswiderstand als Funktion der Mahlung in der JOKRO-Mühle bei 0; 35; 40 und 60 Minuten (schraffierte Säulen) und als Funktion der Mahlung in der JOKRO-Mühle bei 35; 40 und 60 Minuten und anschließender US-Behandlung (UB) mit einem spezifischen Energieeintrag von 300 kWh/t (vollflächige Säulen) bei Kiefern-Sulfatzellstoff

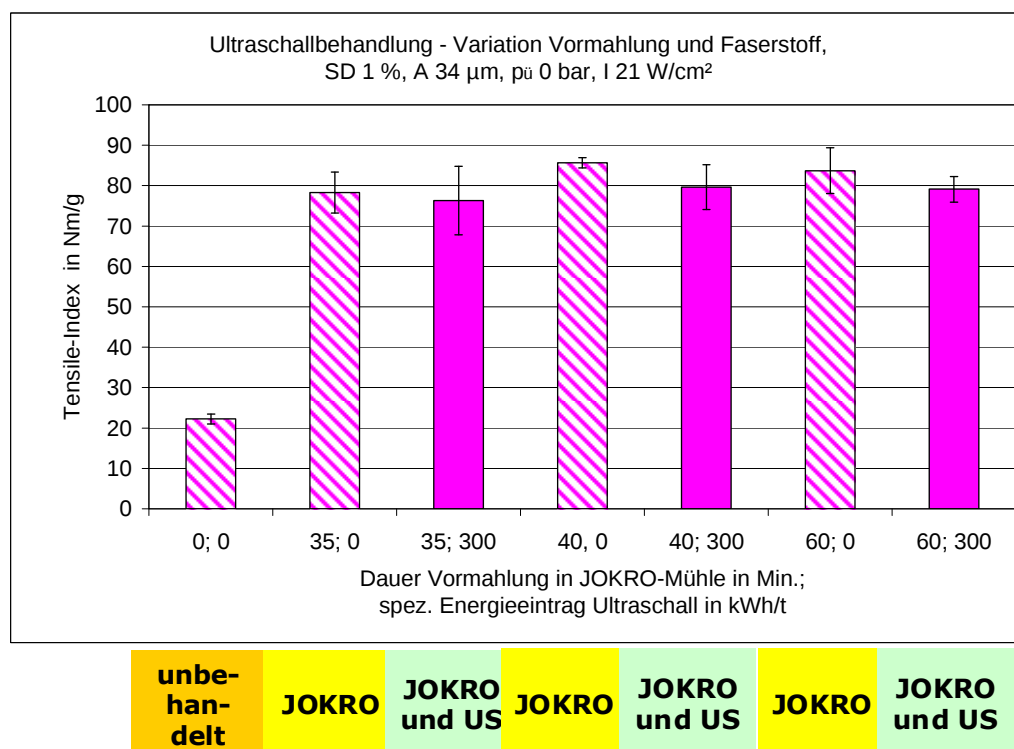


Abbildung 24 Der Tensile-Index als Funktion der Mahlung in der JOKRO-Mühle bei 0; 35; 40 und 60 Minuten (schraffierte Säulen) und als Funktion der Mahlung in der JOKRO-Mühle bei

35; 40 und 60 Minuten und anschließender US-Behandlung (UB) mit einem spezifischen Energieeintrag von 300 kWh/t (vollflächige Säulen) bei Kiefern-Sulfatzellstoff

### **6.3 Variation des Anteils der konventionellen Mahlung (Labor-Scheibenrefiner) bei der Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung**

In den Untersuchungen aus Schritt 1 des Arbeitsplanes, bei denen die Bedingungen der Mahlung in der JOKRO-Mühle – als Vorbehandlung für die anschließende US-Behandlung – vorrangig konstant gehalten wurden, konnte kein Betriebspunkt der US-Behandlung bestimmt werden, der zu einer energetisch besseren Bearbeitung des Kiefern-Sulfatzellstoffes führt.

In Schritt 2 wurde daher untersucht, inwieweit verschieden stark vorgemahlene Faserstoffe einen Betriebspunkt der US-Behandlung identifizieren lassen, bei dem die Änderungen der Faserstoffeigenschaften und der dafür notwendige Energiebedarf am günstigsten eingeschätzt wird. Als Fortführung der Untersuchungen wurde die Vormahlung mit der JOKRO-Mühle durch eine Vormahlung mit dem Labor-Scheibenrefiner ersetzt. Bei diesem Aggregat wurde, neben der Behandlungsdauer und damit des spezifischen Energieeintrages (50 bis 200 kWh/t), auch die Mahlkantenbelastung (1 bis 3 J/m) variiert.

Die Ergebnisse der unbehandelten Probe und der Proben nach der Mahlung im Labor-Scheibenrefiner sind als gestrichelte Säulen in den nachfolgenden Diagrammen dargestellt. Die Faserstoffe, die nach der Vormahlung auch mit Hochleistungs-Ultraschall behandelt wurden, sind als vollflächige Säulen jeweils rechts neben dem Mahlpunkt aufgeführt. Die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall erfolgte bei

- einer Amplitude von 34  $\mu\text{m}$ ,
- einem statischen Überdruck von 1 bar,
- einer Schallintensität von 55  $\text{W}/\text{cm}^2$ ,
- einer Stoffdichte von 1 % und
- mit einem spezifischen Energieeintrag von 300 kWh/t.

Mit der Variation der Mahlbedingungen konnte der Faserstoff auf verschiedene Niveaus des Entwässerungswiderstandes (Bereich 18 bis 52 SR) gemahlen werden.

Nach der Mahlung im Labor-Scheibenrefiner mit einer hohen Mahlkantenbelastung von 3 J/m und einem spezifischem Energieeintrag von 100 bzw. 200 kWh/t wurde der Faserstoff anschließend mit Ultraschall behandelt. Bei den beiden unterschiedlich lang vorgemahlene Faserstoffen wurden durch die anschließende US-Behandlung der Entwässerungswiderstand um 2 SR und das Wasserrückhaltevermögen um 6 % bzw. 5 % erhöht. (Abbildung 25, Anhang - Abbildung 56).

Die Variation der Beschallungsparameter durch Erhöhung des statischen Überdrucks auf 5 bar (restlichen Ultraschall Parameter wie oben aufgeführt) ändert nicht die Eigenschaftswerte (nicht abgebildet).

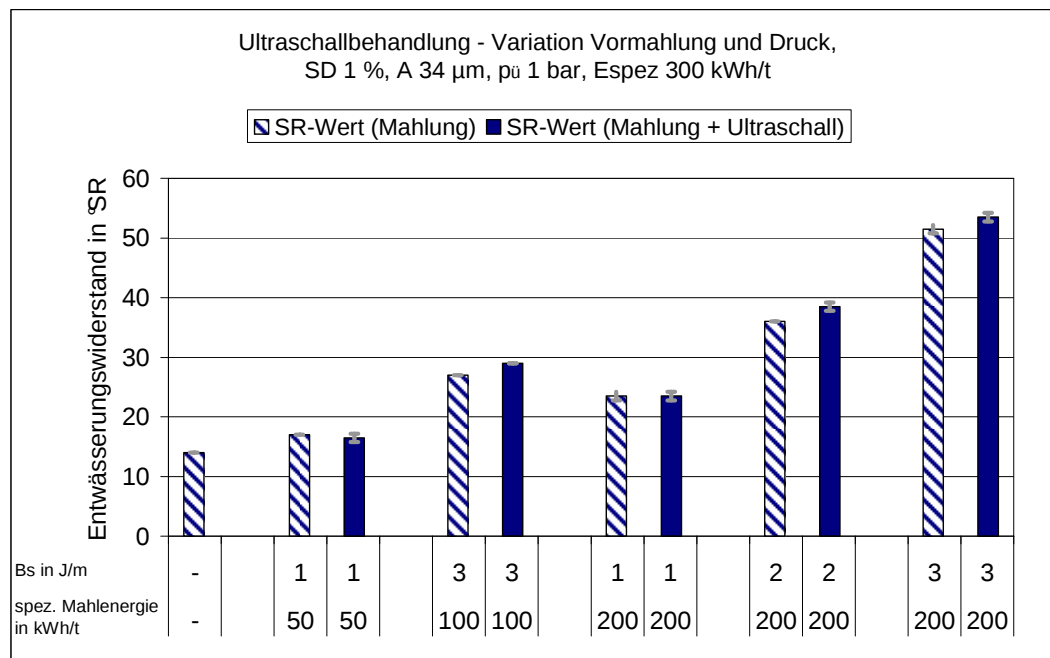


Abbildung 25 Entwicklung des Entwässerungswiderstands bei der US-Behandlung („Mahlung + Ultraschall“, UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff unter Variation der Vormahlung im Labor-Scheibenrefiner („Mahlung“)

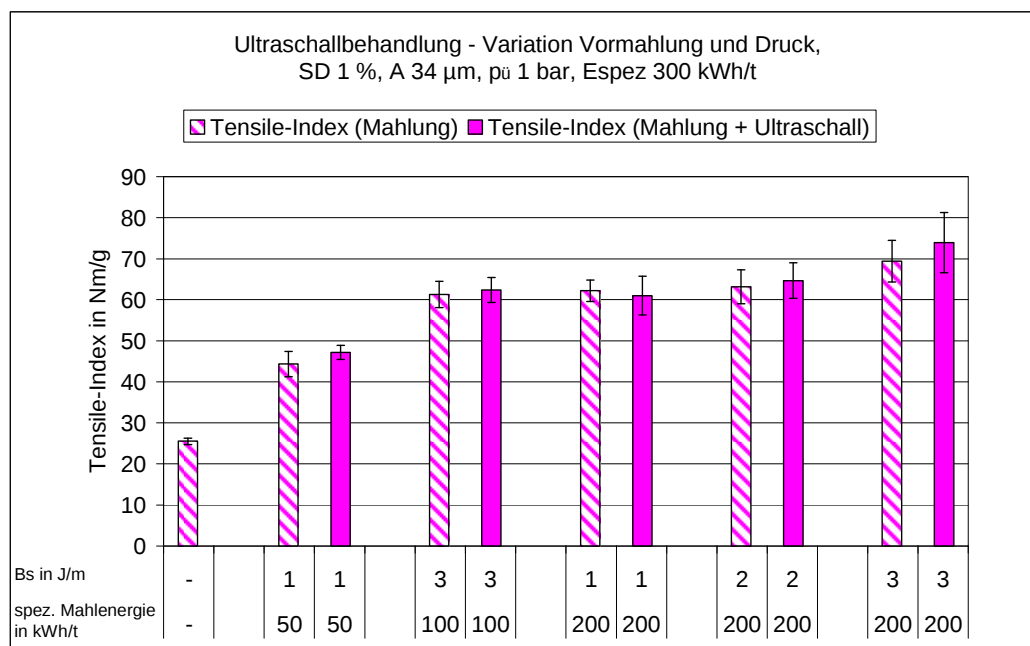


Abbildung 26 Entwicklung des Tensile-Index bei der US-Behandlung („Mahlung + Ultraschall“, UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff unter Variation der Vormahlung im Labor-Scheibenrefiner („Mahlung“)

Aus den lichtmikroskopischen Aufnahmen ist erkennbar, dass durch die Mahlung mit einer geringen Mahlkantenbelastung (1 J/m) und einem geringen spezifischen Energieeintrag (50 kWh/t) nur eine geringe externe Fibrillierung der Fasern verbunden ist (Vergleich Abbildung 27, Abbildung 28). Die nach dieser Mahlung angeschlossene

US-Behandlung führt zu keiner weiteren Fibrillierung oder Faserschädigung (Vergleich Abbildung 28, Abbildung 29).

Gleiches gilt für den Mahlpunkt 200 kWh/t und 3 J/m. Hier ist durch die alleinige Mahlung eine intensive externe Fibrillierung sowie eine starke Faserschädigung eingetreten (Vergleich Abbildung 27, Abbildung 30). Die der Mahlbehandlung folgende US-Behandlung führt aber zu keiner weiteren externen Fibrillierung oder Faserschädigung (Vergleich Abbildung 30, Abbildung 31).



Abbildungung 27 Lichtmikroskopische Aufnahme von ungemahlenem Kiefern-Sulfatzellstoff



Abbildungung 28 Lichtmikroskopische Aufnahme von gemahlenem (50 kWh/t, 1 J/m) Kiefern-Sulfatzellstoff ohne US-Behandlung



Abbildungung 29 Lichtmikroskopische Aufnahme von gemahlenem (50 kWh/t, 1 J/m) Kiefern-Sulfatzellstoff und anschließender US-Behandlung (UB) (300 kWh/t, 68 µm, 1 bar, SD 1 %)



Abbildungung 30 Lichtmikroskopische Aufnahme von gemahlenem (200 kWh/t, 3 J/m) Kiefern-Sulfatzellstoff ohne US-Behandlung



Abbildungung 31 Lichtmikroskopische Aufnahme von gemahlenem (200 kWh/t, 3 J/m) Kiefern-Sulfatzellstoff und anschließender US-Beh. (UB) (300 kWh/t, 68 µm, 1 bar, SD 1 %)

## **6.4 Bestimmung des Betriebspunkts für eine Ultraschallbehandlung bei mechanischer Vorbehandlung des Faserstoffes mit industriellen Refinern**

### **6.4.1 Graphische Papiere**

Die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall erfolgte in den bisher aufgeführten Versuchen in dem Versuchsstand Ultraschall-Batchzelle (siehe Kapitel 4.3.1) in einem diskontinuierlichem Prozess (Batch). Die nachfolgenden Ergebnisse wurden mit dem Versuchsstand Ultraschall-Durchfluss-Anlage (siehe Kapitel 4.3.2) gewonnen und damit in einem kontinuierlichem Prozess. Die Faserstoffsuspension wird dabei mit einem konstanten Volumenstrom in eine Durchflusszelle geführt. Durch die Geometrie der Durchflusszelle erfolgt eine Zwangsführung der Faserstoffsuspension durch das Ultraschallfeld unterhalb der Sonotrode. Diese Zwangsführung wurde durch die Verwendung eines Inserts innerhalb der Durchflusszelle, der eine Verjüngung des Innendurchmessers der Durchflusszelle bewirkt, intensiviert. Damit wird angestrebt, dass möglichst viele Fasern des Stoffstromes das Ultraschallfeld durchströmen.

Die Untersuchungen erfolgten in einer Papierfabrik, die graphische Papiere auf Basis von Zellstoff, Holzstoff und Altpapier (DIP) herstellt. Der untersuchte Faserstoff (Kiefern-Fichten-Sulfatzellstoff) wurde nach der Mahlung in zwei Kegelrefinern (spez. Energieeintrag 185 kWh/t (Refiner 1 + Refiner 2, spezifische Kantenlänge 24 km/rev) mit Hochleistungs-Ultraschall behandelt (konstanter spezifischer Energieeintrag 300 kWh/t).

In diesen Ultraschallversuchen wurde der Parameter statischer Überdruck in den Stufen 0; 0,5; 1; 3 bar variiert. Mit einem steigenden statischen Überdruck ist vom Ultraschallsystem ein größerer Widerstand zu überwinden, um die erforderliche Auslenkung der Sonotrode (Amplitude) im Medium zu gewährleisten. Mit steigendem statischen Überdruck ist damit ein steigender Bedarf des Ultraschallsystems an elektrischer Leistung verbunden. Eine Erhöhung der Leistung führt auch zu einer Erhöhung der Schallintensität.

In den nachfolgenden Abbildungen kennzeichnen die gestrichelten Säulen die Ergebnisse für die vorgemahlenen Faserstoffe und die vollflächigen Balken diejenigen der vorgemahlenen und mit Ultraschall behandelten Faserstoffe. Eine Änderung sowohl des Entwässerungswiderstandes als auch des Wasserrückhaltevermögens durch die anschließende US-Behandlung kann nicht festgestellt werden.

