

# **Systematische Optimierung der mechanischen und hygroskopischen Eigenschaften von Faserformprodukten**

Von der Fakultät Maschinenbau  
der Technischen Universität Dortmund  
zur Erlangung des akademischen Grades eines  
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)  
genehmigte

## **Dissertation**

von  
Dipl.-Ing. Christian Stumpf, geb. Schejok  
aus Recklinghausen

Berichterstatter:  
Mitberichter:  
Mündliche Prüfung:

Prof. Dr.-Ing. Bernd Künne  
Prof. Dr.-Ing. Bernd Kuhlenkötter  
06. August 2010

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung .....</b>	<b>4</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Technik .....</b>	<b>6</b>
2.1	Grundlagen der Faserformtechnologie .....	6
2.2	Herstellungsverfahren und Prozessführung .....	8
2.2.1	Zerfaserung (Stoffauflösung) .....	8
2.2.2	Stoffaufbereitung .....	8
2.2.3	Anformung .....	9
2.2.4	Pressung und Trocknung .....	10
2.3	Rohstoffe, Zusatzstoffe und Stoffverbund .....	10
2.3.1	Rohstoffe der Faserformprodukte .....	10
2.3.1.1	Primärfasern .....	11
2.3.1.2	Sekundärfasern .....	13
2.3.2	Zusatzstoffe .....	13
2.3.2.1	Füllstoffe bzw. Pigmente .....	14
2.3.2.2	Farben und optische Aufheller .....	15
2.3.2.3	Leimungsmittel .....	15
2.3.2.4	Trockenfestmittel .....	17
2.3.2.5	Nassfestmittel .....	17
2.3.2.6	Entwässerungsbeschleuniger und Retentionsmittel .....	18
2.3.2.7	Desinfektionsmittel .....	22
2.3.2.8	Störstoffe und Gegenmaßnahmen .....	22
2.3.3	Stoffverbund .....	23
<b>3</b>	<b>Rechtliche Grundlagen .....</b>	<b>25</b>
<b>4</b>	<b>Faserformversuchsanlage .....</b>	<b>26</b>
4.1	Funktionsweise .....	28
4.2	Prozessparameter .....	29
<b>5</b>	<b>Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen .....</b>	<b>31</b>
5.1	Chemische Additive .....	32
5.2	Versuchsplanausarbeitung .....	34
5.2.1	Beschreibung der Theorie der statistischen Versuchsplanung .....	34
5.2.2	Aufstellung eines Screening-Versuchsplanes .....	35
5.3	Versuchsobjekte .....	37
5.4	Versuchsablauf .....	39

5.5	Versuchsparameter .....	41
5.5.1	Presskraft .....	41
5.5.2	Temperatur und Zeitdauer im Trocknungs- ofen .....	42
5.5.3	Abmessungen der Streifenproben .....	42
5.5.4	Akklimatisierung im Klimaprüfschrank.....	42
5.6	Festlegung des Versuchsumfangs .....	42
5.7	Versuchrohstoffe.....	43
5.7.1	Sekundärfaserstoff.....	43
5.7.1.1	Zugabemengen der chemischen Additive .....	44
5.7.1.2	Versuchsergebnisse .....	46
5.7.1.3	Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP.....	49
5.7.2	Zellstoff .....	59
5.7.2.1	Zugabemengen der chemischen Additive .....	59
5.7.2.2	Versuchsergebnisse .....	60
5.7.2.3	Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP.....	63
5.7.3	Holzstoff.....	67
5.7.3.1	Zugabemengen der chemischen Additive .....	68
5.7.3.2	Versuchsergebnisse .....	69
5.7.3.3	Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP.....	72
5.8	Zusammenfassung und Interpretation der Versuchsergebnisse .....	76
<b>6</b>	<b>Einfluss der Prozessparameter .....</b>	<b>79</b>
6.1	Auswirkungen einer Prozessparametervariation auf den Faserformprozess.....	79
6.2	Grenzwerte der Prozessparameter .....	80
6.3	Versuchsergebnisse und deren Auswertung mit der Statistiksoftware JMP .....	81
<b>7</b>	<b>Regression .....</b>	<b>90</b>
7.1	Geeignete Versuchspläne zur Erstellung von nichtlinearen Regressionsmodellen .....	91
7.2	Modellbildung für Sekundärfaserstoff .....	92
7.2.1	Orthogonaler, zentral zusammengesetzter Versuchsplan.....	92
7.2.2	Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP .....	94
7.2.3	Überprüfung des Regressionsmodells.....	99
7.3	Modellbildung für Zellstoff.....	102
7.3.1	Orthogonaler, zentral zusammengesetzter Versuchsplan.....	102
7.3.2	Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP .....	103
7.3.3	Überprüfung des Regressionsmodells.....	106
7.4	Modellbildung für Holzstoff .....	107

7.4.1	Vollfaktorieller Versuchsplan .....	108
7.4.2	Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP .....	108
7.4.3	Überprüfung des Regressionsmodells .....	110
7.5	Modellverbesserung durch Transformation der Ergebnisgröße .....	112
7.5.1	Box-Cox-Transformation der für Sekundärfaserstoff ermittelten Versuchsergebnisse 112	
7.5.2	Box-Cox-Transformation der für Zellstoff ermittelten Versuchsergebnisse .....	114
7.5.3	Box-Cox-Transformation der für Holzstoff ermittelten Versuchsergebnisse .....	116
7.6	Verifikation der erstellten Regressionsmodelle .....	118
<b>8</b>	<b>Einfluss von Dispersionen.....</b>	<b>118</b>
8.1	Zielsetzung und Problemstellung .....	118
8.2	Versuchsobjekte .....	119
8.3	Anforderungen an einzusetzende Dispersionen .....	119
8.4	Auswahl einer geeigneten Dispersion .....	120
8.5	Einschränkung des Versuchsumfangs .....	120
8.6	Versuchsablauf .....	121
8.7	Versuchsergebnisse .....	121
<b>9</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>123</b>
<b>10</b>	<b>Ausblick .....</b>	<b>126</b>
<b>11</b>	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>127</b>

# 1 Einleitung

Technische Funktionsbauteile, deren Festigkeitsansprüche nicht so hoch sind, dass ausschließlich Stahl zum Einsatz kommen kann, werden heute zumeist aus Kunststoffen hergestellt, deren Grundlage der fossile Energieträger Rohöl darstellt. Die weltweite Produktion der Kunststoffchemie beträgt jährlich etwa 150 Mio. t, wobei Polyvinylchlorid einen hohen Anteil einnimmt /KAI06/. Ein Energieverbrauch auf der Grundlage fossiler Energieträger bewirkt Kohlenstoffemissionen, die die wichtigste Ursache der globalen Erderwärmung sind. Da sich die Nachfrage nach Erdöl in den nächsten Jahren weiter erhöhen wird, ist mit steigenden Energiepreisen und einem bedrohlichen Anstieg der klimaschädlichen Treibhausgase zu rechnen, die Jahrzehnte in der Atmosphäre verbleiben. Neben dem hohen Verbrauch an Erdöl galt das o. g. Polyvinylchlorid aufgrund des ungewöhnlich großen Chloranteils und der damit bei der Verbrennung entstehenden Nebenprodukte lange Zeit als umweltschädlichster Kunststoff. Zudem ist das zur Herstellung benötigte Vinylchlorid krebserregend /KAI06/.

Ein weiterer Aspekt ist die Umweltproblematik. Die polymeren Bestandteile der Kunststoffe sind zum einen nicht wasserlöslich und zum anderen nicht in der Lage, die Zellmembranen von Mikroorganismen zu passieren. Das heißt, eine Wechselwirkung mit lebenden Organismen ist außer bei den biologisch abbaubaren Kunststoffen weitgehend ausgeschlossen. Eine Umwandlung der Polymere in der belebten Natur ist folglich nicht möglich, so dass Kunststoffe nur sehr langsam verrotten /MÜL00/.

Unter diesen Gesichtspunkten und der Tatsache, dass die Industrie bemüht sein sollte, die Folgen der Erderwärmung in Grenzen zu halten, gewinnen nachwachsende Rohstoffe als Werkstoff immer mehr an Bedeutung. Sie bieten die Möglichkeit, auf immer weiter vorhandene Rohstoffquellen zurückzugreifen und die Entsorgung durch Recycling oder andere umweltfreundliche Maßnahmen ökologisch sinnvoll zu gestalten, so dass ein weiteres Anwachsen der Mülldeponien verhindert und eine Schonung der weltweit nur beschränkt vorliegenden, natürlichen Ressourcen herbeigeführt werden können.

Da ein vernünftiger Umgang mit den natürlichen Ressourcen immer mehr zum Markenzeichen einer erfolgreichen Volkswirtschaft wird, muss die Industrie zukünftig in energiesparende und effiziente Technologien investieren, um den Ausstoß des klimaschädlichen Kohlendioxids ( $\text{CO}_2$ ) zu mindern. Umweltbewusstsein befindet sich also stetig im Bewusstsein der Menschen und wird durch die Aufnahme in die Politik auch wach gehalten.

Bei Faserstoffen aus natürlichen Fasern für die Papierindustrie hat dieses Handeln eine lange Tradition. Zu Beginn der Papierherstellung ab ca. 100 n. Chr. kamen textile Fasern zum Einsatz, die vorwiegend aus alten Lumpen gewonnen wurden. Im späten 13. Jahrhundert konnte die Zerfaserung der Lumpen erstmals von durch Wasserkraft angetriebenen Stampfwerken übernommen werden. Durch den 1453 erfundenen Buchdruck wuchs die Nachfrage nach Papier immens. Um dieser Nachfrage besser gerecht werden zu können, wurde gegen Ende des 17. Jahrhunderts der sog. Holländer entwickelt, welcher nicht nur für damalige Zeiten große Mengen herstellen konnte, sondern auch eine reproduzierbare Qualität ermöglichte. Da der Bedarf an Papier weiter stieg, wurden die Lumpen als textiler Rohstoff knapp. In Folge dessen ist intensiv nach alternativen Rohstoffen zur Faserherstellung gesucht worden, bis schließlich 1843 Friedrich Gottlob Keller die Zerfaserung von Holz mit Schleifsteinen erfand. Nach diesem Prinzip wird heute noch der sog. Holzstoff hergestellt. Nur kurze Zeit später, im Jahr 1852, entdeckte Hugh Burgers den chemischen Aufschluss von Holz mittels Natronlauge. Die durch chemischen Aufschluss hergestellten Fasern wurden Zellstoff genannt. Heute wird zur Papierherstellung sowohl Holzstoff als auch Zellstoff verwendet, da beide

Rohstoffe spezifische Vor- und Nachteile, sowohl bei der Herstellung, als auch als Bestandteil des fertigen Papiers haben. Der dritte Faserrohstoff, der heute zur Papierherstellung eingesetzt wird, ist Altpapier, welches aus Holz- oder Zellstofffasern hergestelltem Papier besteht. Das Papier in Deutschland setzt sich zurzeit aus ungefähr 58 % Altpapier, je 18 % Holz- und Zellstoff und 6 % Füllstoffen sowie Streichpigmenten zusammen /DAM06/. Ca. 60 % der in Deutschland verbrauchten Papier- und Kartonmenge wird dem Produktionsprozess als Altpapier zurückgeführt /BOS99/.