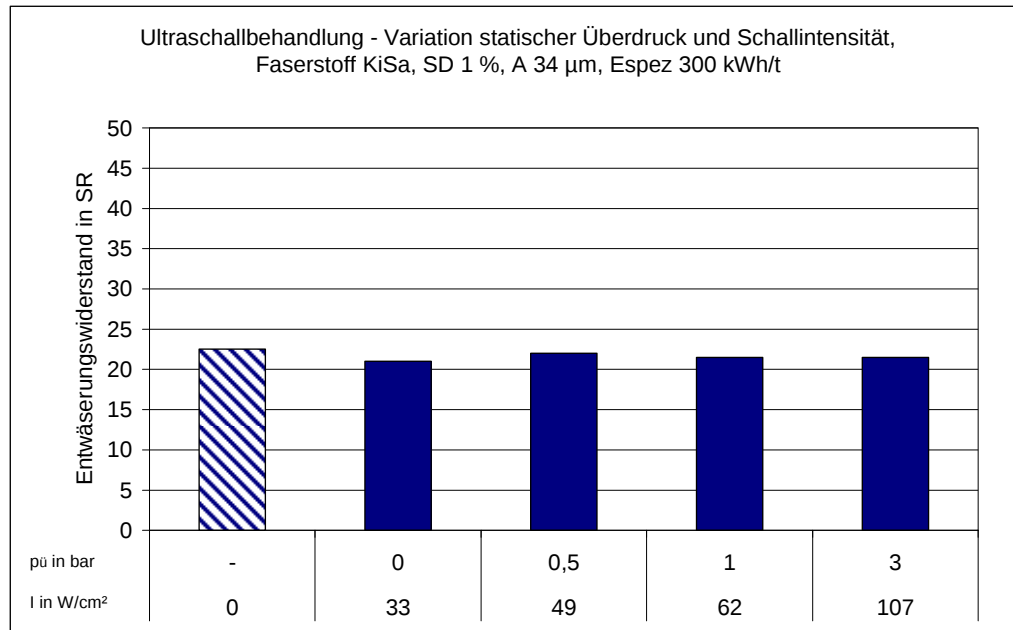


Abbildung 32 Der Entwässerungswiderstand als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säule).

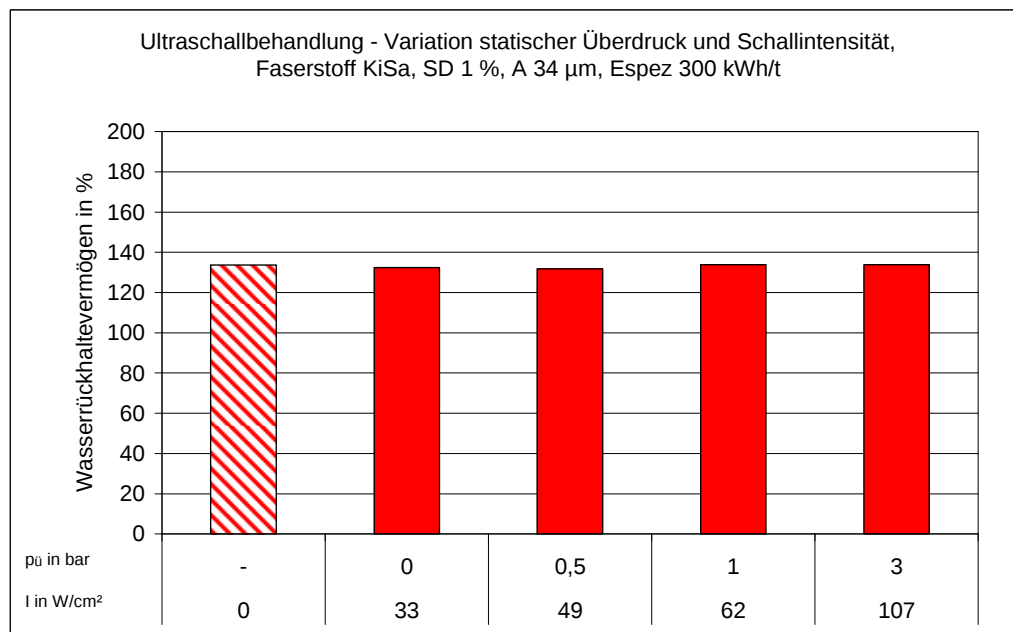


Abbildung 33 Das Wasserrückhaltevermögen als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säule).

Ein Einfluss auf die statische Festigkeit (Tensile-Index) war auch unter Variation der Schallintensität der US-Behandlung nicht zu beobachten (Abbildung 34).

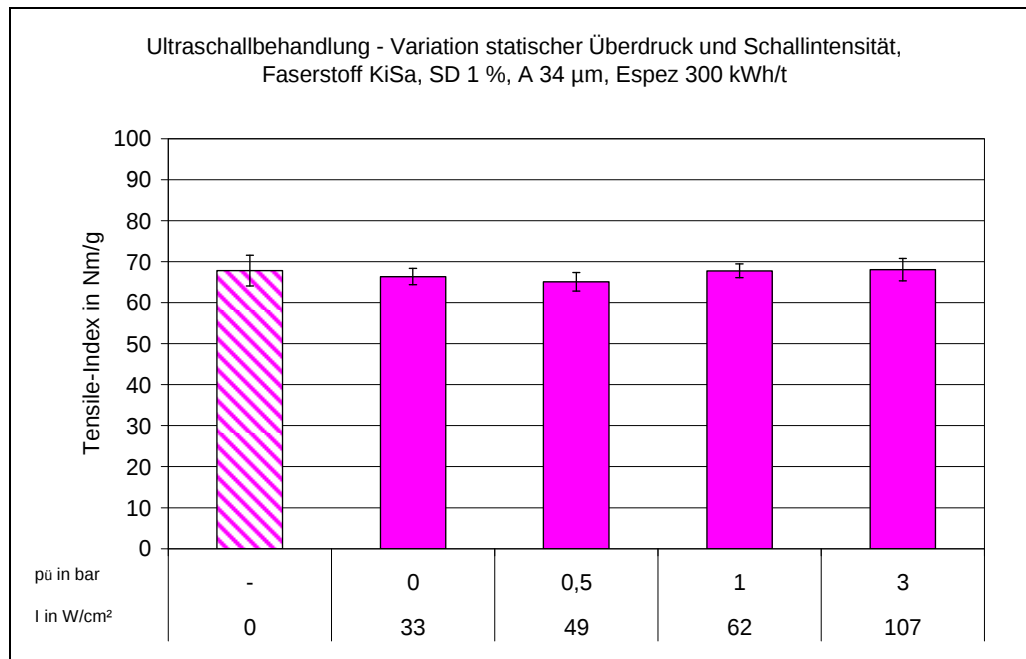


Abbildung 34 Der Tensile-Index als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säule).

Im Abbildung 35 ist die Weiterreißarbeit dargestellt. Durch die Behandlung des Faserstoffes mit Hochleistungs-Ultraschall steigt die Weiterreißarbeit geringfügig um maximal 7 % an. Der Anstieg ist dabei unabhängig von der Intensität. Die Weiterreißarbeit wird nach [20] insbesondere durch die Faserlänge aber auch den Gehalt an Feinstoff geprägt. Die Faserlänge wird durch die US-Behandlung jedoch nicht verändert. Auch ein Anstieg des Feinstoffgehaltes, der zur einer erhöhten Faser-Faser-Bindung und damit einer vergrößerten Weiterreißarbeit führen kann, konnte nicht beobachtet werden (Abbildung 36).

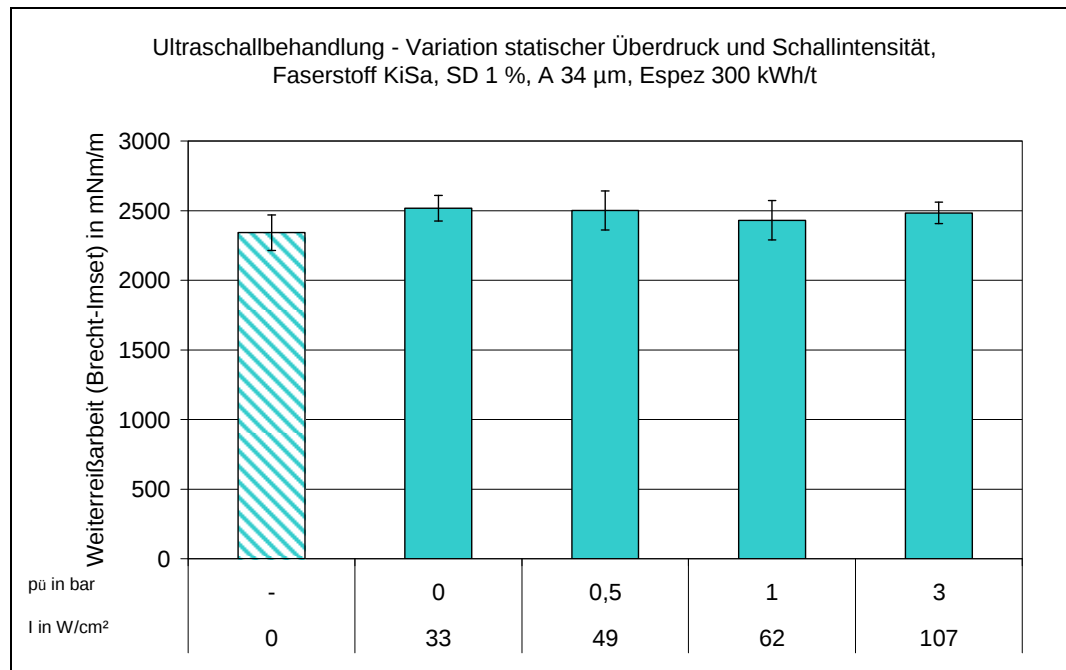


Abbildung 35 Die Weiterreißarbeit (Brecht-Imset) als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säule).

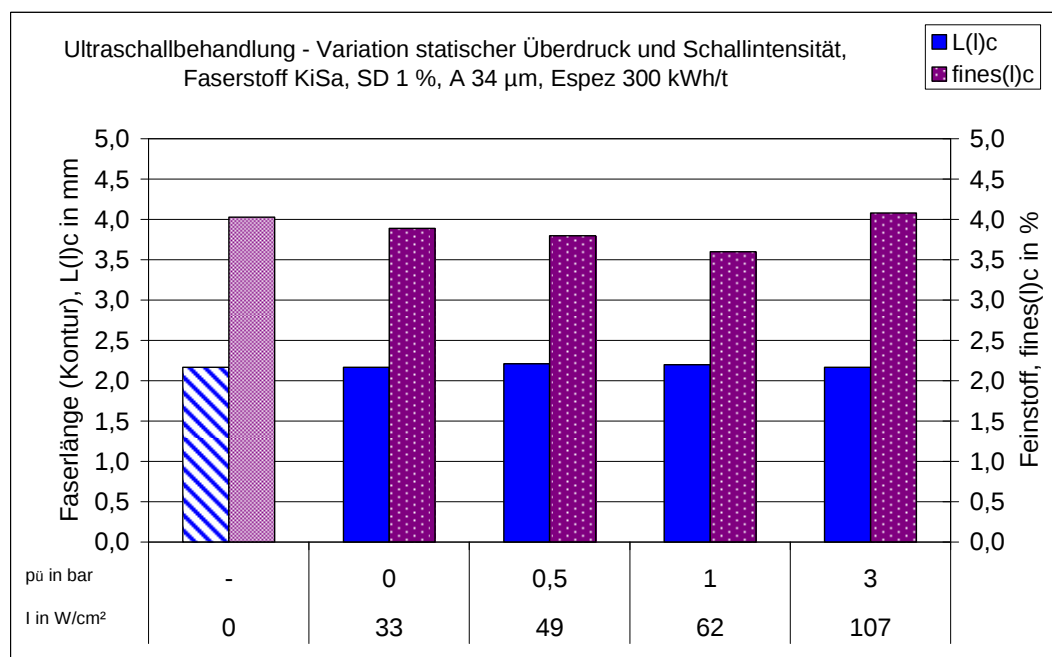


Abbildung 36 Die mittlere längengewichtete Faserlänge (Kontur) und der längengewichtete Feinstoffgehalt (Kontur) als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säulen).

Der Weißgrad der Laborblätter, deren Faserstoff mit Hochleistungs-Ultraschall behandelt wurde, bleibt auf dem Niveau der Ausgangsprobe (gestrichelte Säule) (Abbildung 37).

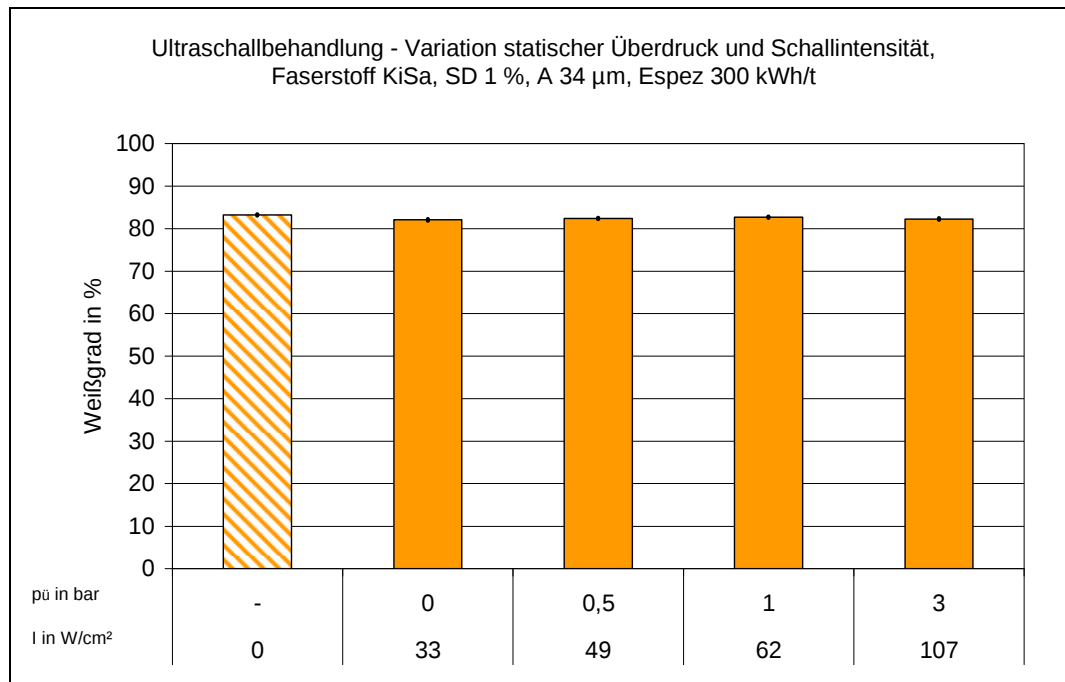


Abbildung 37 Der Weißgrad als Funktion des statischen Überdrucks und der Schallintensität bei der US-Behandlung (UDA) von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in einem Industrie-Kegelrefiner mit einem spezifischen Energieeintrag von 185 kWh/t gemahlen (gestrichelte Säule).

## 6.4.2 Spezialpapiere

### **Versuchsserie A**

Als eine Schlussfolgerung in der Arbeit von Gruber und Pena [16] wurde die Anwendung von Ultraschall in Spezialpapieren gesehen. Insbesondere wurde angemerkt, dass bei stärker gemahlenen Zellstoffen eine US-Behandlung zu besseren optischen und mechanischen Eigenschaften führt als eine konventionelle Mahlung. Im aktuellen Projekt wurden daher auch verschiedene Mahlpunkte hoch ausgemahlener Zellstoffe für die Produktion von Transparentpapier untersucht. Abbildung 38 gibt einen Überblick über die Ultraschallversuche. Die Beschallung der Faserstoffe erfolgte in der Ultraschall-Batchzelle.

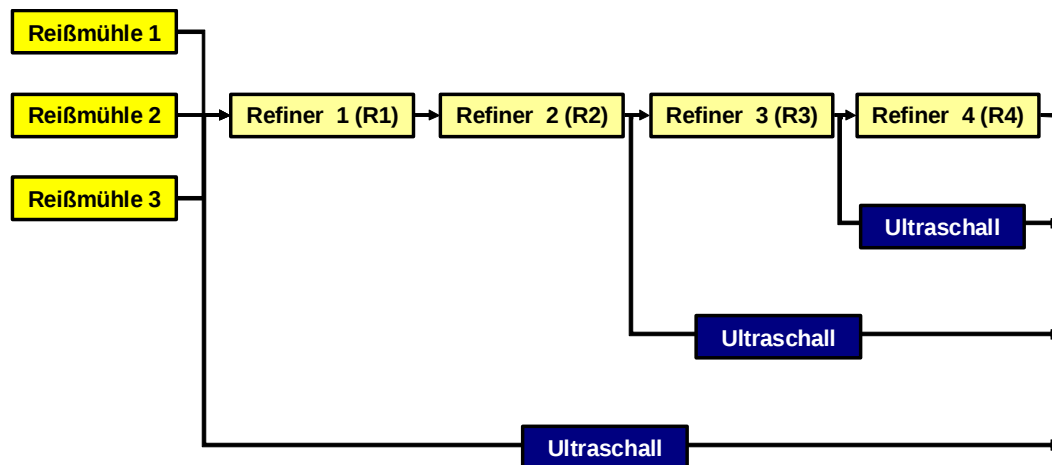


Abbildung 38 Schema des industriellen Mahlprozesses für Transparentpapier in der Papierfabrik, deren Faserstoff für Ultraschallversuche genutzt wurde

Der spezifische Energieeintrag hängt von der Papiersorte ab und beträgt für die erste Mahlstufe 2.000 bis 3.000 kWh/t. Für die gesamte Mahlung werden bis zu 4.000 kWh/t eingesetzt.

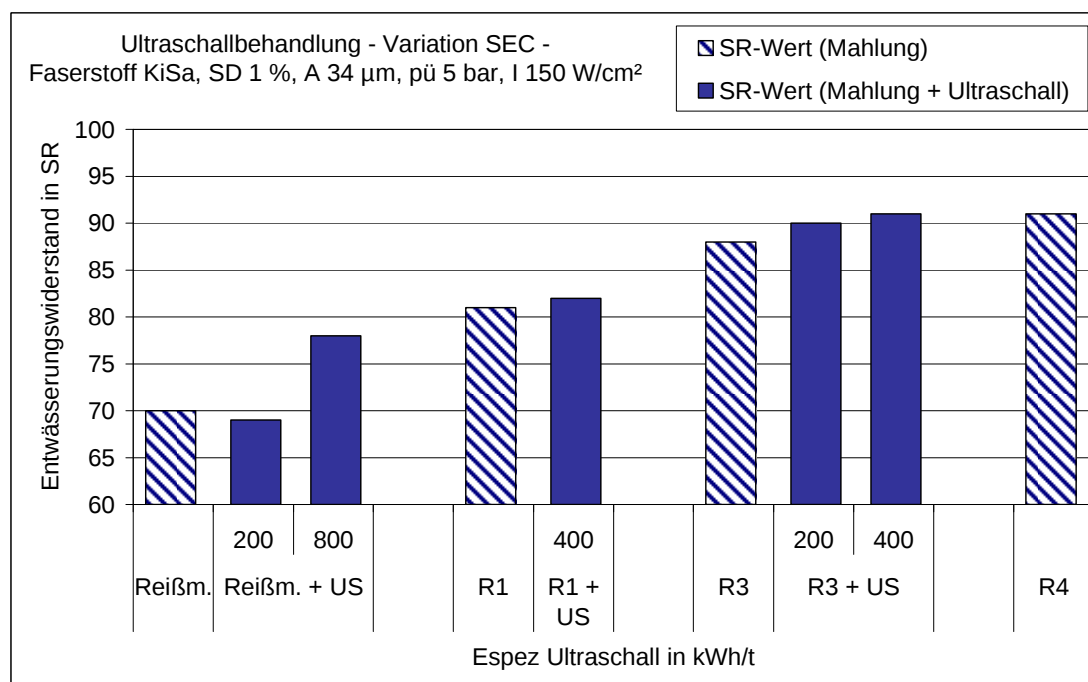


Abbildung 39 Der Entwässerungswiderstand als Funktion des spezifischen Energieeintrages der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension). Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

Der Entwässerungswiderstand nach der ersten Mahlstufe (Reißmühle) beträgt 70 SR und wird in den vier darauf folgenden Mahlstufen auf über 90 SR gesteigert (Abbildung 39).

Wie schon in Kapitel 6.2 erwähnt, ist prinzipiell eine Erhöhung des Entwässerungswiderstandes des Faserstoffes nicht anzustreben, sondern wird hier nur als ein Parameter genutzt, mit dem die beiden Verfahren (konventionelle Mahlung und US-

Behandlung) verglichen werden können, inwieweit diese den Faserstoff mechanisch bearbeiten.

Die US-Behandlung kann den Entwässerungswiderstand nach der ersten Mahlstufe (Reißmühle) von 70 auf 78 SR steigern, bei einem spezifischen Energieeintrag von 800 kWh/t. Damit wird der Entwässerungswiderstand nicht in dem Maße gesteigert, wie dies mit der zweiten Mahlstufe (Refiner 1) erfolgt.

Anders verhält es sich bei dem weit höher ausgemahlten Stoff nach Refiner 3. Dieser Stoff hat einen Entwässerungswiderstand von 88 SR, der durch Refiner 4 auf 91 SR gesteigert wird. Dies kann auch durch die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall erreicht werden, wenngleich hier ein höherer Energieeintrag notwendig wird gegenüber der Mahlung im industriellen Refiner. Ein Grund hierfür dürfte die geringe Stoffdichte von 1 % während des Ultraschallversuches sein. Außerdem wurden diese Ultraschallversuche in einer diskontinuierlichen Versuchsanlage durchgeführt und müssen daher als orientierende Vorversuche betrachtet werden, die noch ein hohes Potenzial an Optimierung bieten.

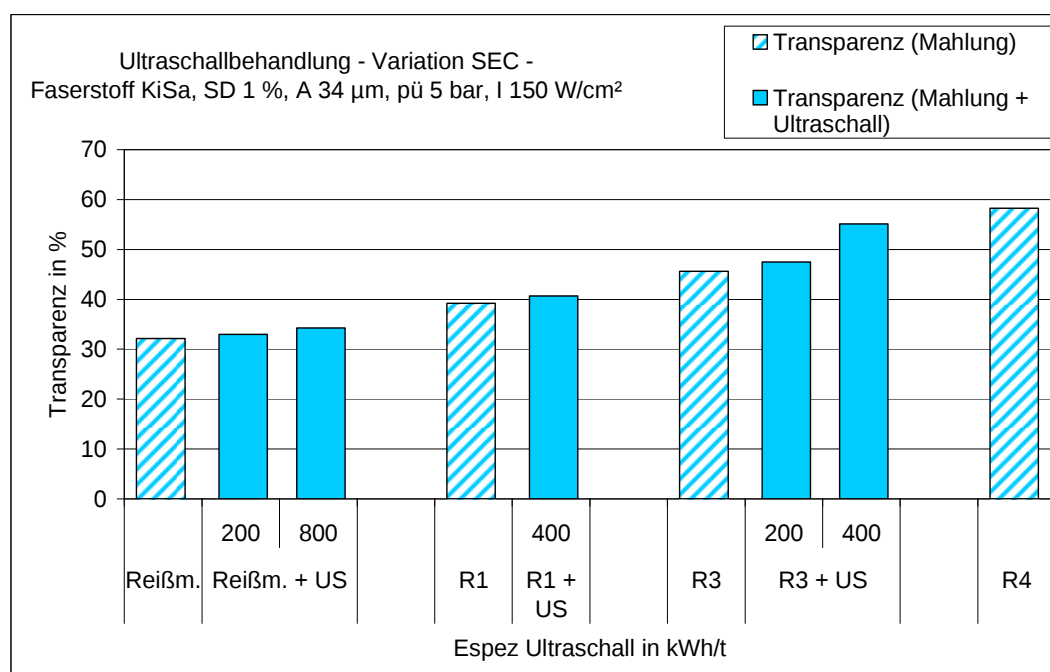


Abbildung 40 Die Transparenz als Funktion des spezifischen Energieeintrages der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension). Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

Die bei der Herstellung von Transparentpapier entscheidende Eigenschaft ist die in Abbildung 40 in Abhängigkeit von der Faserbehandlung dargestellte Transparenz. Insbesondere bei dem mechanisch stark vorbehandelten Stoff (nach Refiner 3) kann durch die Anwendung von Ultraschall mit einem spezifischen Energieeintrag von 400 kWh/t eine deutliche Steigerung der Transparenz erzielt werden. Die Transparenz kann damit annähernd auf das für das Endprodukt notwendige Niveau gesteigert werden.

Anzumerken bleibt, dass nach visueller Beurteilung die Formation nach der Ultraschallbehandlung leicht vermindert gegenüber der Formation nach der konventionellen Mahlbehandlung ist.

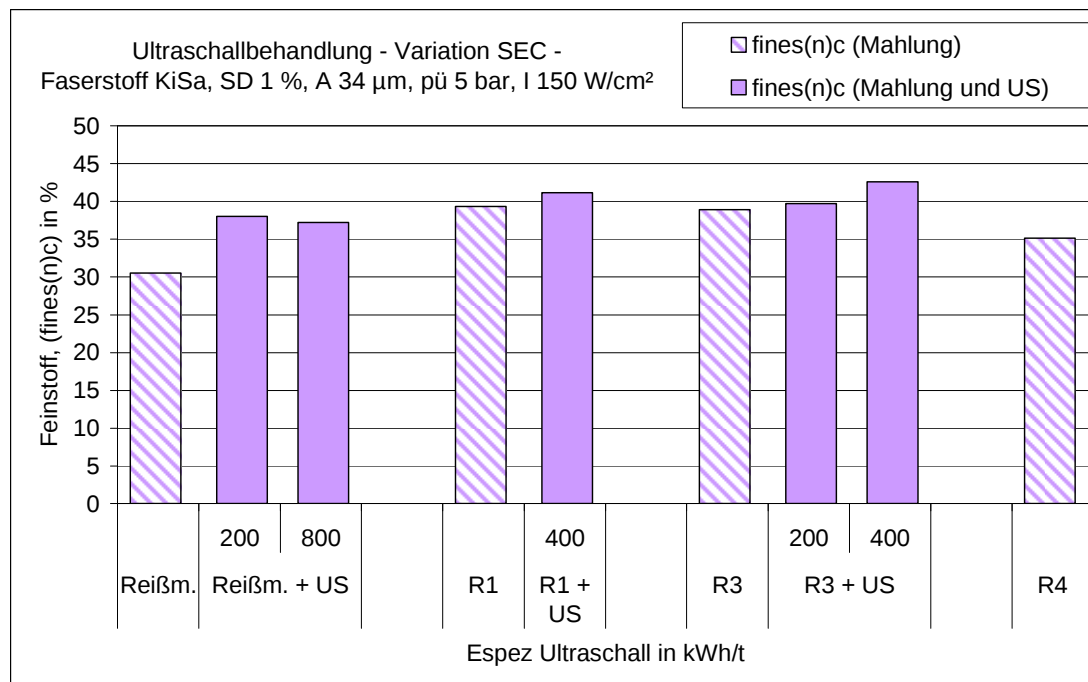


Abbildung 41 Der mittlere anzahlgewichtete Feinstoffanteil (Kontur) als Funktion des spezifischen Energieeintrages der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension). Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

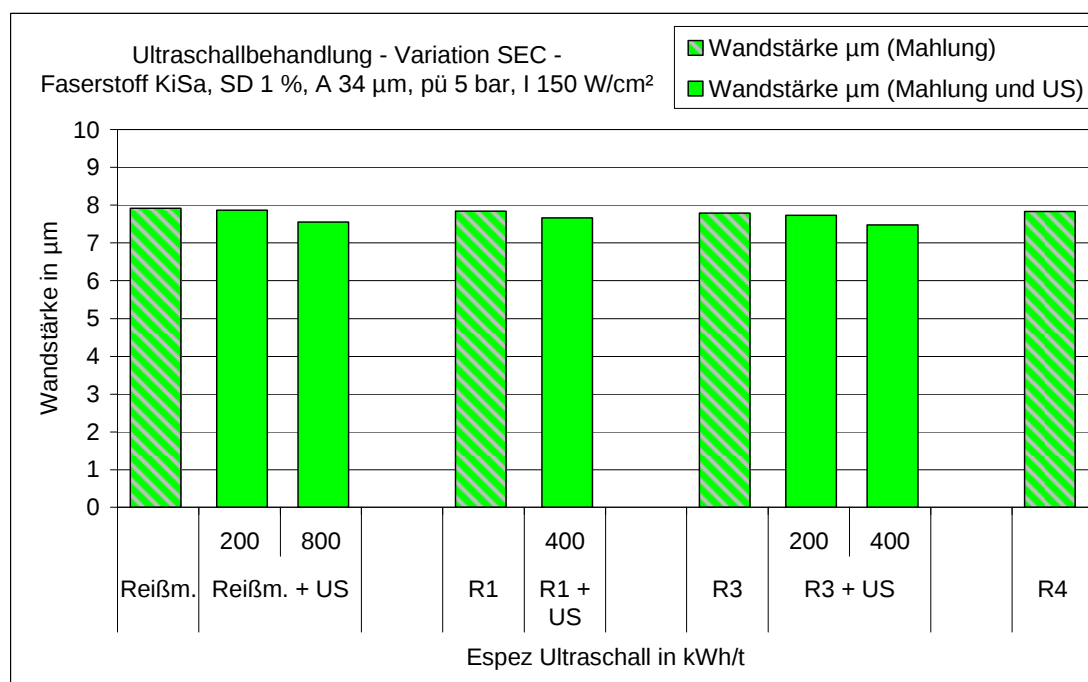


Abbildung 42 Die Faserwandstärke als Funktion des spezifischen Energieeintrages der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension). Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

Aus den Untersuchungen zur Fasermorphologie (FiberLab) kann abgeleitet werden, dass die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall die Wandstärke der Fasern verringert und den Anteil an Feinstoff erhöht (Abbildung 41 und Abbildung 42). Dies weist auf die Bildung von bindungsaktivem Schleimstoff hin.