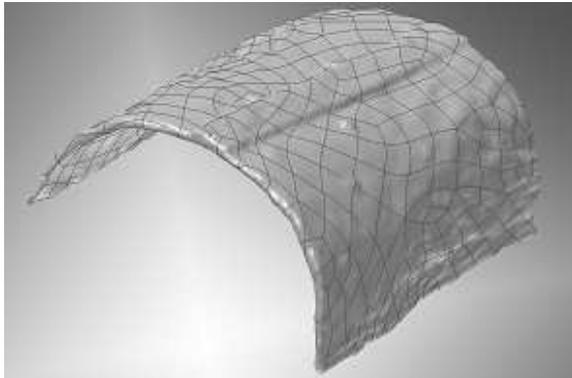
Faserformprodukte bestehen ebenfalls aus Papierfaserstoffen. Ihre Anwendung finden sie zurzeit vorwiegend in der Verpackungsindustrie als Transportsicherungen oder Transportverpackungen. Als Rohstoff dient meist Altpapier, da die Ansprüche hinsichtlich der Qualität nicht einen solch hohen Standard wie bei Schreib- oder Hygienepapieren erfordern. Faserformprodukte sind also sehr umweltfreundlich. Ihre Entsorgung ist einfach, da sie entweder über das in Deutschland vorhandene Recyclingsystem zurück in den Rohstoffkreislauf gelangen oder ökologisch unbedenklich kompostiert bzw. verbrannt werden können. Gründe für eine momentane Beschränkung der positiven Eigenschaften der Faserformtechnologie auf den Verpackungssektor sind die relativ geringe Festigkeit und das hydrophile Verhalten der Faserstoffe. So wurde beispielsweise in einem Versuch die Zugfestigkeit von 21 vornehmlich zu Verpackungszwecken eingesetzten Faserformprodukten ermittelt, die im Durchschnitt einen Wert von nur  $2,74 \text{ N/mm}^2$  annahm. Zur Nutzung des Faserformverfahrens für Bauteile, die technische Funktionen erfüllen sollen, reichen die vorhandenen mechanischen und hygroskopischen Eigenschaften der Faserwerkstoffe somit nicht aus. Um das Faserformverfahren auch für weitere, über den Verpackungssektor hinausgehende Anwendungen einsetzen zu können, müsste es folglich optimiert werden. Dazu soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit nach Möglichkeiten zur Beseitigung der genannten Unzulänglichkeiten gesucht werden. Vielversprechend scheinen die folgenden Ansätze zu sein, die in dieser Arbeit aufgegriffen werden sollen:

- Ergänzung der Faserstoffe um Zusatzstoffe
- Eingriffe im Herstellungsprozess eines Faserformproduktes durch gezielte Veränderung einzelner Prozessgrößen

In einem folgenden Schritt könnte dann darüber nachgedacht werden, inwieweit sich beispielsweise Kunststoffe, deren Grundlage der fossile Energieträger Rohöl darstellt, durch nachwachsende Rohstoffe ersetzen ließen. Eine Antwort auf diese Frage soll somit als Fazit am Ende dieser Arbeit gegeben werden.

Als Demonstrator wird eine nach dem Faserformverfahren hergestellte Unterarmorthese ausgewählt, die sowohl bestimmte mechanische als auch hygroskopische Eigenschaften aufweisen muss und somit als technisches Funktionsbauteil bezeichnet werden kann (vgl. Bild 1.1). Eine Unterarmorthese ist ein technisches Hilfsmittel der Orthopädie, welches mit Segmenten des menschlichen Körpers verbunden wird, um deren Funktion zu unterstützen oder zu ersetzen. In dem hier vorliegenden Fall handelt es sich um eine Orthese, die das Handgelenk der oberen Extremität stützen und dadurch ruhig stellen soll. Bislange werden zu diesem Zweck Produkte aus Gips, Metall oder Verbundwerkstoffen eingesetzt, die zum Teil als ökologisch bedenklich einzustufen sind. Zudem ist der Tragekomfort aufgrund des hohen Gewichtes niedrig und die Anpassung an den menschlichen Körper zeit- und kostenintensiv. Bei einer nach dem Faserformverfahren hergestellten Orthese existieren derartige Nachteile nicht, so dass es sich bei dem gewählten Demonstrator nicht nur um ein technisches Funktionsbauteil, sondern auch um ein innovatives Produkt im Bereich der Medizintechnik handelt. So muss beispielsweise die erforderliche Festigkeit mit einer möglichst geringen Wandstärke erzielt werden, um ein leichtes Produkt anbieten zu können, welches einen hohen Tragekomfort vermittelt. Darüber hinaus müssen eingesetzte Imprägniermittel derart beschaffen sein, dass die Orthese bei Feuchtigkeitskontakt nicht zu quellen oder gar sich aufzulösen beginnt, aber

dennoch eine gewisse Luftdurchlässigkeit und damit Atmungsaktivität zulässt. Die Entwicklung von Unterarmorthesen aus nachwachsenden Rohstoffen wurde unter dem Kennzeichen 22018501 von der Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V. und vom Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz im Zeitraum vom 01.04.2004 bis zum 30.03.2007 gefördert.



*Bild 1.1: Querschnitt des mit einem CAD-System generierten Demonstrators*

## 2 Stand der Technik

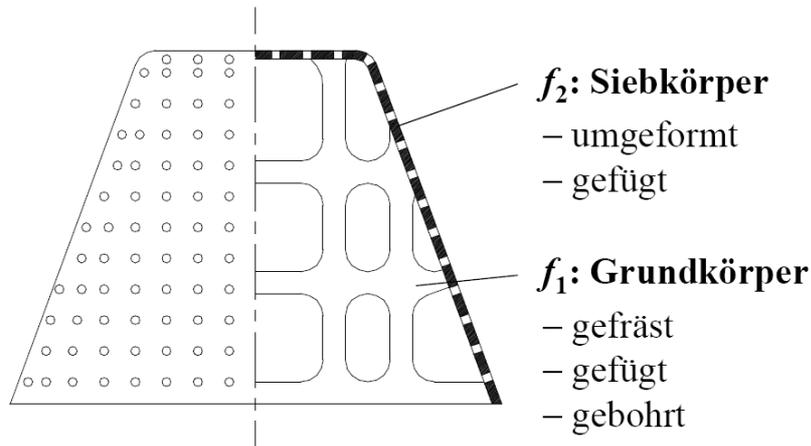
Eine umfassende Recherche in diversen fachlichen und fachübergreifenden Literaturdatenbanken (Deutschland, Großbritannien, USA), elektronischen Volltexten, regionalen und internationalen Bibliothekskatalogen (Norwegen, Großbritannien, Schweden, USA, Schweiz, Italien, Luxemburg), deutschen Verbundkatalogen sowie in der Deutschen Bibliothek, in der wissenschaftlichen Datenbank Scopus und im Internet ergab, dass insgesamt wenig Literatur zum Thema Faserform, insbesondere jedoch keine zur Hydrophobierung und zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Faserformprodukten durch den Einsatz von Zusatzstoffen existiert. Wenn mechanische Eigenschaften von Faserformprodukten untersucht werden, wie in /WIL02/ und /BAA05/, dann wird zum einen auf einen Einsatz von Sekundärfaserstoff verzichtet, der in der vorliegenden Arbeit jedoch neben weiteren Faserstoffen, die an späterer Stelle ausführlich erläutert werden, als Rohstoff für die nach dem Faserformverfahren hergestellten Produkte Verwendung finden soll, und zum anderen beschränken sich Eingriffe in die Prozessführung auf eine Variation weniger Prozessparameter, deren Anzahl deutlich unter der im Rahmen der vorliegenden Arbeit veränderten Einflussgrößen liegt.

Zur Einführung in die Thematik sollen zunächst die Grundlagen der Faserformtechnologie aufgezeigt werden. Dabei wird das Faserformverfahren in der Form dargestellt, in der es derzeit in der Industrie zum Einsatz kommt. An eine Beschreibung des Herstellungsverfahrens und der Prozessführung schließt sich eine Untersuchung der in der Papierindustrie eingesetzten Roh-, Zusatz- und Hilfsstoffe an, wobei insbesondere auf die Grundlagen des Stoffverbundes, also auf die Bindungen der Fasern untereinander, eingegangen wird. Aufgrund der Ähnlichkeit des Faserformverfahrens mit dem der Papiererzeugung, die im Verlauf dieser Arbeit deutlich wird, scheint eine Verwendung der bei der Papierfabrikation genutzten Zusatzstoffe auch beim Faserformverfahren sinnvoll und zielführend zu sein, zumal die bei der Papierfabrikation vorhandenen Erfahrungen Berücksichtigung finden können.

### 2.1 Grundlagen der Faserformtechnologie

Das Faserformverfahren bietet die Möglichkeit, dreidimensional geformte Produkte aus Faserstoffen zu fertigen. Üblicherweise wird es zur Herstellung von Verpackungsprodukten für z. B. Obst,

Gemüse und Eier, aber auch zur Produktion von Transportfixierungen für technische Produkte, wie z. B. Tonerkartuschen, eingesetzt. Als Rohstoffe für die Fasersuspension, die aus einem Faser-Wasser-Gemisch besteht, welches die Basis für das fertige Faserformprodukt darstellt, dienen Papierfaserstoffe, die in der Papierindustrie zur Herstellung von Papier und Karton genutzt werden. Aus diesem Grund wurde das Faserformverfahren früher auch Pappenguss genannt. Im Gegensatz zur Papierherstellung, bei der das Blatt auf einem umlaufenden Endlossieb entsteht, wird das Faserformprodukt auf einem festen, dreidimensionalen Siebkörper abgebildet (vgl. Bild 2.1).



**Bild 2.1:** Prinzipdarstellung eines Anformwerkzeuges /WIL02/

Bei den verwendeten Papierfaserstoffen ist grundsätzlich zwischen Primär- und Sekundärfaserstoffen zu unterscheiden. Zu den Primärfaserstoffen zählen Holzschliffe und Zellstoffe. Bei Holzschliff handelt es sich um mechanisch zerkleinertes, bei Zellstoff um chemisch aufgeschlossenes Holz. Sekundärfaserstoffe sind Primärfasern, welche einen kompletten Lebenszyklus vom Aufschluss über die Aufbereitung und die Herstellung bis hin zur erneuten Auflösung durch Wasserzugabe durchlaufen haben. Bedingt durch diese Wiederverwertung ist die Qualität der Sekundärfaserstoffe geringer als die der Primärfaserstoffe. Dies macht sich sowohl in der Weiße der Fasern als auch in deren Länge bemerkbar. Normalerweise können Fasern bis zu acht Lebenszyklen durchlaufen, bevor sie für eine erneute Verwendung unbrauchbar werden. Durch die mehrfache Produktzerfaserung und Aufbereitung sind sie dann zu kurz geworden, um einen ausreichend festen Faserverbund bilden zu können. Aus diesem Grund muss dem Recyclingprozess immer ein geringer Anteil Primärfasern hinzugegeben werden.

Der durch den Recyclingprozess vorhandene, leichte Qualitätsverlust ist bei vielen Anwendungen von geringerer Bedeutung, da bei den derzeit meist im Verpackungssektor eingesetzten Faserformprodukten die Ansprüche hinsichtlich der optischen Eigenschaften meist nachrangig sind. Da umweltbewusstes Handeln klar im Vordergrund steht, ist die Industrie bemüht, durch entsprechende Aufbereitungsmaßnahmen auch mit Sekundärfasern eine genügend gute Produktqualität zu erzielen. Zur Gewährleistung definierter mechanischer und hygroskopischer Eigenschaften werden den Fasern in der Papierindustrie bestimmte Zusatzstoffe, meist chemische Additive, zugesetzt. Dadurch können die Entwässerung, die Steifigkeit oder die Weiße eines Produktes positiv beeinflusst werden. Ein Ziel dieser Arbeit ist es daher, zu untersuchen, ob eine Übertragung dieser Eigenschaften auf Faserformprodukte möglich ist. Um auch weiterhin von einem umweltfreundlichen Faserformprodukt reden zu können, dürfen chemische Additive nur in der vom Gesetzgeber maximal erlaubten Menge hinzugegeben werden.