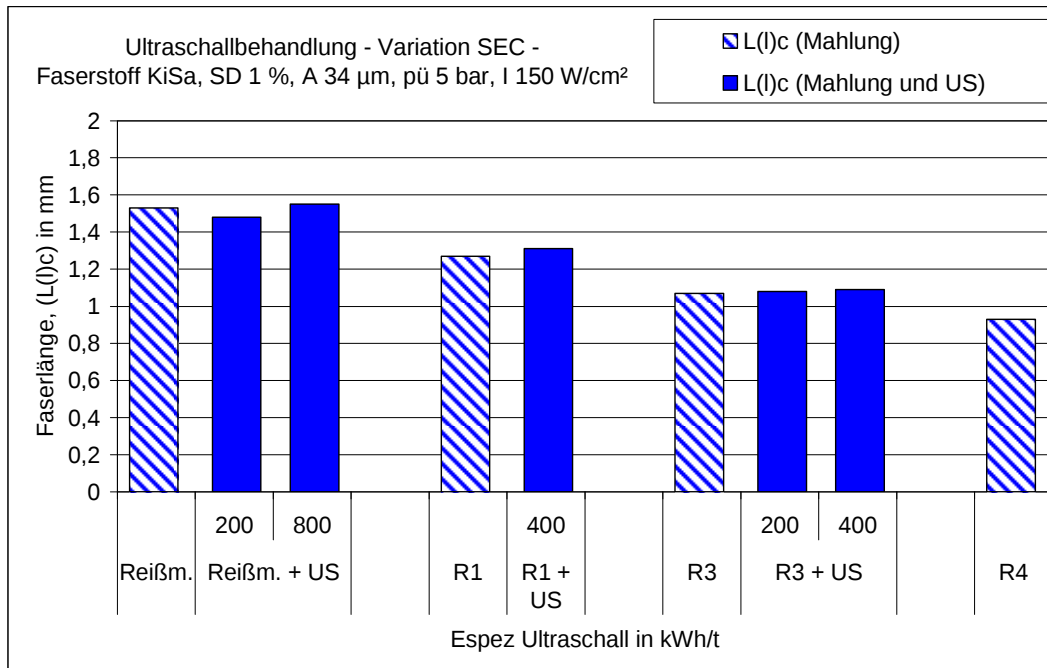


Abbildung 43 Die mittlere längengewichtete Faserlänge (Kontur) als Funktion des spezifischen Energieeintrages der US-Behandlung (UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension). Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

Die durch die Behandlung mit Hochleistungsultraschall erzielten Eigenschaftsveränderungen werden dabei ohne Kürzung der Faserlänge erzielt (Abbildung 43).

Als Schlussfolgerung aus der Versuchsserie A kann festgehalten werden, dass eine prinzipielle Eignung der Behandlung von Primärfaserstoffen mit Hochleistungs-Ultraschall zur Eigenschaftsveränderung der Faserstoffe durchaus gegeben ist.

### Versuchsserie B

Um zu bewerten, inwieweit die positiven Ergebnisse bei der diskontinuierlichen Beschallung des Faserstoffes in der Batchzelle (Beschallung mit 400 kWh/t nach Refiner 3) auch bei einer kontinuierlichen Betriebsweise erzielt werden können, erfolgte in Versuchsserie B die Beschallung des Faserstoffes in der Ultraschall-Durchfluss-Anlage. Dafür wurde Faserstoff nach dem Refiner 2 und Refiner 3 (siehe Abbildung 38) gemäß dem Versuchsplan in Tabelle 5 beschallt.

Die Beschallung des Faserstoffes erfolgte in drei verschiedenen Ultraschallreaktoren (Abbildung 8). Der zeitliche Abstand zu Versuchsserie A betrug mehrer Monate.

Abweichend von allen bisherigen Versuchen wurde bei Versuchsserie B nicht die Sonotrode BS2d22 sondern die Sonotrode BS2d34 eingesetzt. Dies war notwendig, da sich bei der kontinuierlichen Beschallung in der UDA mit der Sonotrode BS2d22 der Faserstoff als Zopf an dieser Sonotrode absetzte. Dies führte zu einer starken Verminderung des Leistungsbedarfs des Ultraschallsystems und zu nicht reproduzierbaren Versuchsbedingungen. Mit dem Einsatz der Sonotrode BS2d34 konnte die Zopfbildung vermieden werden. Bei Nutzung der Sonotrode BS2d34 vermindert sich jedoch aufgrund des geringeren Übersetzungsverhältnisses dieser Sonotrode die Amplitude auf 16  $\mu\text{m}$ .

Tabelle 5 Versuchserie B zur Ultraschallbehandlung von Faserstoff für Spezialpapiere

| Versuch                 |         | U1     | U2  | U5  | U6  | U7           | U8  | U9         | U10 | U11 | U12 |
|-------------------------|---------|--------|-----|-----|-----|--------------|-----|------------|-----|-----|-----|
| Faserstoff nach Refiner |         | 2      | 2   | 3   | 3   | 3            | 3   | 3          | 3   | 3   | 3   |
| Stoffdichte             | [%]     | 1      | 1   | 1   | 1   | 1            | 1   | 1          | 1   | 1   | 1   |
| Ultraschallreaktor      |         | T-unit |     |     |     | FC Insert 34 |     | FC gap 5mm |     |     |     |
| Sonotrode               |         | BS2d34 |     |     |     |              |     |            |     |     |     |
| Amplitude               | [µm]    | 16     | 16  | 16  | 16  | 16           | 16  | 16         | 16  | 16  | 16  |
| Volumenstrom            | l/min   | 3,2    | 3,2 | 3,2 | 3,2 | 3,2          | 3,2 | 3,2        | 3,2 | 3,0 | 3,0 |
| Statischer Druck        | [bar]   | 0      | 0   | 0   | 0   | 0            | 0   | 0          | 0   | 2   | 2   |
| Schallintensität        | [W/cm²] | 37     | 37  | 37  | 37  | 37           | 37  | 37         | 37  | 92  | 92  |
| Leistung Brutto         | [W]     | 240    | 240 | 240 | 240 | 240          | 240 | 240        | 240 | 450 | 450 |
| Behandlungsdauer        | [sec]   | 230    | 450 | 230 | 450 | 230          | 455 | 230        | 455 | 120 | 235 |
| Energieeintrag Brutto   | [kWh/t] | 250    | 500 | 250 | 500 | 250          | 500 | 250        | 500 | 250 | 500 |

Der aus dem industriellen Mahlungsprozess nach Refiner 2 resultierende Entwässerungswiderstand der Faserstoffsuspension kann mit der nachfolgenden Ultraschallbehandlung in der Ultraschall-Durchfluss-Anlage nicht mehr gesteigert werden. Die im Diagramm ablesbaren Unterschiede liegen im Schwankungsbereich des Messverfahren (Abbildung 44).

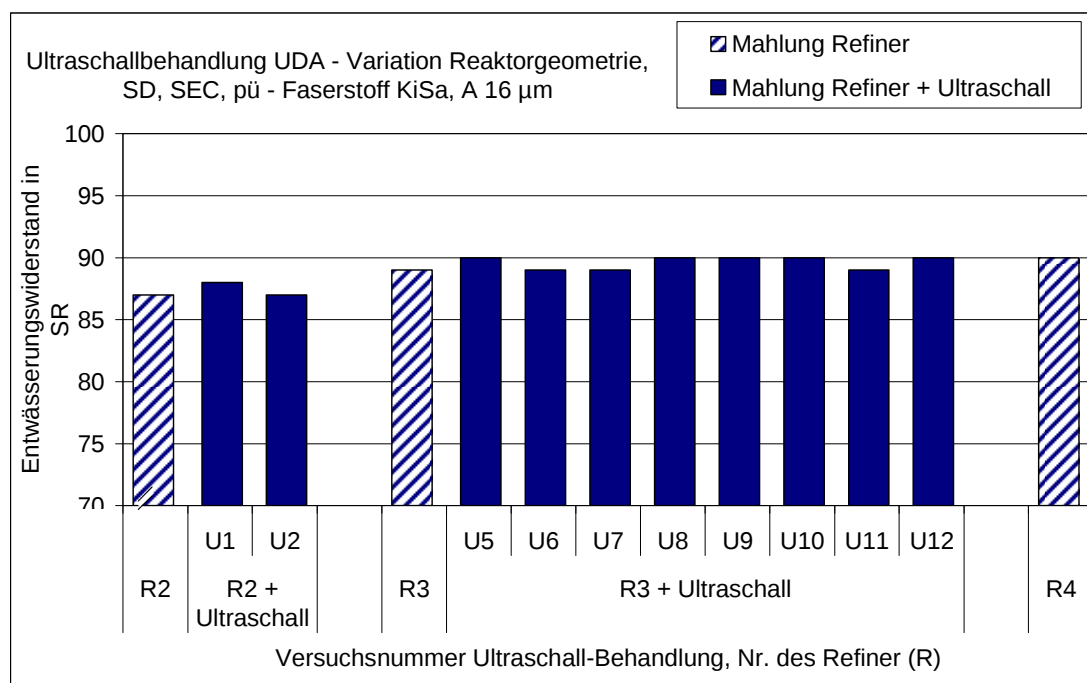


Abbildung 44 Der Entwässerungswiderstand bei Variation ausgewählter Parameter der US-Behandlung (UDA) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension) gemäß Tabelle 5. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

Die in der Versuchsserie A ermittelte Steigerung der Transparenz durch eine diskontinuierliche Ultraschallbehandlung der Faserstoffsuspension (Beschallung von Faserstoff mit 400 kWh/t nach Refiner 3) konnte in Versuchsserie B mit einer kontinuierlichen Ultraschallbehandlung nicht beobachtet werden. (Abbildung 45).

Die Formation der Prüfblätter, die aus stark gemahlenem Faserstoff (nach Refiner 3) mit anschließender US-Behandlung hergestellt werden (Versuch U6, U7, U9, U10, U11), erreichen das gleiche Niveau wie dies mit konventionell gemahlenem Faserstoff (nach Refiner 4) der Fall ist. (Abbildung 46)

Für die Ultraschallbehandlung mit den Parametern gemäß Versuch U7, U8 und U11 kann eine leichte Verringerung der Faserlänge beobachtet werden (Abbildung 47).

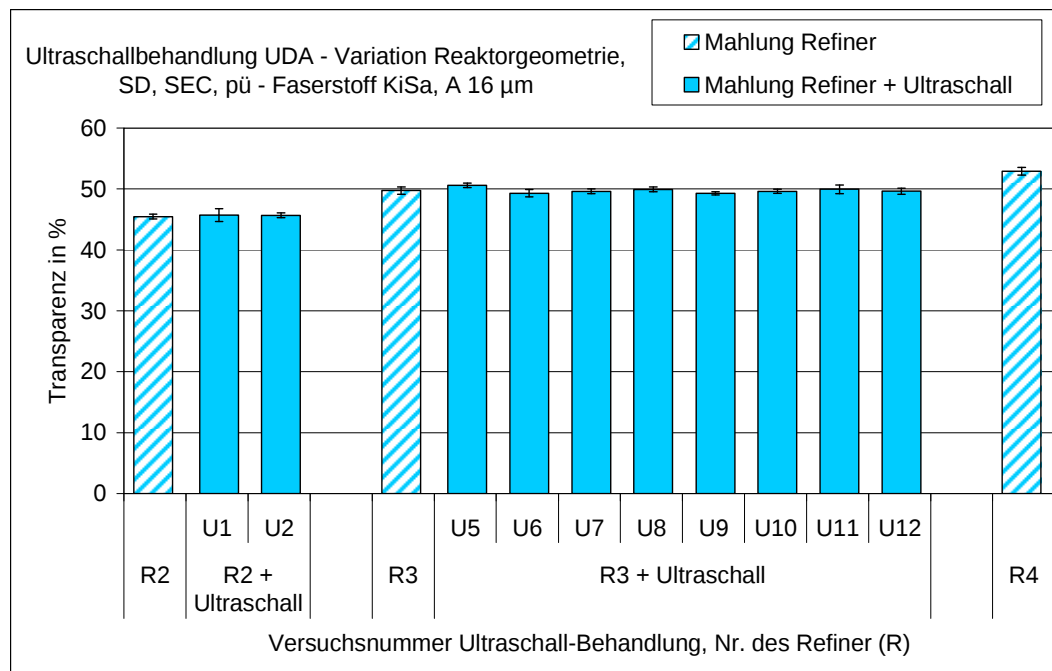


Abbildung 45 Die Transparenz eines Prüfblattes bei Variation ausgewählter Parameter der US-Behandlung (UDA) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension) gemäß Tabelle 5. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

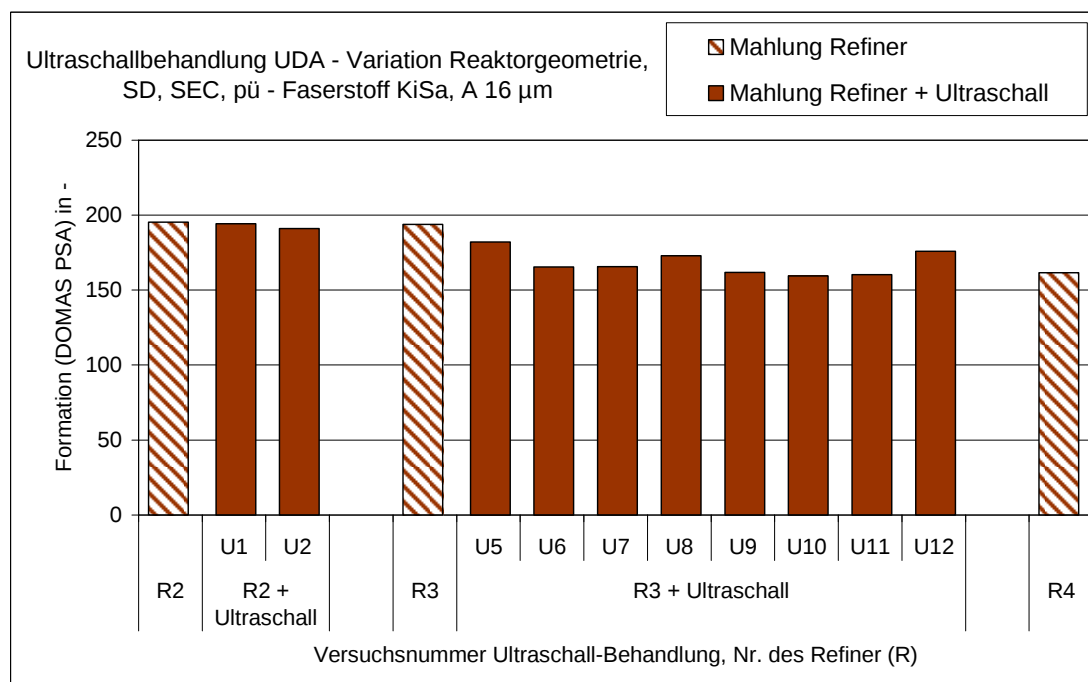


Abbildung 46 Die Formation (PSA) eines Prüfblattes bei Variation ausgewählter Parameter der US-Behandlung (UDA) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension) gemäß Tabelle 5. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

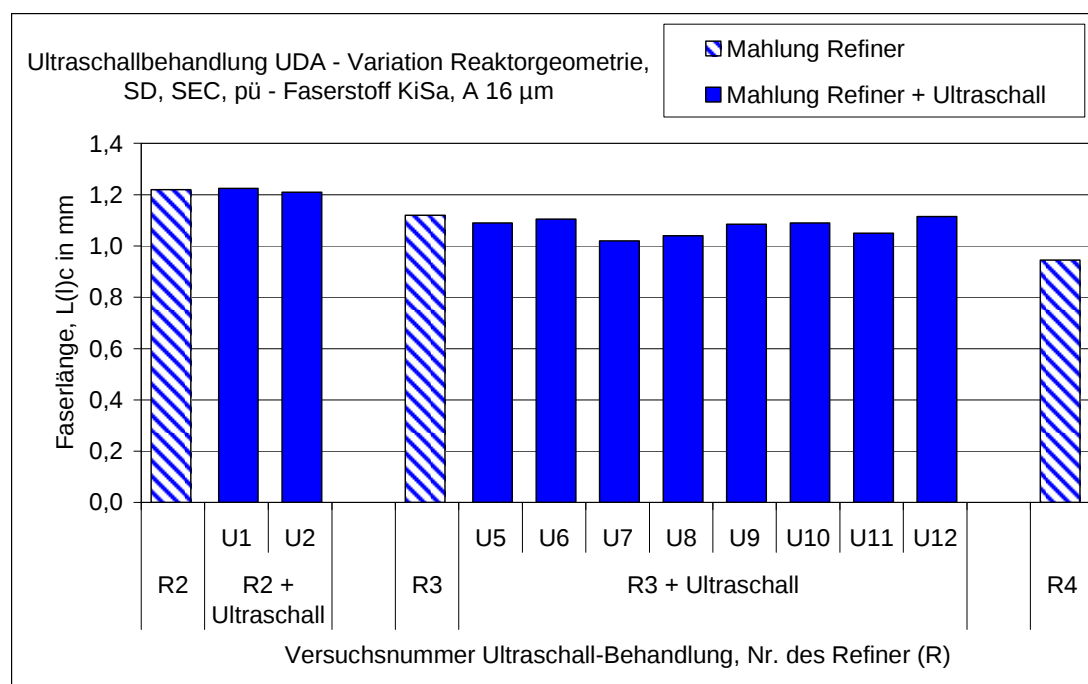


Abbildung 47 Die mittlere längengewichtete Faserlänge (Kontur) bei Variation ausgewählter Parameter der US-Behandlung (UDA) von Kiefern-Sulfatzellstoff (Suspension) gemäß Tabelle 5. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung in Industrie-Refinern gemahlen.

In Versuchsserie A, bei der in diskontinuierlicher Fahrweise (Versuchsstand Batchzelle) mit einer Amplitude von 34 µm an der US-Sonotrode die stark vorgemahlene Faserstoffsuspension behandelt wurde, kann eine Beeinflussung des Faserstoffes infolge der US-Behandlung beobachtet werden. Sowohl der Entwässerungswiderstand der Faserstoffsuspension als auch die Transparenz der aus dem Faserstoff gebildeten Prüfblätter werden gesteigert.

In Versuchsserie B, bei der in kontinuierlicher Fahrweise (Versuchsstand Ultraschall-Durchfluss-Anlage) und mit einer Amplitude von 16 µm (Aufgrund von Zopfbildung war ein Sonotrodenwechsel notwendig) wurde ebenfalls stark vorgemahlener Faserstoff behandelt. Der Entwässerungswiderstand als auch die Transparenz werden dabei nicht beeinflusst. Allerdings lässt sich eine Verbesserung (Erniedrigung des Formations-Index) der Formation der Prüfblätter, die aus dem Faserstoff gewonnen werden, infolge der US-Behandlung von Faserstoff aus dem Refiner 3 beobachten.

## 6.5 Untersuchung des Einflusses von Füllstoffen bei der Ultraschallbehandlung

Die durchaus positiven Ergebnisse bei der Behandlung rezyklierter Faserstoffe mit Hochleistungs-Ultraschall (siehe Kapitel 6.2.4) deuten darauf hin, dass Primärfaserstoffe und rezyklierte Faserstoffe unterschiedlich stark durch eine Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall beeinflusst werden.

Fasern in rezyklierten Faserstoffen weisen eine deutlich reduzierte Bindungsaktivität gegenüber Primärfasern auf. Dies ist auf die mehrfachen Trocknungs- und Quellungszyklen während des Rezyklierprozesses zurückzuführen.

Außerdem weisen rezyklierte Faserstoffe einen Anteil anorganischer Bestandteile (Glührückstand 525 °C) auf. Für die untersuchten Altpapiere in Kapitel 6.2.4 beträgt dieser ca. 20 % bis 25 % für die Sorte 1.02 und ca. 14 % für die Sorte 1.04.

In Untersuchungen von Suslick 1999 [21] wurde festgestellt, dass die Kavitation in einem Slurry aus Zinn-Puder (Partikelgröße ca. 3  $\mu\text{m}$ ) zu einem Verschmelzen einzelner Zinn-Partikel führt. Dies wird damit begründet, dass durch die Kavitation Schockwellen hervorgerufen werden, die zu einer starken Beschleunigung der Zinn-Partikel führen. Bei einer Kollision zweier Partikel ist dabei am Punkt der Kollision eine Überschreitung der Schmelztemperatur möglich. Aus dem Volumen der geschmolzenen Region an den Partikeln – gewonnen in Rasterelektronischen Aufnahmen – kann auf die Energie und damit die Geschwindigkeit der Partikel beim Zusammenprall geschlossen werden. Die Geschwindigkeit zweier Partikel beim Zusammenprall wird mit mehreren hundert Metern pro Sekunde angegeben.

Als Rückschluss auf die Wirkung von Hochleistungs-Ultraschall in Faserstoffsuspensionen wurde die Hypothese aufgestellt, dass die in der Altpapiersuspension enthalten anorganischen Bestandteile durch die Kavitation ebenfalls sehr stark beschleunigt werden und beim einem Auftreffen auf eine Papierfaser diese mechanisch bearbeiten.

Die in einer Altpapierfaserstoffsuspension vorhandenen anorganischen Bestandteile stammen aus dem Papierherstellungsprozess und sind zumeist Füllstoffe und Strichpigmente. In Europa sind über 80 % dieser Mineralien Calciumcarbonat und Kaolin [22]. Diese Mineraltypen weisen unterschiedliche mittlere Korngrößen auf, die im Bereich von 0,1 bis 5  $\mu\text{m}$  liegen [23]. Durch den Papierherstellungsprozess erfolgt eine Änderung der Korngrößenverteilung der Mineralien, da es zur Agglomeration von Mineralien kommt. Ein Großteil der Mineralien im Altpapier besitzt aber dennoch eine Korngröße, die zu den in Suslick 1999 beschriebenen Zinn-Partikeln vergleichbar ist. Unterschiedlich ist hingegen die Dichte der Partikel – bei Zinn 7,3  $\text{g}/\text{cm}^3$ , bei Calciumcarbonat und Kaolin 2,6 - 2,7  $\text{g}/\text{cm}^3$ .

Um die Hypothese zu untersuchen, dass die Anwesenheit von Partikeln als Mahlhilfsmittel die Mahlwirkung an Papierfasern während einer Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall unterstützt, wurde ein Versuchsplan gemäß Abbildung 48 durchgeführt. Als Mahlhilfsmittel wurde Calciumcarbonat (Pulver, 50 % Partikeldurchmesser < 2  $\mu\text{m}$ ) in einer Slurry mit 60 % Feststoffgehalt der Faserstoffsuspension beigemischt und über fünf Minuten gerührt. Der massenspezifische Füllstoffanteil am Gesamtfeststoff der Suspension war 33 %. Als Faserstoff wurde ungemahle-ner Kiefern-Sulfatzellstoff verwandt.

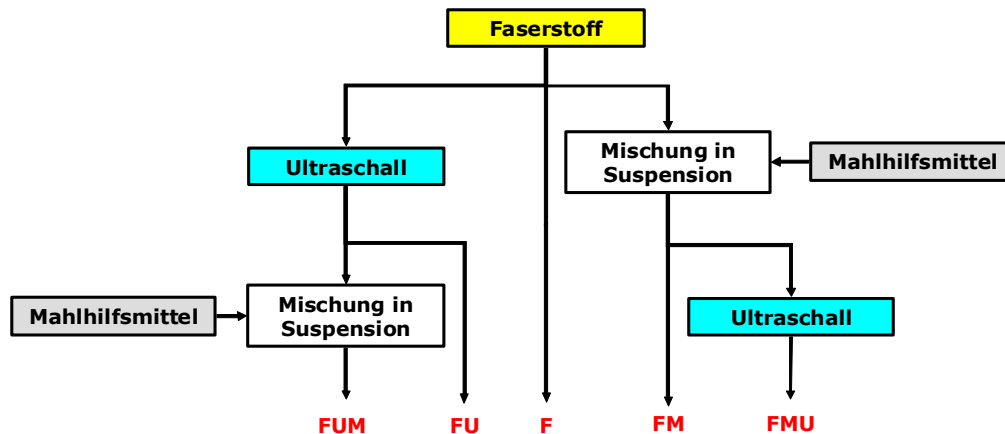


Abbildung 48 Schema des Versuchsplanes zur Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung der Fasermorphologie bei der US-Behandlung

Bei der Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall wurden Beschallungsversuche in zwei Stufen (U(MIN), U(MAX)) durchgeführt:

- U(MIN);  
mit kleiner Schallintensität, **31 W/cm<sup>2</sup>** in Verbindung  
mit einer Behandlungsdauer von **18 Sekunden**  
(statischer Überdruck 0 bar, spez. Energieeintrag 300 kWh/t) und
- U(MAX):  
mit großer Schallintensität, **133 W/cm<sup>2</sup>** in Verbindung  
mit einer Behandlungsdauer von **36 Sekunden**  
(statischer Überdruck 5 bar, spez. Energieeintrag 3000 kWh/t)

durchgeführt.

Die Behandlung der Proben erfolgte im Versuchsstand Ultraschall-Batchzelle bei einer konstanten Amplitude an der Sonotrode von 34  $\mu\text{m}$  sowie einer Stoffdichte von 0,5 % (Faserstoffbezogen). Alle Ergebnisse dieser Versuchsserie sind im Anhang aufgeführt.

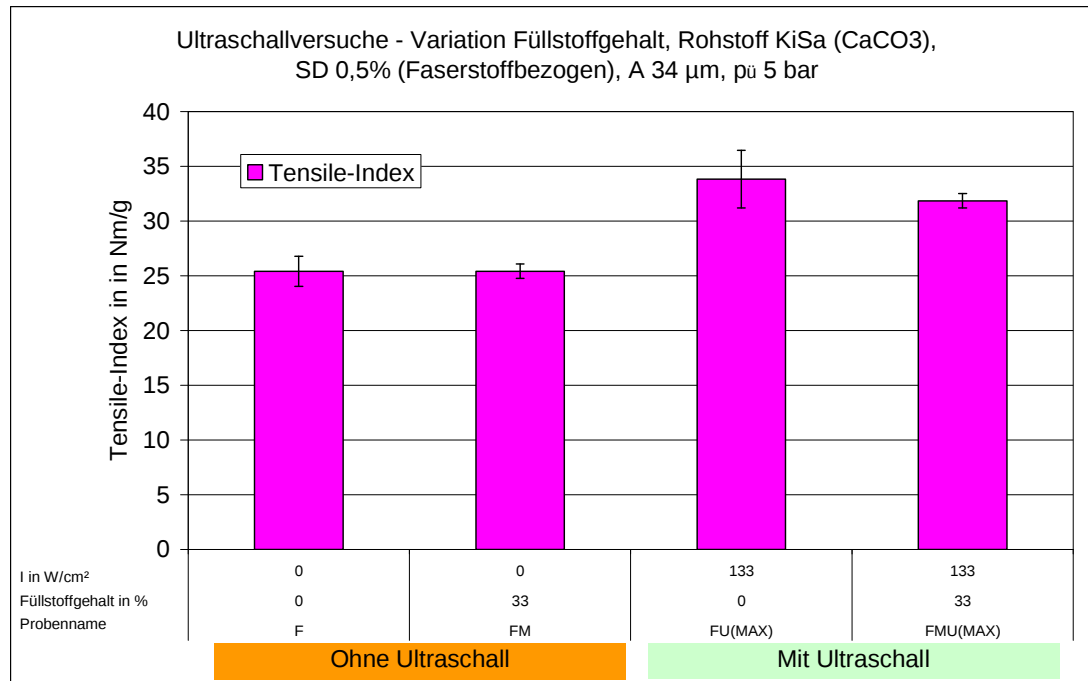


Abbildung 49 Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung des Tensile-Index bei der US-Behandlung (UB)

Der Gehalt an Mineralien (Füllstoff) im Papier beeinflusst die Papierfestigkeit. Bei der Entwässerung auf dem Blattbildungssieb werden die Füllstoffe weitestgehend ausgewaschen, so dass bei allen Prüfblättern ein Füllstoffgehalt (Glührückstand 525 °C) kleiner 2 % gemessen wurde. Dies lassen auch die Proben „F“ und „FM“ erkennen, die ohne Füllstoff und mit 33 % Füllstoff in der Suspension einen gleich großen Tensile-Index von ca. 25 Nm/g im Laborblatt besitzen. Ein Retentionsmittel wurde bei der Laborblattherstellung nicht eingesetzt.

Bei der Ultraschallbehandlung mit großer Schallintensität wurde eine Steigerung des Tensile-Index auf 32 bis 35 Nm/g gegenüber den unbehandelten Proben (25 Nm/g) gemessen (Abbildung 49). Die Anwesenheit von Füllstoffen während der Ultraschallbehandlung hat – innerhalb der Streuung – zu einer gleich großen Erhöhung des Tensile-Index geführt, wie die US-Behandlung ohne Füllstoff. Aus diesen Versuchen kann abgeleitet werden, dass eine mechanische Beeinflussung von Zellstofffasern durch Hochleistungs-Ultraschall möglich ist. Die Hypothese, dass die Anwesenheit von Füllstoffen die Wirkung des Hochleistungs-Ultraschalls verstärkt, kann mit diesen Versuchen nicht bestätigt werden.

Bei der US-Behandlung mit kleiner Schallintensität und kleinem Energieeintrag konnte keine signifikante Änderung des Tensile-Index gegenüber den unbehandelten Proben gefunden werden. Die Messwerte liegen innerhalb der Streuung (Anhang Abbildung 59).

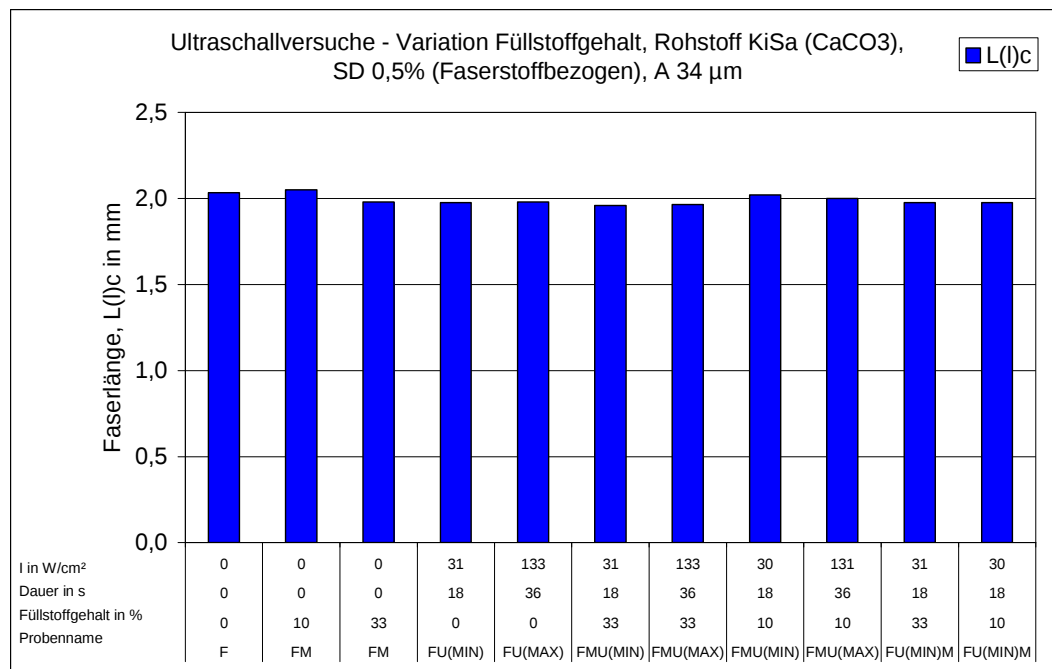


Abbildung 50 Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung der mittleren längengewichteten Faserlänge (Kontur) bei der US-Behandlung (UB)

Abbildung 50 enthält die mittlere längengewichtete Faserlänge aller Proben, die im Rahmen dieser Versuchsserie bestimmt wurden. Eine signifikante Änderung der Faserlänge durch die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall ist bei diesen Versuchen nicht gegeben

## 6.6 Gestaltungshinweise für die Applikation des Ultraschall in Stoffaufbereitungsanlagen

Die derzeit am Markt verfügbaren Ultraschallreaktoren für einen kontinuierlichen Durchfluss eines flüssigen Mediums sind nicht für Faserstoffsuspensionen optimiert.