## 2.2 Herstellungsverfahren und Prozessführung

Der Prozess der Faserformherstellung gliedert sich grundsätzlich in folgende Schritte:

- Zerfaserung (Stoffauflösung)
- Stoffaufbereitung
- Anformung
- Pressung (optional)
- Trocknung

### 2.2.1 Zerfaserung (Stoffauflösung)

Holzschliff, Zellstoff und Sekundärfasern liegen als sog. Halbstoffe vor (siehe Kapitel 2.3). Die Stoffauflösung dieser Halbstoffe geschieht, sofern sie nicht schon direkt nach der Herstellung als Suspension vorliegen und direkt weiterverarbeitet werden können, in großen Behältern (Pulper), in denen ein leistungsfähiges Rührwerk unter Zugabe großer Wassermengen die eingebrachten Faserverbände aufschlägt. Die Faserverbände werden meist in Form von Ballen oder anderen Faserprodukten sowie losen Sammlungen von Recyclingpapier zugeführt. Durch die Zugabe des Wassers erfolgt eine Lösung der Wasserstoffbrückenbindungen, welche für den Zusammenhalt der Fasern notwendig sind. Dadurch entsteht eine zähflüssige Masse, die als Suspension oder Pulpe bezeichnet wird. Diese Fasersuspension ist pumpfähig und kann durch Rohrleitungen zur anschließenden Stoffaufbereitung befördert werden.

### 2.2.2 Stoffaufbereitung

Insbesondere bei der Verwendung von Sekundärfasern ist mit starker Verschmutzung zu rechnen. Eine Verarbeitung ohne Reinigung ist somit nicht möglich, da Verunreinigungen im Produktionsprozess sowohl zu technischen Komplikationen als auch zu minderer Qualität der fertigen Produkte führen können. Neben einer Verstopfung oder gar Beschädigung der Leitungen und Pumpen können sich optische und mechanische Schwächungen durch den Einschluss von Fremdkörpern im Faserverbund einstellen.

Aus diesen Gründen findet bereits im Pulper eine grobe Vorsortierung statt. Da die Suspension über ein Sieb aus dem Pulper abgezogen wird, bleiben große Schmutzteile, wie z. B. Folien, Metallgegenstände oder andere unerwünschte Teile, zurück. Die feinere Sortierung findet durch Nass-Sieben in Sortiermaschinen statt, deren Wirkung auf dem Zentrifugalprinzip bzw. auf Vibration (Schüttel-siebe) beruht. Während bei der zentrifugalen Reinigung durch Fliehkräfte die unterschiedlich schweren Teilchen zur Sortierung durch ein Sieb gedrückt werden, wird bei dem Vibrations-sortieren die Wanderung leichter Bestandteile durch ein Sieb aufgrund der Schwerkraft ausgenutzt. Somit erfolgt durch die Vibration eines Siebes die Trennung der schweren von den leichten Bestandteilen. Die Reinigungsstufen sind in Kaskaden geschaltet, um möglichst effektiv zu arbeiten. Dies bedeutet, dass der aussortierte Stoff einer Reinigungsstufe, Rejekt genannt, einer weiteren Reinigung unterzogen wird, um noch enthaltene Fasern zu gewinnen und um wirklich nur die Verschmutzung auszusortieren. Der Stoffverlust wird somit gering gehalten. Je nach Anwendungsgebiet findet zusätzlich eine Reinigung oder Bleiche zur optischen Aufhellung statt. Dies ist bei Faserformprodukten jedoch meist nicht der Fall, da die optischen Eigenschaften für die weitere Verwendung nachrangig sind. Nach der Reinigung werden die Fasern anschließend durch Mahlung aufbereitet, um im späteren Verbund bestimmte mechanische Eigenschaften, wie z. B. die Festigkeit, zu verbessern und den Faser-Faser-Verbund zu stärken. Durch den Mahlvorgang wird die Primärwand der Faser aufgelöst und Cellulosefibrillen werden aus der Sekundärwand teilweise freigelegt. Dadurch können sich weitere Wasserstoffbrücken zwischen verschiedenen Fasern bilden. Dieser Vorgang heißt

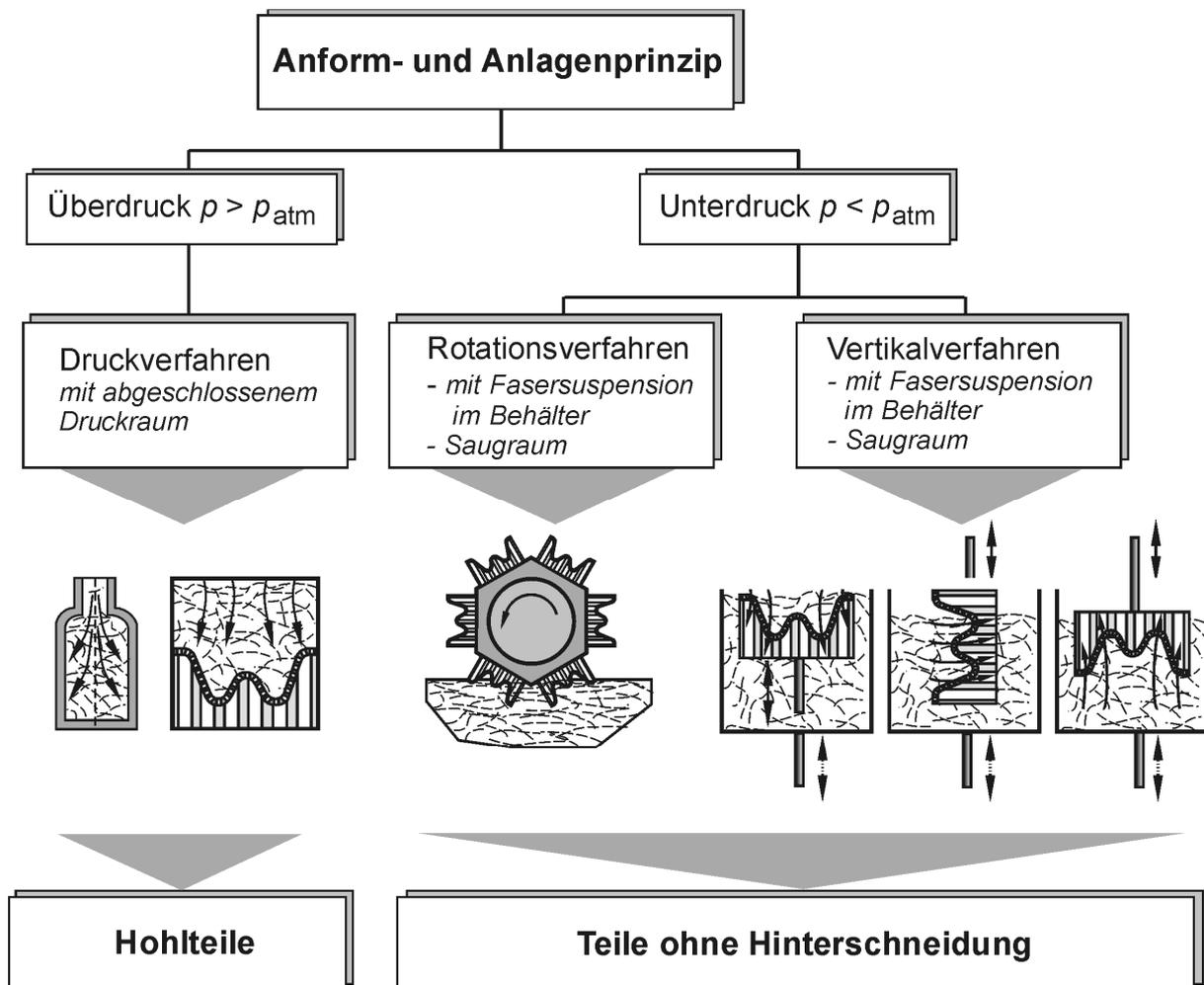
Fibrillierung und bewirkt eine erhebliche Erhöhung der Festigkeiten der aus den Fasern hergestellten Produkte /BOS99/.

Nach der Aufbereitung werden die Suspensionen entsprechend einer genauen Rezeptur in einer Mischbütte zusammengestellt und gelangen von dort zur Anformmaschine. Die Rezeptur ist herstellereinspezifisch und je nach Produkt unterschiedlich.

### 2.2.3 Anformung

Zur Formgebung der Fasersuspension gibt es generell drei Verfahren (vgl. Bild 2.2):

- Druckverfahren
- Rotationsverfahren
- Vertikalverfahren



**Bild 2.2:** Anform- und Anlagenprinzipien in der industriellen Faserformherstellung /WIL02/

Allen Verfahren gemeinsam ist das Prinzip der Druckdifferenz, mit der die Fasern an einem Siebkörper angeformt werden. Der Siebkörper hat dabei die Form und die Struktur des späteren Produktes. Dieser besteht meist aus einem mit einem Sieb überzogenen, metallischen Grundkörper, welcher dem Sieb eine gewisse Stabilität verleiht. Aufgrund einer zwischen der Sieboberfläche und der Innenseite existierenden Druckdifferenz durchströmt das Suspensionswasser die Siebporen. Dadurch legen sich die Fasern an der Sieboberfläche an und bilden einen dreidimensionalen Körper. Die Häufigkeit, mit der ein solcher Anformvorgang durchgeführt wird, entscheidet über die Materi-

alstärke des Produktes. Die Erzeugung der benötigten Druckdifferenz ist generell durch Über- oder Unterdruck möglich. Bei Überdruck wird die Suspension mit Druckluft über einem Sieb entwässert, bei Unterdruck wird das Wasser durch das Sieb aus der Suspension heraus gesogen /WIL02/.

#### 2.2.4 Pressung und Trocknung

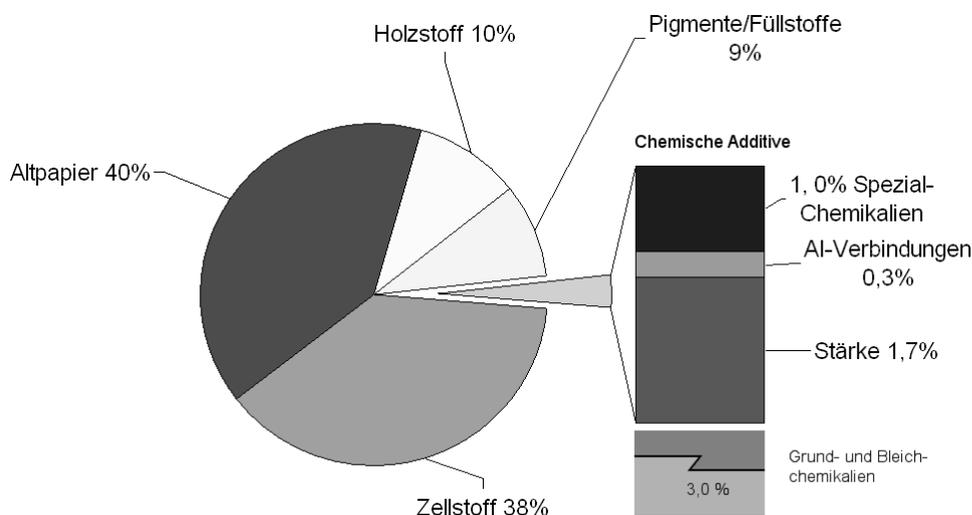
Nach der Entwässerung der Suspension über dem Formsieb besitzt das Faserprodukt einen Wasseranteil von 75 – 85 Gew.-% und weist dadurch bedingt eine geringe Festigkeit auf. Zur Erreichung einer bestimmten Festigkeit muss es auf eine Restfeuchte von 5 - 10 Gew.-% getrocknet werden. Da ein Trocknungsvorgang allein an Umgebungsluft zu langwierig wäre, empfiehlt es sich, das nasse Produkt nach dem Anformen zu pressen. Hierdurch wird zum einen weiter Wasser entfernt, zum anderen verbessern sich auch die Oberflächeneigenschaften der dem Sieb abgewandten Seite. Darüber hinaus bewirkt das Pressen eine Stärkung des Faserverbundes, also eine positive Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften. Die Folge ist eine Erhöhung der Festigkeit. Gut geeignet ist ein kombiniertes Pressen und Trocknen durch beheizte Werkzeuge. Da zwei Prozessschritte auf einmal durchgeführt werden, lässt sich die Prozesszeit zudem erheblich verkürzen. Zur Wahrung der Form des Produktes müssen die Press- und Trocknungswerkzeuge jeweils die Positiv- und Negativform des Produktes aufweisen.

### 2.3 Rohstoffe, Zusatzstoffe und Stoffverbund

Die im Rahmen dieser Arbeit eingesetzten Roh- und Zusatzstoffe werden grundsätzlich auch in der Papierindustrie verwendet. Eine Erprobung dieser Stoffe als Ausgangsbasis für Faserformprodukte erfolgte anhand von Versuchen, die mit Hilfe der in Kapitel 4 näher beschriebenen Faserformversuchsanlage durchgeführt wurden. Dabei sind den Grundsuspensionen, aus denen die Versuchsproben hergestellt wurden, teilweise Zusatzstoffe hinzugefügt worden. Derartige Proben bestanden dann aus einem Stoffverbund der Versuchsstoffe.

Falls nicht anders angegeben, bilden /BOS99/, /GOE90/ und /GRU05/ die Grundlage dieses Kapitels. Des Weiteren ist anzumerken, dass die zur Herstellung von Zellstoff notwendigen Chemikalien und Stoffe nicht näher betrachtet werden mussten, da Zellstoff im Rahmen der durchgeführten Versuche ausschließlich als fertiger Halbstoff zum Einsatz kam und der vorhergehende Herstellungsprozess somit nicht weiter von Bedeutung war.

#### 2.3.1 Rohstoffe der Faserformprodukte



**Bild 2.3:** Zusammensetzung der Rohstoffe /KLE03a/

### 2.3.1.1 Primärfasern

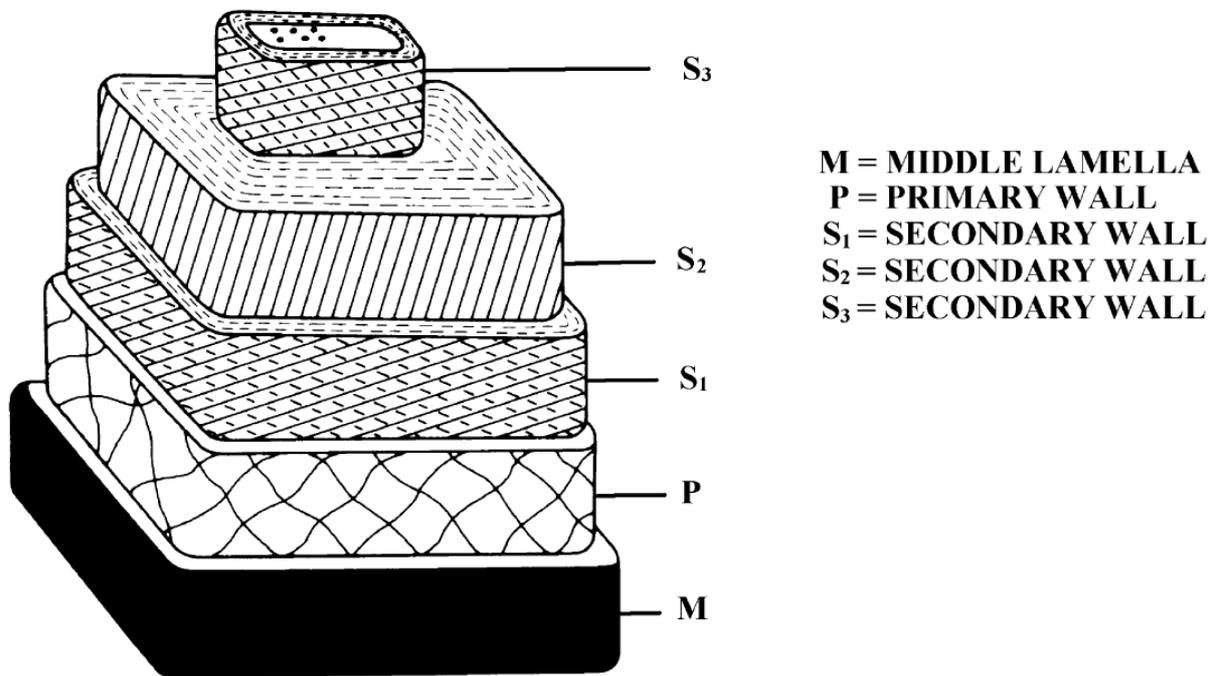
Die wichtigsten Rohstoffkomponenten in der Papierindustrie sind Holzstoff / Holzschliff und Zellstoff, die aus Holz gewonnen werden. Der Unterschied liegt lediglich in der Herstellungsart. Bei Holzstoff / Holzschliff handelt es sich um mechanisch zerkleinertes Holz, bei Zellstoff um chemisch aufgeschlossenes Holz. Da sich die Rohstoffe in ihren Eigenschaften unterscheiden, wird je nach gewünschten Eigenschaften des Endproduktes der eine oder der andere Rohstoff bevorzugt. Tissue-Papier (Hygienepapier) besteht beispielsweise vorwiegend aus Zellstoff, da dieser saugkräftiger als Holzstoff / Holzschliff ist und eine höhere Festigkeit besitzt. Diese resultiert aus dem chemischen Aufschluss, der im Vergleich zu der mechanischen Zerkleinerung für längere Fasern sorgt. Für Zeitungspapier hingegen kommt Holzschliff zum Einsatz, da die Erzeugung dieses Stoffes nicht so zeitaufwendig ist wie die des Zellstoffs und somit Zeitungen kostengünstiger hergestellt werden können. Zur Herstellung von Holzschliff werden entrindete Holzprügel von 1 Meter Länge, die Mehrjahrespflanzen, wie beispielsweise Fichten oder Pappeln, entstammen, unter Zugabe von heißem Wasser an die Oberfläche eines rotierenden Schleifsteins gepresst. Die raue Steinoberfläche reißt aus dem Holz sowohl unversehrte Fasern von 1 bis 4 mm Länge als auch Faserbruchstücke und feinste Faserpartikel heraus. Nach der Zerkleinerung wird der Faserstoff gereinigt und gemahlen und steht dann der weiteren Verarbeitung zur Verfügung. Je nach Anwendung schließen sich zusätzliche Aufbereitungsschritte wie Bleichen, Eindicken und Sortieren an /VDP/. Der Holzschliff enthält danach noch alle wesentlichen Bestandteile des Holzes wie Cellulose, Hemicellulose und Lignin. Der im Holzschliff enthaltene Schleimstoff, der überwiegend aus Cellulose-Fibrillen und Mikrofibrillen besteht, kann Faser-Faser-Bindungen ausbilden und hat somit eine positive Auswirkung auf die Festigkeit des Papiers.

Ausgangsmaterial bei moderneren Verfahren sind Resthölzer aus Sägereien oder kleingeschnitztes Holz (Hackschnitzel), die zwischen geriefelten Stahlmantelkörpern in Refiner genannten Apparaturen zerkleinert werden (Refinerholzschliff) /VDP/. Lignin ist eine Art wasserfeste Kittsubstanz, die dem Holz Steifigkeit verleiht. Da es unter Lichteinfall vergilbt und eine hydrophobe Oberfläche besitzt, ist es für die Papierherstellung eher störend. Bei der Herstellung von Holzstoff wird durch eine Vordampfung bei etwa 130 °C das zwischen den Fasern befindliche Lignin aufgeweicht. Gegeneinander rotierende Schleifscheiben zerlegen anschließend die Hackschnitzel unter Wasserzugabe in Einzelfasern /VDP/.

Neben dem einfachen Holzschliff gibt es weitere Verfeinerungen dieser Art, wie beispielsweise den Druckschliff, den oben genannten Refinerholzschliff, den Holzschliff mit chemischer Vorbehandlung, welcher nicht mit einem kompletten chemischen Aufschluss zu verwechseln ist, und den Holzschliff mit chemischer und thermischer Vorbehandlung. Die Ausbeute bei der Herstellung von Holzstoff / Holzschliff liegt bei 90 bis 96 % im Vergleich zu 43 bis 52 % bei der Herstellung von Zellstoff. Aus 100 kg trockener Holzsubstanz lässt sich also je nach Schleifverfahren 90 bis 96 kg trockener Holzstoff / Holzschliff gewinnen /VDP/. Holzschliff wird, wie bereits erwähnt, für die Herstellung von Zeitungen und Magazinen, also für kurzlebige Produkte, verwendet. Ein Grund dafür ist die Tatsache, dass das nicht entfernte Lignin mit der Zeit das Papier vergilben lässt. Bedingt durch die große Ausbeute des Herstellungsverfahrens und die hohe Opazität des fertigen Papiers ist der Holzschliff im Bereich der Zeitungs- und Magazinpapiere dem Zellstoff bis heute dennoch überlegen /DAM06/.

Wie zu Beginn dieses Kapitels bereits angedeutet, ist das Verfahren zur Erzeugung von Zellstoff zwar zeitaufwendig, dafür erlaubt es aber eine schonendere Zerlegung des Holzes in Einzelfasern. Das Grundmaterial, meist Mehrjahrespflanzen, wie z. B. Fichte, Kiefer und Pappel, wird nicht mechanisch zerkleinert, sondern in Hackschnitzel zerkleinert und dann chemisch in verschiedenen Aufschlusslösungen gekocht. Der Unterschied im Vergleich zur Herstellung von Holzstoff / Holzschliff

lässt sich anschaulich anhand von Bild 2.4 verdeutlichen. Holz setzt sich im Wesentlichen aus Cellulose, Hemicellulose, Lignin und Wasser zusammen, wobei das Lignin die Kittsubstanz bildet, die die Fasern zusammenhält.