### 6.6.1 Minimierung des spezifischen Energiebedarfs durch Erhöhung der Stoffdichte

Eine Option, den spezifischen Energiebedarf des Ultraschallverfahrens zu senken, stellt die Erhöhung der Stoffdichte der Faserstoffsuspension dar. An der Forschungsstelle wurde ein Ultraschallreaktor entworfen und gefertigt, der die Beschallung einer Faserstoffsuspension mit einer Faserstoffdichte > 3 % erlaubt. Dieser als „T-unit“ bezeichnete Reaktor ist in Abbildung 8 (rechts) dargestellt.

Der Ultraschallreaktor konnte mit einer Stoffdichte von 4,5 % (Faserstoffbezogen) betrieben werden. Für die Beschallung einer Faserstoffsuspension mit einer noch höheren Stoffdichte war hierbei nicht der Reaktor, sondern das verwendete Zufuhrsystem (Schlauchpumpe bzw. Exzentrerschneckenpumpe) limitierend.

Die mit einer Erhöhung der Stoffdichte verbundene Änderung der Ultraschallwirkung ist aber noch nicht abschließend untersucht. Die Kavitation wird als wesentlicher Effekt der Ultraschallbehandlung in der Literatur beschrieben. An der Forschungsstelle wird daher eine Methode zur Bewertung der Kavitation in Faserstoffsuspensionen erarbeitet. Mit dieser Methode soll u. a. die Frage beantwortet werden, bis zu welcher Faserstoffdichte in einer Suspension Kavitation auftreten kann.

### 6.6.2 Geometrie des Ultraschallreaktors

Erste Arbeiten zur Simulation der Ultraschallbehandlung von flüssigen Medien – wie die von Raiman et. al., 2006 [24] - zeigen, dass die Geometrie des Ultraschallreaktors einen Einfluss auf die Energieübertragung von der Ultraschallsonotrode in das Medium hat (Abbildung 51). Damit scheint ein weiteres Potenzial für eine Senkung des spezifischen Energiebedarfs durch eine geeignete Gestaltung der Reaktorgeometrie gegeben.

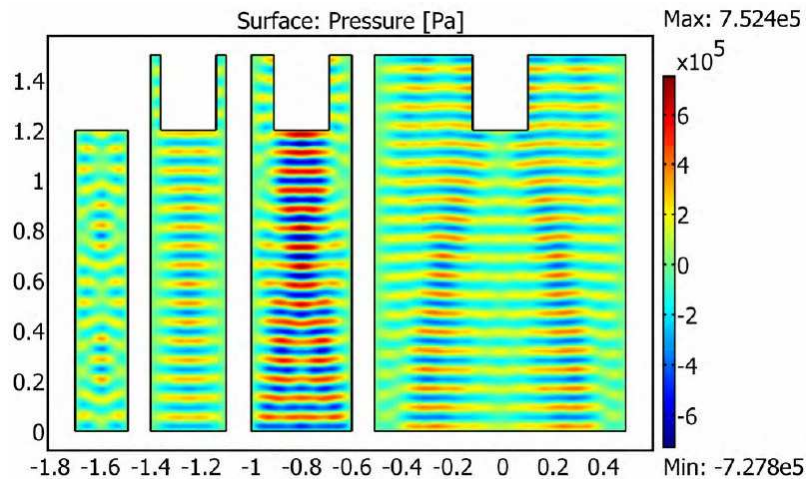


Abbildung 51 Simulation von Raman et. al. zum Einfluss des Seitenverhältnis des Ultraschallreaktors auf das akustische Druckfeld in Wasser mit einer Sonotrode (Sonotrodendurchmesser 22 mm, Leistung von 250 W, verschiedene Seitenverhältnisse des Reaktors) [24]

## 7 Zusammenfassung der Arbeiten und der Ergebnisse

Ziel des Projektes INFOR 129 war die Beantwortung der Frage, ob eine Behandlung von Faserstoffen mit einer Kombination aus konventioneller Faserstoffmahlung und einer Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall (US-Behandlung) geeignet ist, vergleichbare Faserstoffqualitäten wie bei der konventionellen Mahlung auf wirtschaftliche Weise zu generieren.

Für die Untersuchungen wurde ein diskontinuierlich sowie ein kontinuierlich betriebener Versuchsstand zur Behandlung von Faserstoffsuspension mit Hochleistungs-Ultraschall eingesetzt.

Die behandelten und unbehandelten Stoffe wurden fasermorphologisch charakterisiert (Entwässerungswiderstand, Wasserrückhaltevermögen, Faserlänge, Feinstoffgehalt). Ausgewählte Proben wurden darüber hinaus auch lichtmikroskopisch bzgl. der Schädigung der Faser (u. a. externe Fibrillierung, Faserkürzung) bewertet. Außerdem wurden aus den Faserstoffen Laborblätter gebildet und deren physikalische Eigenschaftskennwerte gemessen (Tensile-Index, Weiterreißarbeit, Weißgrad, Transparenz), die wesentlich von der Mahlung beeinflusst werden.

Als erster Schritt im Projekt wurde ein Betriebspunkt für die Kombination aus mechanischer Vorbehandlung und Ultraschallbehandlung gesucht, bei dem die Änderung der Faserstoffeigenschaften und der dafür notwendige Energiebedarf am günstigsten eingeschätzt werden. Für die Bewertung der Verfahrenskombination wurden die externe Fibrillierung anhand des Entwässerungswiderstandes sowie das Festigkeitspotenzial in Form des Tensile-Index der gebildeten Laborblätter bewertet.

In einer ersten Versuchsreihe wurde Kiefern-Sulfatzellstoff in der JOKRO-Mühle auf 24 SR gemahlen und anschließend mit Ultraschall im diskontinuierlichen Versuchsstand behandelt. Bei der US-Behandlung wurden die Parameter spezifischer Energieeintrag, statischer Überdruck sowie Stoffdichte variiert. Mit der US-Behandlung konnte dabei noch keine Erhöhung der Fibrillierung oder des Festigkeitspotenzials beobachtet werden. Das Quellvermögen und die Faserlänge wurden von der US-Behandlung nicht beeinflusst.

Mit dem weniger mahlresistenten Fichten-Sulfitzellstoff konnte mit der US-Behandlung eine Erhöhung der äußeren Fibrillierung erreicht werden, die sich sowohl in einer Erhöhung des Entwässerungswiderstandes als auch des Parameters Fibrillation des Messgerätes FiberLab beobachten lässt. Das Quellvermögen als auch die Faserlänge wurden dabei durch die US-Behandlung nicht beeinträchtigt.

Im Schritt 1 konnte kein optimaler Betriebspunkt für die Kombination aus konventioneller Mahlung und anschließender US-Behandlung gefunden werden. Im Schritt 2 wurde daher untersucht, inwieweit der Grad der Schädigung der Faser vor der US-Behandlung das Ergebnis der US-Behandlung beeinflusst und damit zu einer Verbesserung des Gesamtprozesses (Mahlung und US-Behandlung) führt. Dafür wurde bei der Mahlung in einem Labor-Scheibenrefiner der Anteil der mechanischen Mahlung variiert (spezifischer Energieeintrag 50 bis 200 kWh/t, Mahlkantenbelastung 1 bis 3 J/m).

Durch die Mahlung im Labor-Scheibenrefiner mit einer Mahlkantenbelastung von 3 J/m und unterschiedlichem spezifischem Energieeintrag (100; 200 kWh/t) wurde der Entwässerungswiderstandes des ungemahlten KiSa von 14 SR auf bis zu 52

SR beim gemahlenem Faserstoff gesteigert. Die an den jeweiligen Mahlpunkten entnommenen Faserstoffe wurden anschließend mit Ultraschall bei einem spezifischen Energieeintrag von 300 kWh/t behandelt, was zu einer weiteren Erhöhung des Entwässerungswiderstandes von 2 SR führte. Das Quellvermögen der Faserstoffe – gemessen als Wasserrückhaltevermögen – wurde durch die US-Behandlung um 5 bzw. 6 % gesteigert.

Bei stark gemahlenen Zellstoffen (KiSa) aus einem industriellen Prozess – Entwässerungswiderstand > 70 SR – wurden hingegen nach einer anschließenden Behandlung mit Ultraschall deutlich höhere Entwässerungswiderstände erzielt. Dies weist darauf hin, dass bei Anwendung von Hochleistungs-Ultraschall in der Faserstoffsuspension eine Modifizierung der Fasermorphologie möglich ist.

Die Transparenz der Prüfblätter konnte durch die Anwendung von Hochleistungs-Ultraschall in diskontinuierlicher Betriebsweise annähernd auf das für das Endprodukt notwendige Niveau gesteigert werden.

Die Untersuchung der unbeschallten und beschallten Faserstoffe im FiberLab ergab, dass die Behandlung mit Hochleistungs-Ultraschall zu einer Verringerung der Wandstärke führte. Gleichzeitig wurde durch die Beschallung der Anteil an Feinstoff erhöht. Dies lässt darauf schließen, dass Teile der Faserwand abgelöst und Schleimstoff gebildet wurde.

Bei der Anwendung des Hochleistungs-Ultraschall in kontinuierlicher Fahrweise (Ultraschall-Durchfluss-Anlage) konnte einer Verbesserung der Formation erzielt werden.

Zellstoff aus einem industriellen Mahlprozess für die Aufbereitung von graphischen Papieren (Entwässerungswiderstand ca. 24 SR) wurde mit Hochleistungs-Ultraschall im Versuchsstand zur kontinuierlichen Beschallung behandelt. Dabei konnte die dynamische Festigkeit der Papiere (Weiterreißarbeit) um 7 % gesteigert werden. Weitere Faserstoffeigenschaften wurden dabei nicht negativ beeinträchtigt. Als eine wesentliche Erkenntnis kann festgehalten werden, dass die Faserlänge durch die Behandlung des Faserstoffes mit Hochleistungs-Ultraschall kaum verringert wird. Dies gilt für alle durchgeführten Versuche - unabhängig vom Faserstoff oder dem spezifischen Energieeintrag bzw. der Schallintensität während der Ultraschallbehandlung.

Die erzielten Ergebnisse lassen leider noch keine umfassende und abschließende Bewertung der Eignung der Ultraschallapplikation für eine technologisch und energetisch d. h. wirtschaftlich bessere Faserbehandlung zu.

## 8 Ausblick / offene Fragen / Zukünftige Forschungsschwerpunkte

Die Untersuchungen haben aber gezeigt, dass für bestimmte Faserstoffe, wie insbesondere hoch ausgemahlene Langfaserzellstoffe oder rezyklierte Faserstoffe, positive Eigenschaftsänderungen der Faserstoffe mit Hochleistungs-Ultraschall erzielt werden können.

Die am Markt verfügbaren Ultraschallreaktoren sind allerdings bisher nur für Anwendungen außerhalb der Papierindustrie optimiert. Für eine Verbesserung der Faserbehandlung während der US-Beschallung wird daher die Optimierung der Geometrie des Ultraschallreaktors als viel versprechend gesehen. Des Weiteren kann durch eine Erhöhung der Stoffdichte während der US-Behandlung eine Absenkung des spezifischen Energiebedarfs erreicht werden, solange Kavitation auftritt. Daher kommt neben der Optimierung der Reaktorgeometrie auch der Messung der Kavitation in Abhängigkeit der Prozessparameter – insbesondere der Stoffdichte – eine besondere Bedeutung zu. Auf beide Schwerpunkte wird im Folgenden tiefer eingegangen:

### Optimierung der Geometrie des Ultraschallreaktors

Die modulare Bauweise der Ultraschalltechnik erlaubt zumindest bezüglich der Hydrodynamik ein gutes Scale-up einer Laboranlage in größere Produktionsanlagen. Eine Optimierung der Geometrie der Durchflusszelle und damit der Wirkstelle des Ultraschalls ist somit im Labor möglich, wobei folgende Ansätze Erfolg versprechend scheinen:

- Eine Möglichkeit ist die bessere Strömungsführung der Faserstoffsuspension in das Kavitationsfeld. Dies kann bspw. durch die Verringerung des Querschnittes unterhalb der Ultraschallsonotrode erfolgen. Damit können „Totströmungen“ vermieden werden, bei denen ein Teil der Fasern nicht das Kavitationsfeld passieren. Außerdem lassen Veröffentlichungen zur Simulation des Ultraschalls vermuten, dass durch eine geeignete Reaktorgeometrie eine bessere Überführung der Energie in das Medium möglich ist und somit sich der spezifische Energiebedarf senken lässt.
- Eine zweite Möglichkeit ist es, den spezifischen Energiebedarf des Ultraschallverfahrens zu senken, in dem die Stoffdichte der Faserstoffsuspension erhöht wird. Die Reaktorgeometrie muss dabei so angepasst werden, dass der Transport der Suspension an der Ultraschallsonotrode vorbei ermöglicht wird, ohne dass es zu Betriebsstörungen etwa durch Verstopfung kommt.

Insbesondere der zweite Punkt erfordert jedoch ein besseres Verständnis über die Kavitation, die als wesentlicher Effekt des Hochleistungs-Ultraschalls bei der Behandlung von Faserstoffsuspensionen angesehen wird. Eine offene Frage dabei ist, inwieweit die Stoffdichte der Suspension die Kavitation beeinflusst (Dämpfung), und ob bspw. oberhalb einer bestimmten Stoffdichte keine Kavitation mehr auftritt.

Gelingt es, die Kavitation messtechnisch zu erfassen, so kann eine gezielte Optimierung der Verfahrensparameter sowie der Reaktorgeometrie der US-Behandlung durchgeführt werden.

### Messung der Kavitation

Zur Quantifizierung der Kavitation sind verschiedene Messmethoden denkbar. Neben Sensoren, die den piezoelektrischen Effekt nutzen, wird insbesondere die Quantifizierung der Kavitation mit Hilfe chemischer Sonden als vielversprechend angesehen.

Bei letzterem werden die bei der Kavitation erzeugten Radikale über ein Reagenz (Weissler-Reagenz) nachgewiesen. Dabei wird die radikalisch initiierte Umwandlung von Kaliumjodid zu Jod genutzt, wobei das gebildete Jod photometrisch nachgewiesen werden kann. Für weitere Forschungsarbeiten wird in dieser Nachweismethode eine Möglichkeit gesehen, auch in Faserstoffsuspensionen die Kavitation quantitativ nachzuweisen. Damit ist es beispielsweise denkbar, die Änderung der Kavitation mit der Änderung der Stoffdichte messtechnisch zu erfassen. Wenn die Schwelle bestimmt werden könnte, bis zu welcher Stoffdichte der Faserstoffsuspension noch Kavitation eintritt, wären eine Erhöhung der Stoffdichte und damit eine signifikante Senkung des spezifischen Energieeintrages des Hochleistungs-Ultraschalls denkbar.

Die konstruktive Gestaltung eines Reaktors im Durchfahrbetrieb für die Beschallung von Faserstoffsuspensionen mit Stoffdichten größer 2 % wird weiterhin an der Forschungseinrichtung untersucht.