**Bild 2.4:** Aufbau einer Holzfaser /GUL99/

Demzufolge befindet sich der größte Teil des Lignins in der auf dem Bild gezeigten sog. Mittella-melle, welche die einzelnen Fasern umschließt. Die Fasern selbst bestehen hauptsächlich aus Cellulose und Hemicellulose, die als Binder zwischen Cellulose und Lignin fungieren /DAM06/. Durch das Sulfitzellstoffverfahren beispielsweise, bei dem eine Mischung aus freier schwefeliger Säure und Calcium- oder Magnesiumbisulfid zum Einsatz kommt, wird das zwischen den Fasern als Bindemittel vorhandene Lignin gelöst und die Faser dadurch sehr schonend freigelegt. Der ausgekochte Zellstoff wird anschließend gemahlen, sortiert und gebleicht, um bestimmten Qualitätsstandards gerecht zu werden. Je nach Anwendung können weitere Aufbereitungsschritte wie das Reinigen oder Eindicken folgen. Obwohl der Zellstoffprozess nicht so energieaufwendig ist wie der Holzstoff- / Holzschliffprozess und bei der Rückgewinnung der Aufschlusschemikalien sogar Energie durch Verbrennung zurück gewonnen werden kann, ist die Ausbeute aufgrund der Mengenverteilung von Lignin im Holz deutlich geringer. Grund für die höhere Ausbeute beim Holzstoff- / Holzschliffprozess ist die Tatsache, dass sowohl die Fasern als auch das Lignin mechanisch zerkleinert werden. Dafür existiert der Nachteil, dass viele Fasern zerstört werden und sich viel Feinstoff zwischen längeren Faserbündeln ansammelt /DAM06/.

Insgesamt betrachtet ist die Erzeugung von Primärfaserstoffen unter ökologischen Gesichtspunkten nicht unbedenklich. Von erheblichem Ausmaß ist die starke Belastung der Umwelt durch den großen Energieaufwand beim Holzstoff- / Holzschliffverfahren und die verwendeten chemischen Substanzen sowie die besonders starke Rodung der Wälder beim Zellstoffverfahren. Im Zuge eines weiter wachsenden Umweltbewusstseins empfiehlt es sich, darauf zu achten, diese Rohstoffe mehr als nur einmal zu verwenden.

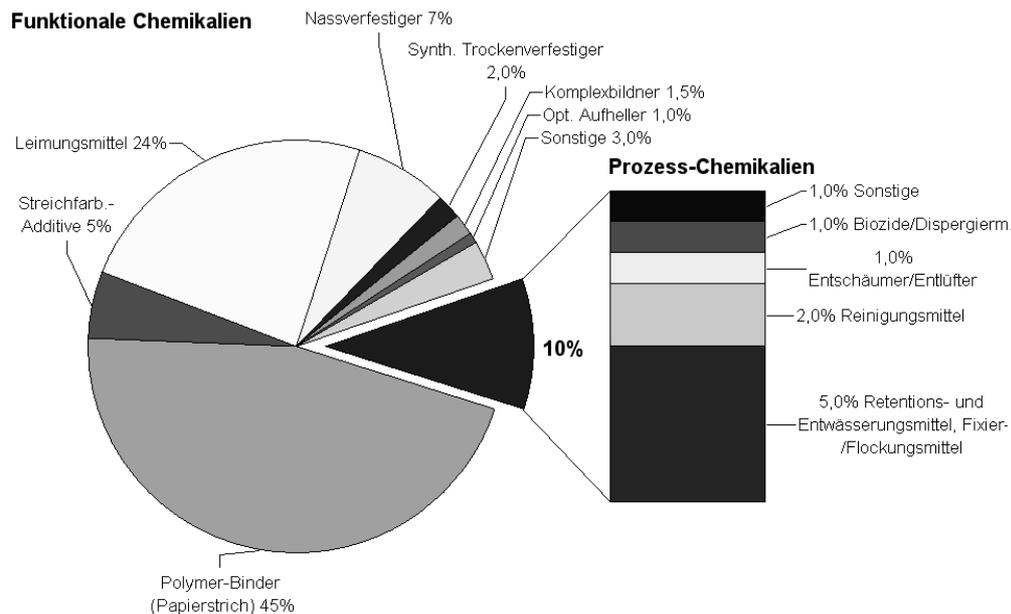
### 2.3.1.2 Sekundärfasern

Eine weitere Rohstoffgrundlage bilden die so genannten Sekundärfasern, unter denen Primärfasern zu verstehen sind, die bereits einen vollständigen Recyclingkreislauf vom Aufschluss, über die Aufbereitung, die Herstellung bis zur erneuten Auflösung durch Wasserzugabe durchlaufen haben. Sekundärfasern können also in Form von Altpapier oder bereits gebrauchten Faserformprodukten vorliegen. Die Verwendung von Sekundärfasern wird durch ein in Deutschland bereits vorhandenes Recyclingsystem unterstützt. Durch dieses werden eine Sammlung von Sekundärfaserstoffen und eine Versorgung der Industriebetriebe problemlos ermöglicht. Die Aufbereitung der Sekundärfasern mittels Reinigung und Mahlung ist weniger energieaufwendig als die Erzeugung von Primärfasern. Da anders als in der Papierindustrie besondere Qualitätsstandards, die beispielsweise von Schreib- oder Hygienepapieren erfüllt werden müssen und die ausschließlich durch die Verwendung von Primärfasern gewährleistet werden können, für Faserformprodukte nicht vorliegen, ist die Verwendung von Sekundärfasern als Rohstoff für die Faserformindustrie sehr wirtschaftlich und umweltschonend. Ein weiterer Vorteil ist die leichte und umweltfreundliche Entsorgung der durch die Faserformindustrie produzierten Faserformprodukte über den vorhandenen Rohstoffkreislauf. Als Nachteil bei der Verwendung von Sekundärfasern ist allerdings deren im Vergleich zu Primärfasern kürzere Faserlänge zu nennen, die aus der mehrfachen Produktzerfaserung und Aufbereitung des als Rohstoffgrundlage dienenden Altpapiers resultiert. Aus Sekundärfasern hergestellte Faserformprodukte besitzen folglich einen weniger festen Faserverbund, als dies bei der Verwendung von Primärfasern der Fall wäre. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde daher insbesondere Wert darauf gelegt, Möglichkeiten zur Beseitigung dieses Nachteils aufzuzeigen, um einen technisch interessanten Rohstoff anbieten zu können, der unter ökologischen Gesichtspunkten als unbedenklich einzustufen ist.

Da es sich bei dem für diese Arbeit ausgewählten Demonstrator um ein medizinisches Produkt handelt, welches bestimmten Hygieneansprüchen genügen muss, könnte die Verwendung von Sekundärfasern Probleme mit sich bringen. Denkbar wären z. B. Pilz- und Bakterienbelastungen, die durch die im Altpapier vorhandenen Fremdstoffe hervorgerufen werden könnten. Eventuell müsste in einem solchen Fall auf biologische Mittel, Wärmebehandlungen oder Desinfektionen zurückgegriffen werden. Bei einem Anwendungszeitraum der Unterarmorthese von ca. 4 Tagen ist allerdings mit ziemlich hoher Sicherheit davon auszugehen, dass die oben genannten Belastungen nicht auftreten werden. Zumindest sind aus der Papierindustrie keine Fälle bekannt, aus denen hervorgeht, dass Produkte aus Sekundärfasern bereits nach wenigen Tagen Schimmelbefall oder Ähnliches aufweisen. Die in der Papierindustrie bei der Pressung und Trocknung erreichten Temperaturen sind in der Regel hoch genug, um Keime oder Bakterien abtöten zu können. Der hygienische Aspekt sollte also ganz besonders bei der Herstellung des Demonstrators aus Sekundärfasern nicht außer Acht gelassen werden. Weniger problematisch, aber dennoch nicht zu vernachlässigen ist die im Vergleich zu Primärfasern geringere Weiße der Sekundärfasern, die bei der Vermarktung des Produktes eine Rolle spielen könnte.

### 2.3.2 Zusatzstoffe

Um gezielt Chemikalien einsetzen zu können, die einen positiven Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften von Faserformprodukten nehmen, ist es erforderlich, eine Übersicht der in der Papierindustrie verwendeten Chemikalien zu erstellen. Diese und vor allem ihre Wirkung auf das Endprodukt sollen im Folgenden kurz vorgestellt werden.



**Bild 2.5:** Übersicht Chemikalien /KLE03a/

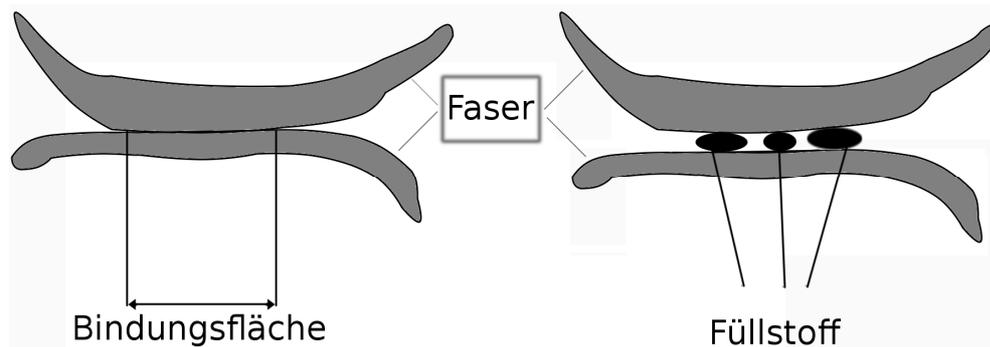
Zusatzstoffe in der Papierindustrie sind keine Faserstoffe, sondern Stoffe anderer Art, wie z. B. chemische Additive, Füllstoffe bzw. Pigmente und allgemeine Hilfsmittel. Sie werden benötigt, um dem Endprodukt bestimmte Eigenschaften zu verleihen oder um die Produktion zu unterstützen und zu vereinfachen, indem sie z. B. Störstoffen, also Stoffe, die auf die Produktion und die Qualität des Endproduktes einen negativen Einfluss haben, entgegenwirken. In den meisten Fällen sollen die mechanischen Eigenschaften, wie beispielsweise die Reißarbeit, aber auch optische Eigenschaften, wie beispielsweise die Weiße, verbessert werden. Von besonderer Wichtigkeit für die Papierindustrie sind die Festigkeit des Papiers und die Fülle der Oberfläche, um ein Beschreiben des Papiers zu ermöglichen. Unter Hilfs- bzw. Zusatzstoffen sind also diejenigen Stoffe zu verstehen, die einen Einfluss auf die Eigenschaften des fertigen Produktes nehmen, wie z. B. Nassfestmittel. Zusatzstoffe können auch Aufgaben unterschiedlicher Art wahrnehmen. So sorgt die Leimung eines Papiers einerseits für eine verbesserte Oberfläche, andererseits kann sie auch zur Steuerung der Wasserretention dienen.

### 2.3.2.1 Füllstoffe bzw. Pigmente

Füllstoffe bzw. Pigmente sind anorganische Stoffe mineralischen Ursprungs. Sie bilden die größte Gruppe der in der Papierindustrie zugesetzten Hilfsstoffe. Füllstoffe werden dem Papier zugesetzt, Pigmente auf der Oberfläche aufgebracht. Füllstoffe kommen zum Einsatz, um eine möglichst geschlossene und glatte Oberfläche zu erzeugen. Da sie in der Regel sehr viel kleiner als Faserstoffe sind, können sie die Zwischenräume zwischen den Fasern ausfüllen. Zu den wichtigsten Füllstoffen bzw. Pigmenten zählen Kaolin auch China Clay oder Clay genannt, Calciumcarbonat, Talkum, Bentonit, Kreide, Gips, Satinweiß (Calcium-Aluminiumsulfat), Bariumsulfat und Titandioxid. Diese Stoffe sind entweder als Pulver oder als sog. Slurry (Suspension) erhältlich. Die Zugabe dieser Stoffe erfolgt nach der Auflösung und Reinigung entweder an der Mischbütte oder mit Hilfe einer Streichanlage. Von großer Bedeutung ist das Calciumcarbonat, dessen Einsatz in den letzten Jahren immer weiter zugenommen hat. Es ist das wichtigste Pigment neben dem Kaolin. Entscheidende Vorteile sind die hohe Verfügbarkeit und Ausbeute, da sich Lagerstätten überall auf der Welt befinden und die Rohstoffe einfach in einem Steinbruch gewonnen werden können.

In Bezug auf die Festigkeit des Endproduktes bringt der Einsatz von Füllstoffen allerdings Nachteile mit sich. Die in hoher Konzentration verwendeten Füllstoffe stören die Faser-Faser-Bindungen

und wirken sich somit festigkeitsmindernd aus. Dieser festigkeitsmindernde Effekt ist in Bild 2.6 schematisch veranschaulicht.



**Bild 2.6:** Füllstoffe behindern Faser-Faser-Bindungen nach /GRU05/

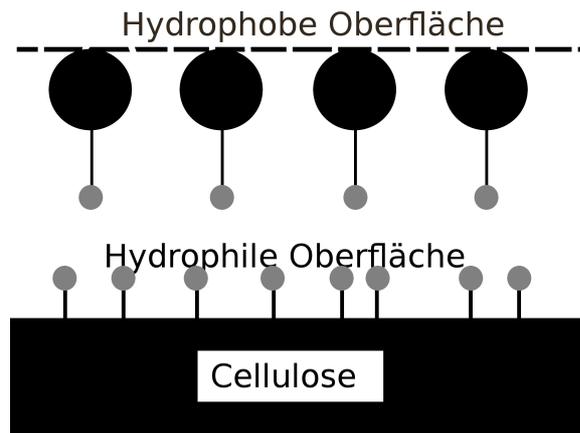
Der Einsatz von Füllstoffen erscheint im ersten Schritt offensichtlich als nicht empfehlenswert, da eine forcierte Zugabe sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften eines Faserformproduktes auswirken würde. Im Hinblick auf die nach dem Faserformverfahren hergestellte Unterarmorthese könnte eine qualitativ hochwertige Oberfläche aus vermarktungstechnischen Gründen allerdings von Interesse sein. Neben der Verwendung von Füllstoffen müsste dann zur Erzielung einer hohen Oberflächengüte auch über verbesserte Siebkörper und Presswerkzeuge im Rahmen einer Prozessoptimierung nachgedacht werden. Um optische und mechanische Eigenschaften dennoch miteinander zu kombinieren, könnte versucht werden, dem festigkeitsmindernden Einfluss der Füllstoffe ggf. durch weitere Mahlung der Rohstoffe oder durch die Verwendung von Trockenfestmitteln entgegenzuwirken. Da in der Entwicklungsphase der Unterarmorthese optische Eigenschaften zunächst noch eine sekundäre Rolle spielen, werden Füllstoffe bzw. Pigmente im Rahmen dieser Arbeit nicht weiter betrachtet.

### 2.3.2.2 Farben und optische Aufheller

Farben und optische Aufheller verbessern ebenfalls die Optik des Endproduktes. Farbstoffe werden entweder an der Mischbütte zugegeben oder in einer Streichanlage auf die Oberfläche des Produktes aufgetragen. Je nach Art der Farbe ist zusätzlich ein Fixiermittel, wie beispielsweise Stärke, erforderlich. Optische Aufheller erhöhen die Weiße eines Produktes. Sie absorbieren UV-Licht im Bereich von 300 – 400 nm und strahlen sichtbares blaues Licht im Bereich von 400 – 450 nm ab. Der Gelbstich eines Produktes wird dadurch verhindert, so dass es weißer wirkt. Üblicherweise werden optische Aufheller an der Mischbütte zugegeben, ein Oberflächenauftrag ist aber auch möglich /ROI97/. Farben und optische Aufheller haben keinen stärkeren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, verbessern aber die Oberflächeneigenschaften und tragen somit zu einer positiveren Optik des fertigen Produktes bei. Aus demselben Grund, der auch zum Ausschluss der Füllstoffe bzw. Pigmente führte, wird eine weitere Untersuchung der Farben und optischen Aufheller als nicht erforderlich erachtet.

### 2.3.2.3 Leimungsmittel

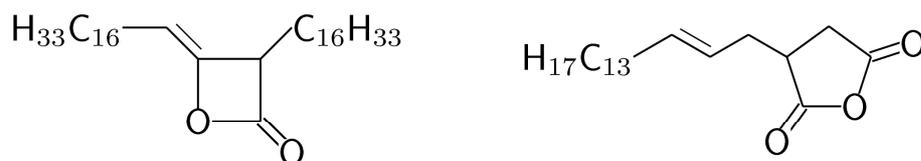
Ein in der Papierindustrie weit verbreiteter Hilfs- bzw. Zusatzstoff ist das Leimungsmittel. Da Faserprodukte aufgrund ihres hydrophilen Charakters leicht benetz- und quellbar sind, kann Wasser ungehindert eindringen. Um dieses zu verhindern, wird Leim entweder direkt zur Fasersuspension hinzugegeben oder auf die Oberfläche des Faserproduktes aufgetragen. Die Moleküle des Leimungsmittels enthalten jeweils einen hydrophilen und einen hydrophoben Molekülabschnitt. Der hydrophile Teil heftet sich an die Fasern, der hydrophobe bildet eine neue Oberfläche aus. Schematisch veranschaulicht ist dieser Effekt in Bild 2.7.



**Bild 2.7:** Leimung /GRU05/

Dieser Effekt tritt jedoch nur an einem Teil der freien Oberfläche der vorhandenen Fasern auf. Er wird aus diesem Grund auch Teilhydrophobierung genannt. Eine Angabe über das Ausmaß der Hydrophobierung liefert der Leimungsgrad. Falls nicht direkt eine chemische Verknüpfung erfolgen kann, muss ein Fixiermittel zugegeben werden, welches die Bindung der Leimstoffe an die Fasern ermöglicht. Grundsätzlich wird zwischen der Harzleimung und der Neutralleimung unterschieden. Bei der Harzleimung ist in allen Fällen die Abietinsäure wirksam, welche sich im Harz der Bäume befindet. Da diese jedoch eine negativ geladene Säuregruppe enthält und Faseroberflächen ebenfalls negativ geladen sind, wird noch ein Fixiermittel benötigt. Traditioneller Weise kommt hier das Aluminiumsulfat, auch Alaun genannt, zum Einsatz. Bedingt durch die Amphoterie des Aluminiums kann dieses Verfahren jedoch nur bei einem sauren pH-Wert angewendet werden, da das Aluminiumsulfat nur dann mit positiver Ladung vorliegt und sich somit sowohl an die Carboxylgruppe der Celluloseketten als auch an die Säuregruppen der Abietinsäure anlagern und diese miteinander verbinden kann. Durch diese sog. saure Fahrweise ergeben sich allerdings sowohl anlagen- als auch produkttechnisch einige Schwierigkeiten. Durch den niedrigen pH-Wert werden die Anlagenteile durch Korrosion schneller angegriffen. Weiterhin ist ein so gefertigtes Papierprodukt nicht alterungsbeständig, es zerfällt mit der Zeit.

Aufgrund dieser Unzulänglichkeiten wurden seit Mitte des 20. Jahrhunderts neue Verfahren zur Leimung entwickelt, die sog. Neutralleimungsverfahren. Diese Verfahren zeichnen sich dadurch aus, dass sie im neutralen pH-Bereich anwendbar sind. Die häufigsten Mittel zur Neutralleimung sind ASA (Alkenylbernsteinsäureanhydrid) und AKD (Alkylketendimer) (vgl. eingesetzte chemische Additive Baysize I 18 E und Basoplast 2030 LC in Kapitel 5.1). Die Wirkung des ASA-Mittels beruht auf der Veresterung der Bernsteinsäureanhydrid-Gruppe mit den OH-Gruppen der Cellulose (Bild 2.8). Es handelt sich hierbei um echte kovalente Bindungen, ein Fixiermittel wird nicht benötigt. Da das ASA-Mittel jedoch auch zur Hydrolyse mit Wasser neigt, ist ein Schutzkolloid, meistens in Form von Stärke, zur Lösung hinzuzufügen /DAM06/.



AKD (Alkylketendimer)    ASA (Alkenylbernsteinsäureanhydrid)

**Bild 2.8:** Wirkung von Neutralleimungsmitteln nach /DAM06/

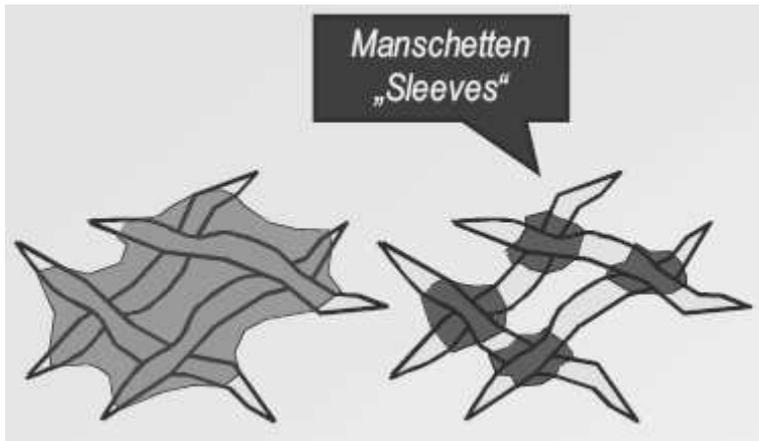
#### 2.3.2.4 Trockenfestmittel

Als Trockenfestmittel wird meistens Stärke verwendet, die entweder direkt zur Suspension hinzugegeben oder auf die Oberfläche aufgetragen wird. Für den Auftrag auf die Oberfläche finden Leimpresen Verwendung, die im einfachsten Fall aus zwei Walzen bestehen, auf denen sich die Stärke befindet und mit denen sich diese gleichmäßig auf die Oberfläche aufbringen lässt. Möglich ist aber auch ein Auftragen mittels Sprührohren oder Streichen. Je nach Ort der Zugabe können durch Stärke verschiedene Eigenschaften verbessert werden. Durch Oberflächenauftrag verbessern sich die Dichte bzw. Glätte, die Rupffestigkeit und die Abriebfestigkeit. Die Folgen sind bessere Oberflächeneigenschaften, keine Retentionsprobleme und eine verminderte Verschmutzung des Prozesswassers. Direkt zur Suspension zugegeben erhöhen sich die Berstfestigkeit, die Bruchlast und die Falzfestigkeit. Je nach Dosierung können chemisch modifizierte Stärken auch als Retentionsmittel (Entwässerungsmittel) eingesetzt werden. Stärke ist ein pflanzliches Produkt, zumeist aus Kartoffeln, Mais oder Weizen gewonnen. Es besteht aus langkettigem Amylose und verzweigtem Amylopektin. Ein verbreiteter Einsatz dieser Mais-, Weizen- oder Kartoffelstärken, auch native Stärken genannt, erfolgt heutzutage allerdings nicht mehr. Stattdessen findet eine Modifizierung, entweder physikalischer Art, die durch Erhitzung und Scherkräfte erreicht wird, oder chemischer Art, Verwendung. Die Stärke ist dadurch in Wasser löslich und nicht mehr ungeladen. Im Hinblick auf die Erzielung eines stabilen Gesamtfaserverbunds ist die Ladung von großer Bedeutung, da diese wesentlich zur Bindung an Fasern beiträgt. Modifizierungen dienen also dazu, bestimmte Eigenschaften der Stärke für spezielle Anwendungen zu verbessern.