## Anhang

Tabelle 6 Ergebnisse der Literaturstudie (Auswahl) [15, 16, 25, 26, 27, 28]

| Autor               | Jahr der Publikation | Fasermaterial        | Vormahlung        | Ultraschall                  |                 |           |            |              |               | Ergebnisse - relative Erhöhung |          |              |            |
|---------------------|----------------------|----------------------|-------------------|------------------------------|-----------------|-----------|------------|--------------|---------------|--------------------------------|----------|--------------|------------|
|                     |                      |                      |                   | Gerät                        | Frequenz<br>kHz | SD<br>g/L | Menge<br>L | Dauer<br>sec | Leistung<br>W | SR<br>%                        | WRV<br>% | Tensile<br>% | Burst<br>% |
| INFOR 100           | 2007                 | Nadelsulfatzellstoff | -                 | Laborsonotrode               | 0,45            | 2,5       | 1          | 6.000        | 450           |                                |          |              |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | - (14°SR)         | Pilot-Zylindersonotrode UB   | 20              | 9         | 3          | 300          | 3600          | -7                             |          | 7            |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | Laborref. (26°SR) | Pilot-Zylindersonotrode UB   | 20              | 9         | 3          | 180          | 3600          | 54                             |          | 18           |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | Laborref. (55°SR) | Pilot-Zylindersonotrode UB   | 20              | 9         | 3          | 330          | 3600          | 24                             |          | -1           |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | - (14°SR)         | Walzensonotrode UD2          | 20              | 10        | 6          | 100          | 1300          | 14                             |          | -26          |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | Laborref. (26°SR) | Walzensonotrode UD2          | 20              | 10        | 6          | 100          | 1300          | 46                             |          | -9           |            |
| INFOR 100           | 2007                 | KiFisulfatzellstoff  | Laborref. (32°SR) | Walzensonotrode UD2          | 20              | 10        | 6          | 60           | 1300          | 38                             |          | 3            |            |
| Csoká               | 2008                 | Wheat straw          | -                 | TESLA sonication system      | 20              | 14        | 0,14       | 1200         | 150           | 500                            |          |              |            |
| Csoká               | 2008                 | Wheat straw          | -                 | TESLA sonication system      | 20              | 10        | 0,21       | 1200         | 150           | 533                            |          |              |            |
| Csoká               | 2008                 | Wheat straw          | -                 | TESLA sonication system      | 20              | 7         | 0,28       | 1200         | 150           | 442                            |          |              |            |
| Gadhe, Gupta, Elder | 2005                 | Pine TMP             | -                 |                              | 610             | 10        |            | 10800        | 200           |                                |          |              |            |
| Tatsumi             | 2000                 | Recycled paper       | -                 | UR200P, Tomy Seiko Co. Japan | 20              | 10        |            |              | 200           |                                |          |              |            |
| Aimin               | 2004                 | EuSa                 | -                 | JY88-I                       | 23-25           | 10        | 0,2        | 90           | 400           |                                | 4        |              |            |
| Aimin               | 2004                 | EuSa                 | -                 | JY88-I                       | 23-25           | 10        | 0,2        | 180          | 400           |                                | 11       |              |            |
| Aimin               | 2004                 | EuSa                 | -                 | JY88-I                       | 23-25           | 10        | 0,2        | 360          | 400           |                                | 36       |              |            |
| Aimin               | 2004                 | EuSa                 | -                 | JY88-I                       | 23-25           | 10        | 0,2        | 720          | 400           |                                | 64       |              |            |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Scogcell 90          | - (16°SR)         | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 13                             |          |              | 0          |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Scogcell 90          | PFI (21°SR)       | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 71                             |          |              | 29         |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Kraft                | - (17°SR)         | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 0                              |          |              | -13        |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Kraft                | PFI (22°SR)       | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 45                             |          |              | 15         |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Kraft                | PFI (27°SR)       | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 56                             |          |              | -5         |
| Manning, Thompson   | 2002                 | Recycled paper       | - (42°SR)         | FFR Ultrasonic Licester      | 20              | 10        | 0,3        | 1200         | 1000          | 33                             |          |              | 3          |

## Bestimmung des Betriebspunkts für eine Ultraschallbehandlung bei mechanischer Vorbehandlung des Faserstoffes mit der JOKRO-Mühle

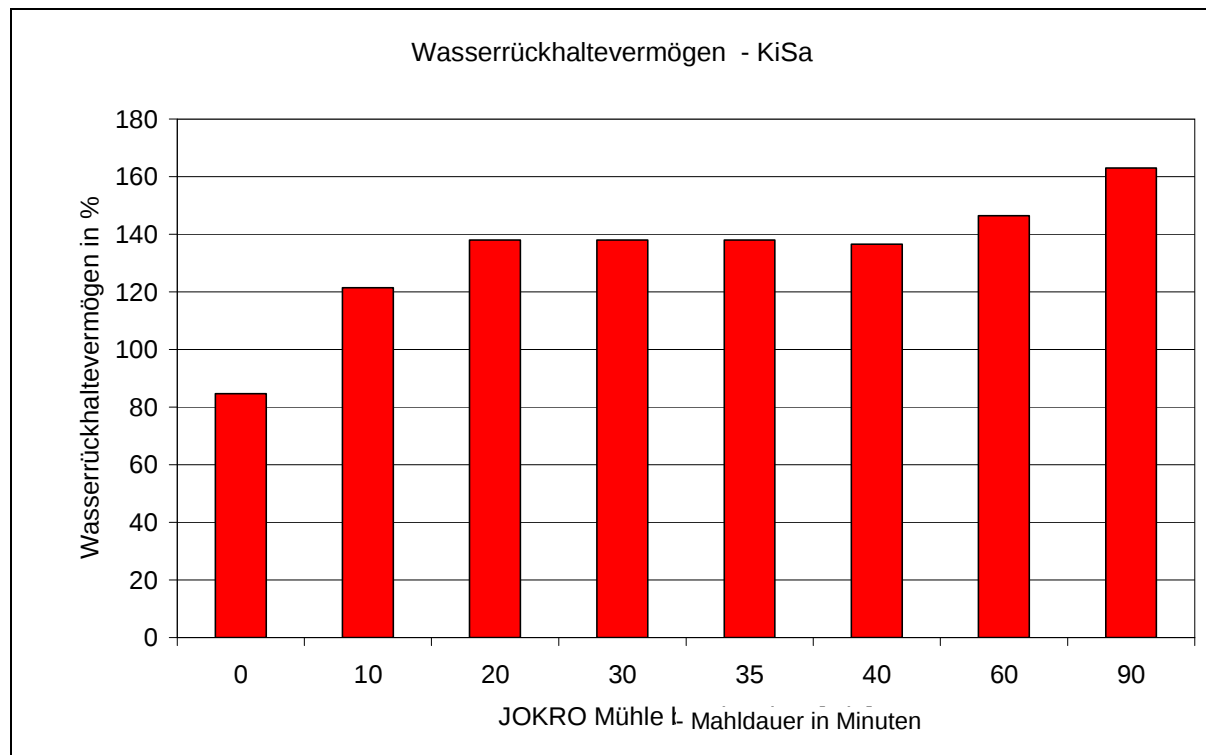


Abbildung 52 Änderung des Wasserrückhaltevermögen über der Zeit bei der Mahlung von Kiefern-Sulfatzellstoff in der JOKRO-Mühle

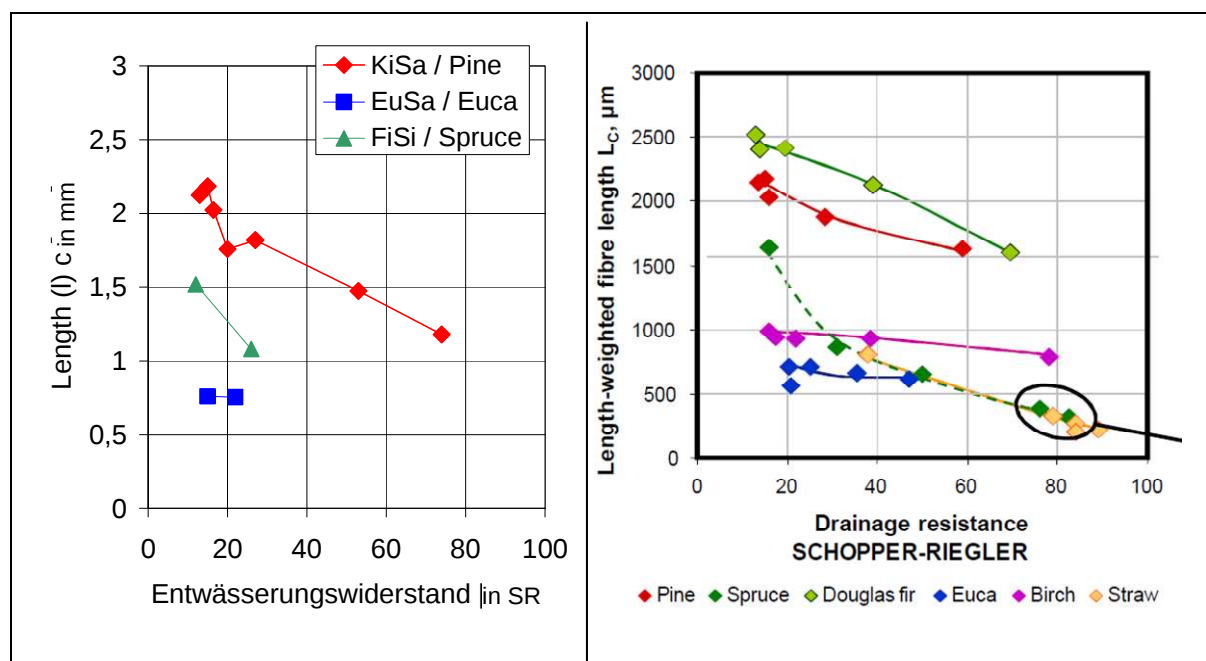


Abbildung 53 Entwicklung des Entwässerungswiderstand vs. mittlere längengewichtete Faserlänge (Kontur) bei der Mahlung verschiedener Faserstoffe in der JOKRO-Mühle, links: eigene Untersuchungen, rechts: Großmann / Heinemann 2009 [29]

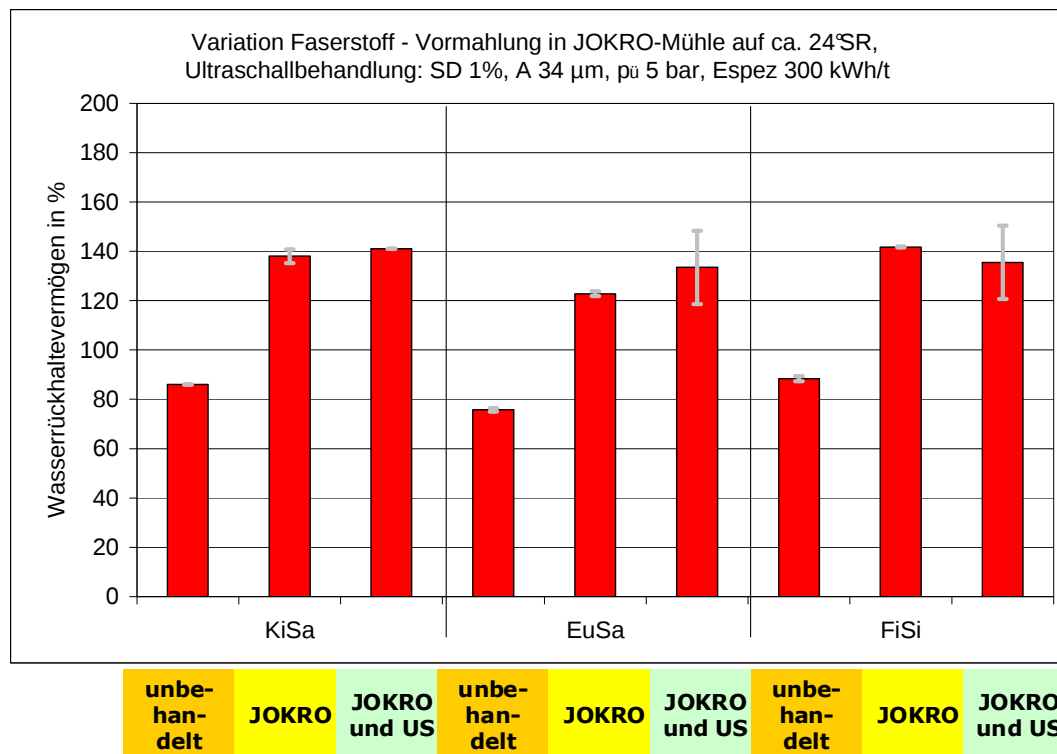


Abbildung 54 Das Wasserrückhaltevermögen von ungemahlenen Faserstoffen („unbehandelt“), Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen wurden („JOKRO“) und Faserstoffen, die in der JOKRO-Mühle gemahlen und anschließend mit Hochleistungs-Ultraschall (UB) behandelt wurden („JOKRO und US“)

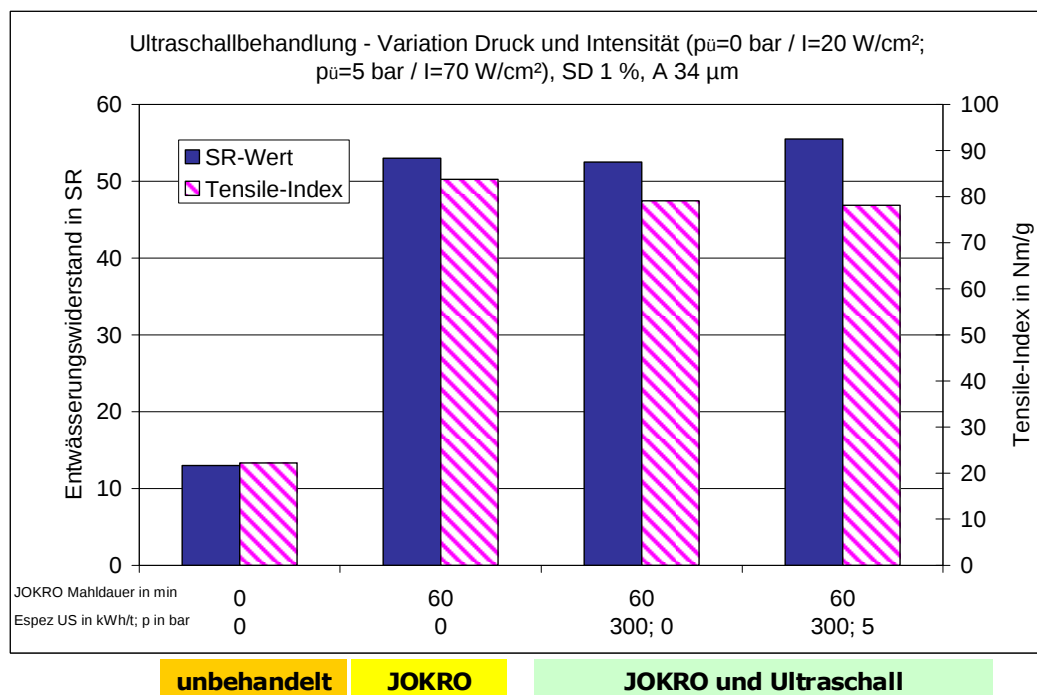


Abbildung 55 Der Entwässerungswiderstand und Tensile-Index als Funktion des statischen Überdrucks der US-Behandlung von KiefernFichten-Sulfatzellstoff. Der Faserstoff wurde vor der US-Behandlung (UB) in der JOKRO-Mühle 60 Minuten gemahlen.

## Variation des Anteils der konventionellen Mahlung (Labor-Scheibenrefiner) bei der Kombination aus konventioneller Mahlung und US-Behandlung

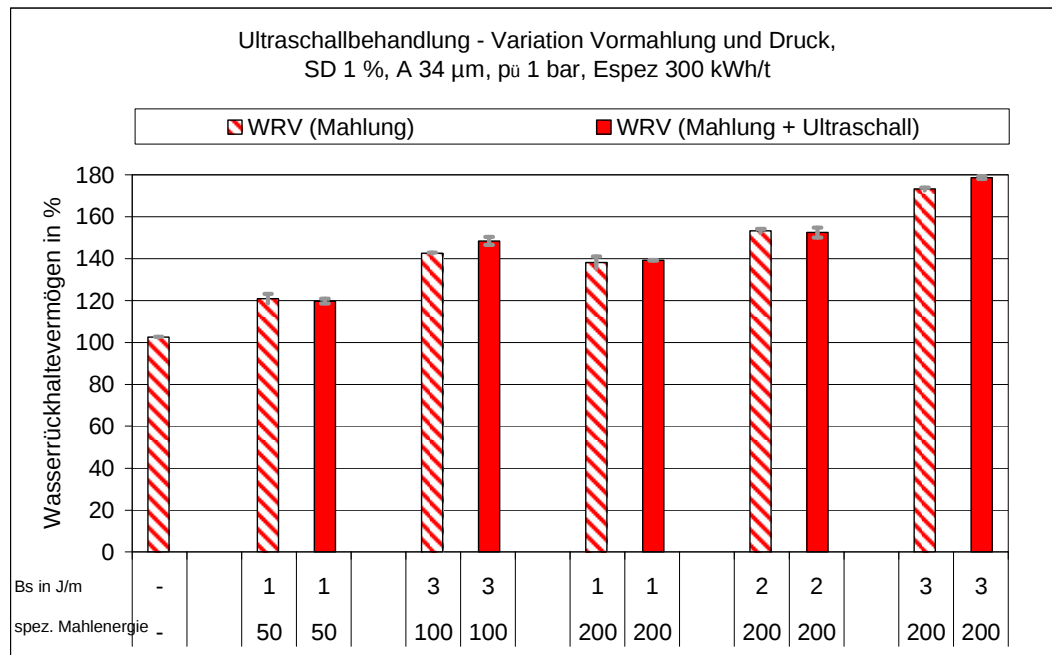


Abbildung 56 Entwicklung des Wasserrückhaltevermögens bei der US-Behandlung („Mahlung + Ultraschall“, UB) von Kiefern-Sulfatzellstoff unter Variation der Vormahlung im Labor-Scheibenrefiner („Mahlung“)

## Untersuchung des Füllstoffeinflusses bei der Ultraschallbehandlung

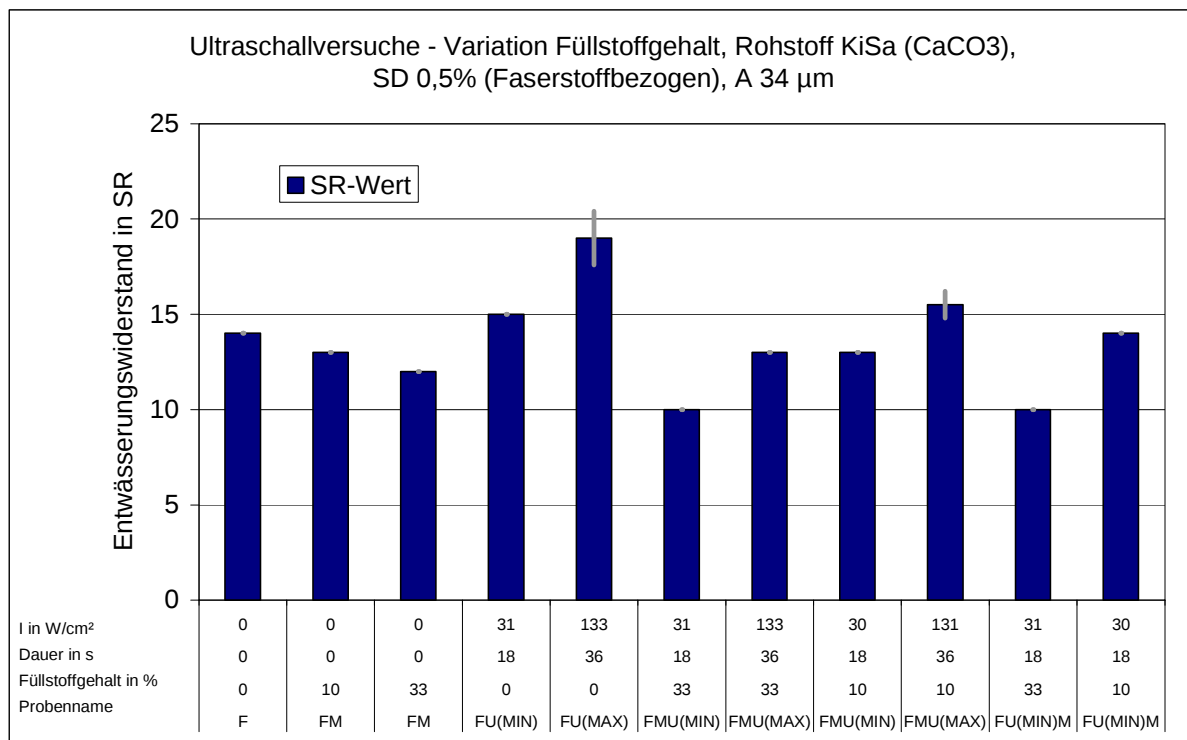


Abbildung 57 Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung des Entwässerungswiderstand bei der US-Behandlung (UB)

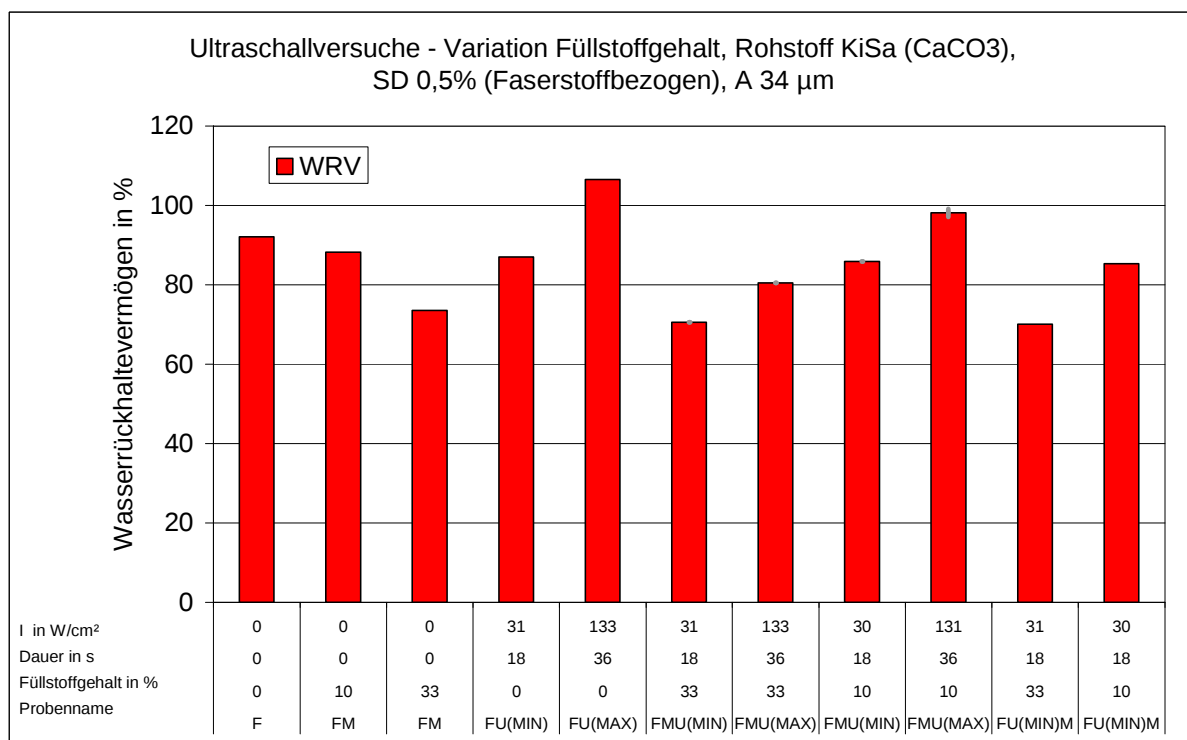


Abbildung 58 Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung des Wasserrückhaltevermögens bei der US-Behandlung (UB)

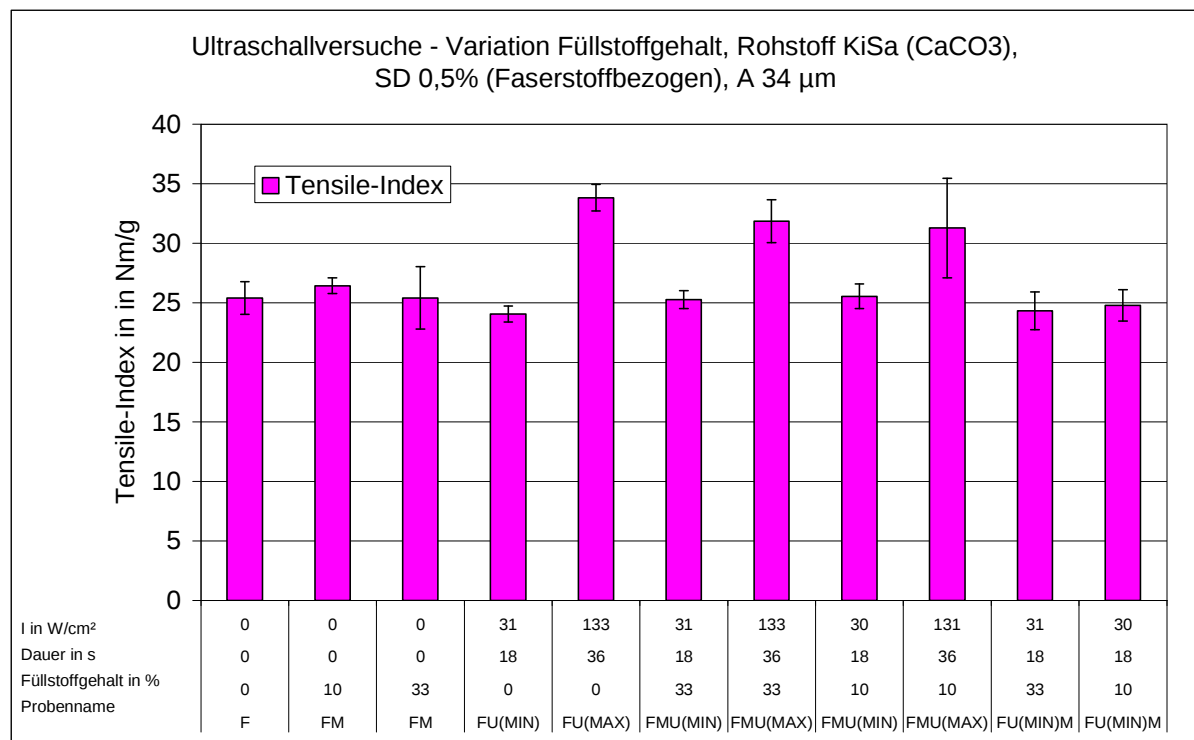


Abbildung 59 Bestimmung des Einflusses von Mahlhilfsmittel (Calciumcarbonat-Pulver) auf die Änderung des Tensile-Index bei der US-Behandlung (UB)

## Literaturverzeichnis

- 1 Strobel, S., Siewert, W., Wege zur Einsparung in Stoffaufbereitungssystemen, Das Papier 38, 1984, S.492-500
- 2 N.N., Papermaking Science and Technology, Book 7 „Recycled fiber and feinking“, Fapet Oy, PO Box 146, FIN-00171 Helsinki, Finland, 2000
- 3 Ortner, G., Mahlungstechnologie und Rückstoffbehandlung, Wochenblatt für Papierfabrikation 132 (22), 2004, S.8-13
- 4 Ortner, G., Die Fortentwicklung der Mahlung für Kurzfaser- und Altpapierstoffe, Wochenblatt für Papierfabrikation, 135 (5), 2007, S.200-204
- 5 MILLNER, R.: Wissensspeicher Ultraschalltechnik, 1. Aufl., Leipzig: VEB Fachbuchverlag 1987
- 6 Herforth, L.; Winter, H.: Ultraschall – Grundlagen und Anwendungen in Physik, Technik, Industrie, Biologie und Medizin, 1. Aufl., Leipzig: Teubner 1958, S. 30-32
- 7 Lohrberg, H., Messung und aktive Kontrolle der erosiven Aggressivität der Kavitation in Turbomaschinen, Dissertation, TU Darmstadt, 2001
- 8 KUTTRUFF, H.: Physik und Technik des Ultraschalls, 1. Aufl., Stuttgart: S: Hirzel Verlag 1988
- 9 Suslick, K., The chemistry of ultrasound, Scientific American, February 1989
- 10 Brennen, C.H., Cavitation and bubble dynamics, Oxford University Press, 1995
- 11 Jayme, G.; Rosenfeld, K.: Eigenschaftsänderung von Zellstoffen durch Einwirken von Ultraschall, Das Papier, Band 9 (1955) Heft 13/14, Seite 296-303
- 12 Simpson, F. W., Mason, S. G., Note on the treatment of cellulose fibres with ultrasonic waves, Pulp and Paper Magazine of Canada, (2), 1950, p 70-72
- 13 Laine, J.E., Goring, D.A.I., Influence of ultrasonic irradiation on the properties of cellulosic fibres. Cellulose Chem. Technol., 11 (5), 1977, p.561-567
- 14 Turai, L.L., Teng, C-H., Ultrasonic deinking of waste paper, Tappi Journal 61 (2), 1987, p.31-34
- 15 Manning, A., Thompson, R., The influence of ultrasound on virgin paper fibres, Progress in Paper Recycling, 11 (4), 2002, p.6-12
- 16 Gruber, E., Pena, A.-B., Untersuchungen zur Mahlung von Faserstoffen mit Hilfe von Ultraschall – Schlussbericht, Kuratorium für Forschung und Technik der Zellstoff- und Papierindustrie im VDP e.V., 2007
- 17 Levandoski, R.; Norman, J., Pepelnjak, G.; Drnovsek, T.: Ultrasonic deinking and fiber properties. In: Progress in Paper Recycling, Band 8 (1999) Heft 3, Seite 53-57
- 18 Horst, C., Ultraschallreaktoren zur Durchführung von heterogenen Flüssig-Feststoffreaktionen: Entwurf, Betrieb und Modellierung einer Versuchsanlage zur Darstellung von Grignardverbindungen. Dissertation TU Clausthal, 1997
- 19 DIN EN ISO 5269-2, Faserstoffe Laborblattbildung für physikalische Prüfungen Teil 2: Rapid-Köthen-Verfahren (ISO 5269-2:2004); Deutsche Fassung EN ISO 5269-2:2004
- 20 Schneider, C., Chemische und morphologische Veränderungen von Zellstoffen während der Bleiche und deren Auswirkung auf die technologischen Eigenschaften, Dissertation, TU Darmstadt, 2000
- 21 Suslick, K. S., Price, G. J., Applications of ultrasound to materials chemistry, Annu. Rev. Mater. Sci., 29, 1999, page 295–326

- 
- 22 Brüning, F. Einsatz und Wirkung der Füllstoffe und Hilfsmittel, in Papiererzeugung für Manager und Experten – Total Immersion Kurs, Strauß, J. (Hrsg.), PTS-Manuskript: PTS-MS 397, München: (PTS), 2003
  - 23 Gruber; E. Chemische Technologie des Zellstoffs und Papiers, Manuskript TU Darmstadt, 2008
  - 24 Raman, V., et. al. , Mapping local cavitation events in high intensity ultrasound fields, Proceedings of the COMSOL Users Conference, Bangalore, 2006
  - 25 Csôka, L., et. al., Sonochemical modified wheat straw for pulp and papermaking to increase its economical performance and to reduce environmental issues, Bioresources 3(1), p 91-97, 2008
  - 26 Gadhe, J., et al., Surface modification of lignocellulosic fibres using high-frequency ultrasound, Cellulose (2006), 13; p 9 - 22
  - 27 Aimin, T. et. al., Influence of ultrasound treatment on accessibility and regioselective oxidation reactivity of cellulose, Ultrasonics Sonochemistry 12 (2005) 467–472
  - 28 Tatsumi, D.; Higashihara, T.; Kawamura, S.; Matsomoto, T.: Ultrasonic treatment to improve the quality of recycled pulp fiber. In: Japan Wood Science, Heft 46 (2000), Seite 405-409
  - 29 Großmann, H., Heinemann, S.: Laboratory-scale refining, TU-Dresden, Lehrstuhl für Papiertechnik, 2008/09; Vorlesung Papierphysik