Häufig eingesetzt werden kationische Stärken. Durch die Zugabe von Kationisierungsreagenzien werden kationische Gruppen in die Stärke eingebaut. Hierdurch wird die Stärke löslich, kann als Retentionsmittel eingesetzt werden und wirkt in Einsatzmengen von 0,5 - 1,5 % bezogen auf den Trockenstoff auch festigkeitssteigernd. Eine derartige Modifizierung der Stärke findet zumeist Verwendung, wenn eine Zugabe zur Suspension erfolgen soll. Probleme mit der Retention lassen sich dann so einfach umgehen. Weitere Variationen sind Stärkeäther, abgebaute Stärke, enzymatisch abgebaute Stärke und oxidierte Stärke. Die grundsätzlichen Ziele sämtlicher modifizierter Stärken sind eine Förderung der Löslichkeit und Bindungsfähigkeit und eine Verbesserung der Verarbeitbarkeit. Die Aufbereitung variiert dabei je nach spezifischem Zweck. Neben den Modifizierungen der Stärke gibt es auch noch synthetische Trockenfestmittel, die z. T. der Stärke sehr ähnlich sind. Wichtig bei der Verwendung solcher Stoffe ist, darauf zu achten, dass diese langkettig sind. Nur dann besitzen sie die Fähigkeit, Wasserstoffbrückenbindungen bilden zu können. Möglich sind hier z. B. Polyacrylamide, Polyvinylalkohol und copolymerer Polyvinylalkohol bzw. copolymeres Polyvinylacetat.

#### 2.3.2.5 Nassfestmittel

Nassfestmittel erhöhen die Festigkeit von nassem wie auch trockenem Papier, wobei die Nassfestigkeit definiert ist als das Verhältnis der Nassreißlänge zur Trockenreißlänge /DAM06/. Um zu verhindern, dass sich die Bindungen zwischen den Fasern durch Wasser lösen lassen, werden Nassfestmittel zur Suspension hinzugegeben, die die Faserkreuzungspunkte umhüllen und das Eindringen von Wasser in diese Punkte unterbinden. Zur Erreichung der vollen Festigkeit müssen die Produkte allerdings einige Tage auskondensieren /DAM06/. Wichtige Nassfestmittel sind Harze auf der Basis von Polyamidoamin-Epichlorhydrin (PAAE) (vgl. eingesetztes chemisches Additiv Luresin KS in Kapitel 5.1), Melamin-Formaldehyd (MF) und Harnstoff-Formaldehyd (HF). Der Effekt eines Nassfestmittels ist schematisch in Bild 2.9 dargestellt.

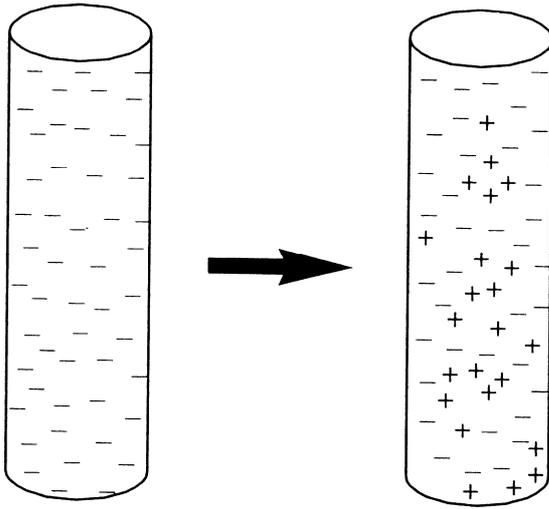


**Bild 2.9:** Geschützte Faserkreuzungspunkte /DAM06/

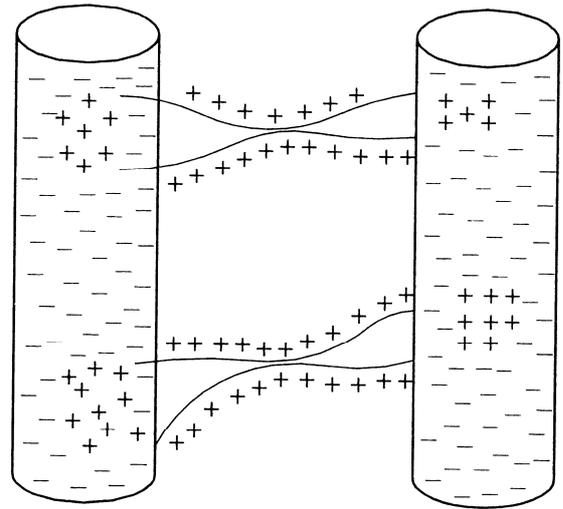
Die in Kapitel 2.3.2 genannten Zusatzstoffe müssen auf ihre Tauglichkeit für das Faserformverfahren und eine mögliche Verwendung für die zu fertigende Unterarmorthese untersucht werden. Art und Menge der Zugabe von Stärke und anderen Trockenfestmitteln zur Festigkeitssteigerung der Orthese sind in Versuchen zu ermitteln. Empfehlenswert ist eine Zugabe zur Suspension. Dies scheint im Rahmen der in Kapitel 4 näher beschriebenen Faserformversuchsanlage die einfachste und günstigste Möglichkeit zu sein, mechanische Eigenschaften direkt zu beeinflussen. Ob ein Oberflächenauftrag ebenfalls die gewünschte Wirkung haben kann, ist bei theoretischer Betrachtung nicht hinreichend abzusehen. Eine gewisse Erhöhung der Festigkeit ist für trockene Endprodukte allerdings zu erwarten /HAM97/. Für den hier untersuchten Anwendungsfall scheint eine Verwendung von Nassfestmitteln sinnvoll zu sein, um eine sofortige Quellung und Auflösung des Faserformproduktes bei Feuchtigkeitskontakt zu hemmen. Zudem könnte die zu erwartende Festigkeitssteigerung praktisch belegt werden.

### 2.3.2.6 Entwässerungsbeschleuniger und Retentionsmittel

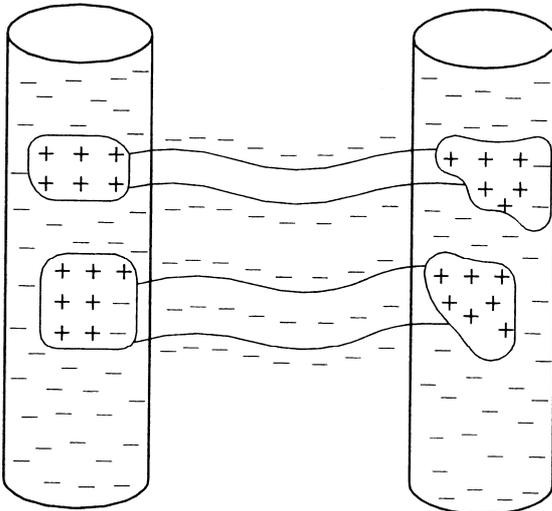
Weitere wichtige chemische Additive in der Papierindustrie sind Mittel zur Entwässerungsbeschleunigung, Flockung und Retention, wobei letztere die Aufgabe haben, die Feststoffe im Papier zu halten. Wie bereits erwähnt, sind für die feste Faserverbindung Wasserstoffbrücken verantwortlich. Hierzu müssen die Faseroberflächen dicht aneinander gebracht werden. Dies ist jedoch durch die gleich negativ aufgeladene Oberfläche der Fasern schwierig. Zudem besteht in der Papierindustrie das Problem, dass aufgrund der hohen Bahngeschwindigkeiten von 1.500 – 1.700 m/min bei modernen Papiermaschinen für die Entwässerung und schnelle Bindung nur noch ca. 1/10 Sekunde zur Verfügung steht. Um diese Entwässerungsgeschwindigkeit zu erreichen, müssen chemische Additive zugegeben werden. Erhöhen diese die Entwässerungsgeschwindigkeit, so werden sie Entwässerungsbeschleuniger genannt. Von Retentionsmitteln wird gesprochen, wenn sie Fein- und Füllstoffe an die Fasern binden. Zu diesem Zweck müssen die in Bild 2.10, Bild 2.11 und Bild 2.12 dargestellten physikalisch-chemischen Mechanismen ablaufen, um die Fasern schnell aneinander zu binden.



**Bild 2.10:** Ladungsneutralisation (Polarisation) /BOS99/



**Bild 2.11:** örtliche Umladung (Mosaik) /BOS99/



**Bild 2.12:** Bildung von Brücken bzw. Netzwerken /BOS99/

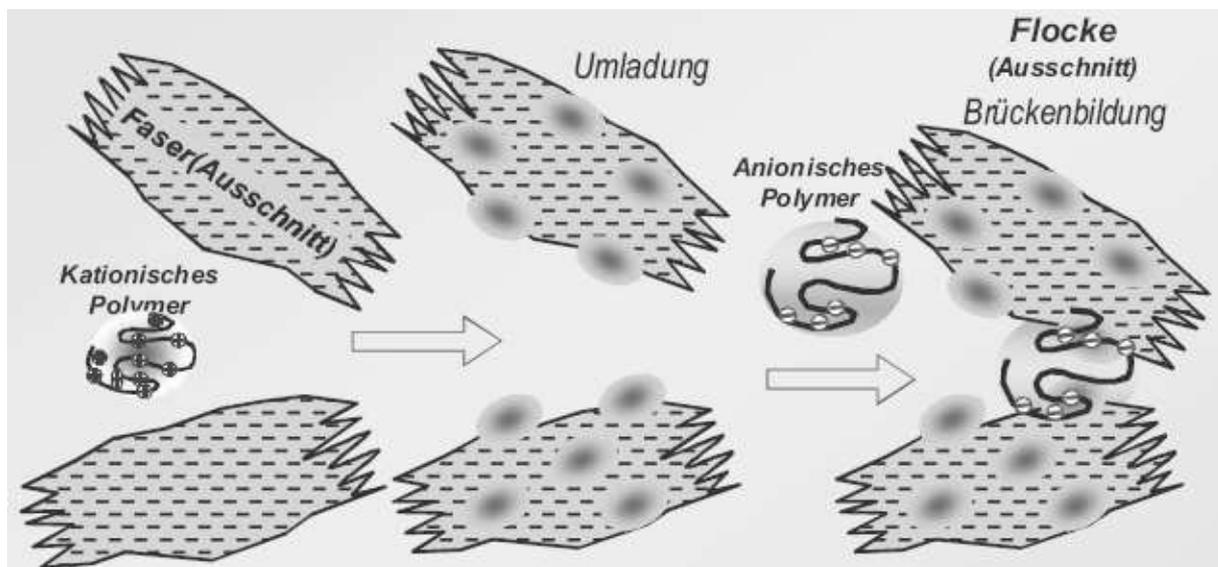
Bei der Ladungsneutralisation wird die negative Oberflächenladung der Fasern durch gegensätzlich geladene Polymere ausgeglichen, so dass sich die Fasern auf diese Weise aneinanderlegen können. Bei der Mosaikhaftung lagert sich ein kationisch geladenes Polymer punktuell an die negative Oberfläche der Fasern und Füllstoffe an. Dies ist möglich, da die Ladungsdichte des Moleküls höher ist als die der Faser. Folglich entsteht ein lokaler Überschuss an positiver Ladung auf der Oberfläche, welche für andere, weiterhin negativ geladene Fasern und Feinstoffe gut zur Bindung genutzt werden kann. Dies ist durch kurzketttige, hoch geladene Polymere möglich (vgl. eingesetzte chemische Additive Luresin PR 2201, Luredur VI und HM Polymin in Kapitel 5.1). Bei der Brückenbildung lagern sich langkettige kationische Polymere mit geringer Ladungsdichte und hoher Molmasse an die Faseroberflächen an (vgl. eingesetztes chemisches Additiv Luresin KS in Kapitel 5.1). Durch Anlagerung weiterer Polymerketten ziehen sich die Fasern oder Füllstoffe enger aneinander und stabilisieren so die sich bildende Flocke /DAM06/. Da durch diese Mechanismen Flocken entstehen, werden solche Mittel z. T. auch Flockungsmittel genannt. Bei der Zugabe dürfen allerdings nicht zu viele Additive eingesetzt werden, da sich sonst Flocken von so großem Ausmaß bilden, dass sie den Prozess stören und die Qualität des Endproduktes verschlechtern würden.

Schwach wirkende Flockungsmittel unterstützen die Entwässerung jedoch. Bei zu hohen Konzentrationen wirkt ein Flockungsmittel dispergierend (zerkleinernd), da es alle Faseroberflächen abdeckt, sie gleichmäßig auflädt und sich dadurch keine Bindungen der Fasern untereinander mehr ausbilden können. Meistens werden Flockungsmittel zur Reinigung des Prozesswassers eingesetzt.

Das wohl bekannteste Fixiermittel (Retentionsmittel) ist Aluminiumsulfat, auch Alaun genannt, welches die traditionelle Papiermacherchemikalie ist. Heutzutage sind Retentionsmittel aufgrund der stetig steigenden Maschinen- und Entwässerungsgeschwindigkeit nicht mehr wegzudenken. Auf Grund der heutigen neutralen Fahrweise, welche den Einsatz von günstigen Füllstoffen, wie z. B.  $\text{CaCO}_3$  ermöglicht, müssen zur Fixierung synthetische Polymere eingesetzt werden, da das Fixiermittel Alaun nur im sauren Milieu funktioniert. Eingesetzte Polymere sind:

- Polyacrylamid
- Polyvinylamin (vgl. eingesetzte chemische Additive Luresin PR 2201 und Luredur VI in Kapitel 5.1)
- Polyethylenimin (vgl. eingesetztes chemisches Additiv HM Polymin in Kapitel 5.1).

In gleicher Weise wie die drei oben genannten Polymere kann auch kationische Stärke verwendet werden. Hauptziel dieses Mittels ist zunächst jedoch die Steigerung der Trockenfestigkeit /DAM06/. Auch ist es möglich, eine Mischung aus kationischen und anionischen Polymeren zur Flockung einzusetzen. In einem solchen Retentionssystem wirkt das kationische Mittel als Fixiermittel. Hier lagert sich das anionische Mittel an und verbindet so die Fasern. Dieser in Bild 2.13 dargestellte Effekt erhöht auch die Entwässerungsgeschwindigkeit.



**Bild 2.13:** Wirkprinzip von Polymersystemen /GRU05/

Mögliche Retentionsmittelsysteme und deren in Bild 2.10, Bild 2.11, Bild 2.12 und Bild 2.13 veranschaulichten Wirkmechanismen sind in Tabelle 2.1 angegeben. Eine Erklärung der in dieser Tabelle verwendeten Abkürzungen lässt sich Tabelle 2.2 entnehmen.

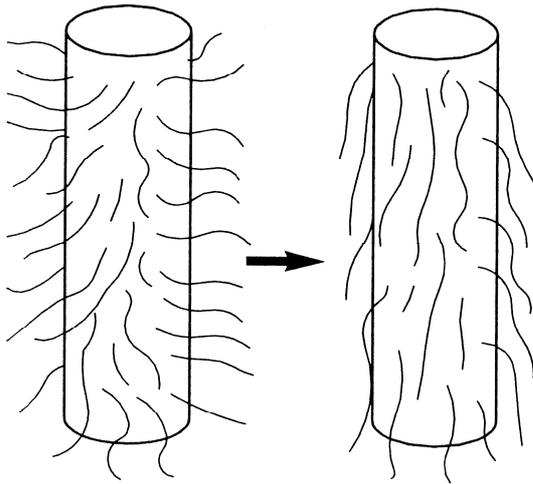
**Tabelle 2.1:** Retentionsmittelsysteme und Wirkmechanismen /GRU05/

<b>Einkomponentensystem</b>	
c-Stärke	Mosaik/Brücken
c-PAM	Brücken
P-Amin	Ladung/Mosaik
<b>Zweikomponentensystem</b>	
c-Stärke & a-PAM	Brücken
P-Amidosäure & a-PAM	Brücken
P-Amin & a-PAM	Brücken
<b>Partikelsysteme</b>	
PEO & Phenolharze	Netzwerk
Montmorillonit & a-PAM	Netzwerk
c-PAM & Montmorillonit	Flocken/Brücken
c-PAM & Silicasol	Flocken/Brücken
c-PAM & Borsilicat	Flocken/Brücken
c-Stärke & Aluminat	Flocken/Brücken
<b>Mehrkomponentensysteme</b>	
c-Stärke & c-PAM & SiO <sub>2</sub>	Flocken/Brücken
c-Stärke & P-AmAmin/P-Amin & a-PAM	Flocken/Brücken

**Tabelle 2.2:** Verwendete Abkürzungen /GRU05/

<b>Abkürzung</b>	<b>Bedeutung</b>
c-Stärke	kationische Stärke
c-PAM	Polyacrylamid kationisch
a-PAM	Polyacrylamid anionisch
P-Amin	Polyvinylamin
PEO	Polyethylenoxid
P-AmAmin	Polyamidoamin

Eine weitere Möglichkeit zur Beschleunigung der Entwässerung ist in Bild 2.14 dargestellt. Die aufgrund der Mahlung von der Faseroberfläche abstehenden Faserfibrillen lassen sich durch die Neutralisation der Oberflächenladung mehr an die Oberfläche anlegen.



**Bild 2.14:** Faserfibrillen /BOS99/

Eine genaue Beachtung der Menge an Additiven ist bei der Verwendung von Retentionsmitteln sehr wichtig, da eine zu große Menge sehr viel Feinstoff an die Fasern bindet, wodurch eine Entwässerung verhindert wird. Problematisch ist dies vor allem bei hoch ausgemahlene Fasern. Falls die Additive dispergiert werden müssen, lassen sich zu diesem Zweck sulfatierte Öle, Alkylsulfate, Oxyalkylierungsprodukte und Alkylsulfobernsteinsäure einsetzen.

Die Entwässerungszeit ist für den Faserformprozess in diesem Sinne zwar nur von geringerer Bedeutung, jedoch könnte der bindungsverstärkende Effekt von Retentions- und Entwässerungsmitteln durchaus interessant sein, so dass eine Überprüfung hinsichtlich dieses Effektes als empfehlenswert erscheint. Zu große Flocken dürfen allerdings nicht entstehen, da dadurch die Wandstärke des Faserformproduktes zu ungleichmäßig werden würde. Eine sich eventuell verschlechternde Entwässerung ließe sich unter Umständen durch eine Anpassung der Prozessparameter, wie beispielsweise des Anformdrucks, der Pressstärke oder der Trocknungstemperatur, kompensieren.

### 2.3.2.7 Desinfektionsmittel

Die Zugabe eines Desinfektionsmittels zur Suspension wird aufgrund des kurzen Anwendungszeitraumes der Unterarmorthese (siehe Kapitel 2.3.1.2) für nicht erforderlich angesehen. Aus diesem Grund wird diese Möglichkeit auch nicht näher betrachtet. Desinfektionsmittel sollten aber zur Reinigung der Prozessapparatur und weiterer Elemente regelmäßig eingesetzt werden, um die Ausbreitung von Bakterien in diesen Umgebungen zu vermeiden. Ob dies auch durch den Einsatz von Bioziden im Prozesswasser erreicht werden kann, müsste durch Versuche herausgefunden werden. Experimente in dieser Richtung sind allerdings nicht mehr Teil dieser Arbeit.

### 2.3.2.8 Störstoffe und Gegenmaßnahmen

Bei Störstoffen handelt es sich häufig um verbrauchte oder nicht genutzte Additive, welche sich durch den ständigen Kreislauf des Wassers immer weiter im Prozesswasser anreichern und dadurch den gesamten Prozess der Papierherstellung behindern. Störstoffe können z. B. Harzablagerungen oder anionische gelöste und kolloidale Stoffe sein. Durch Zugabe entsprechender Fixiermittel (hochgeladene Polyelektrolyte) kann entsprechend gegengesteuert werden. Diese binden die Stoffe an die Papierfasern und entfernen sie somit aus dem Prozesswasser. Auch Flockungsmittel dienen dazu, Prozesswasser von Faserstoffen zu klären und eine Wiederverwendung der Fasern und des Wassers zu ermöglichen. Wie bereits erwähnt, dürfen Flockungsmittel nicht in beliebig hoher Konzentration zugegeben werden, da sie sonst im Falle des Faserformprozesses Probleme bei der Anformung des Faserproduktes hervorrufen können.

Zur Hemmung der Schaumbildung der Fasersuspension, die eine Folge des ständigen Rührens und Pumpens ist, eignet sich der Einsatz von Stoffentlüftern. Eine Unterdrückung der Schaumbildung ist von großer Wichtigkeit, da Schaum auch zu Qualitätsproblemen beiträgt. Als Entschäumer oder Entlüfter finden häufig natürliche Fette und Öle oder Fettsäuren und Fettalkohole Verwendung.

Ebenfalls zu den Störstoffen zählen Mikroorganismen, die sich aufgrund der neutralen Umgebung des Prozesswassers und der guten klimatischen Bedingungen ungehindert ausbreiten können. Mikroorganismen führen zu Schleimbildung, Korrosion, Geruchsbelästigung, Verfärbungen und Schlamm. Diese Erscheinungen beeinträchtigen die Produktionsanlagen und auch in erheblichem Maß die Produktqualität. Sie führen zu Verstopfungen von Rohren und Sieben und erzeugen inhomogene Endprodukte. Zwar kann durch regelmäßige Reinigung und Austausch des Prozesswassers die Belastung gering gehalten werden, jedoch ist dies sehr energie- und zeitaufwendig. Wirkungsvoller ist es, Biozide, wie z.B. Peressigsäure, 2,2-Dibrom-3-nitril-propionamid (DBNPA) oder Methylbisthiocyanat (MBT bzw. MTC) zuzugeben, welche die Ausbreitung der Mikroorganismen hemmen. Eine regelmäßige Reinigung ist trotzdem stets empfehlenswert. Zur Reinigung der Prozessanlagen eignen sich normale Reinigungsmittel auf Basis von Tensiden, wie z. B. Alkylsulfate, Fettsäurekondensate, Amidobernsteinsäure oder Polypyrophosphate, die eine Entfernung von Ablagerungen bewirken. Ablagerungen anorganischer Art, wie z. B. Gips, lassen sich mit Polyphosphonaten, Polyphosphaten oder Polyacrylaten beseitigen. Eine Übersicht über geeignete Waschflüssigkeiten in Abhängigkeit der Ablagerungsart gibt Tabelle 2.3.

**Tabelle 2.3:** Zuordnung der Waschflüssigkeiten /GRU05/

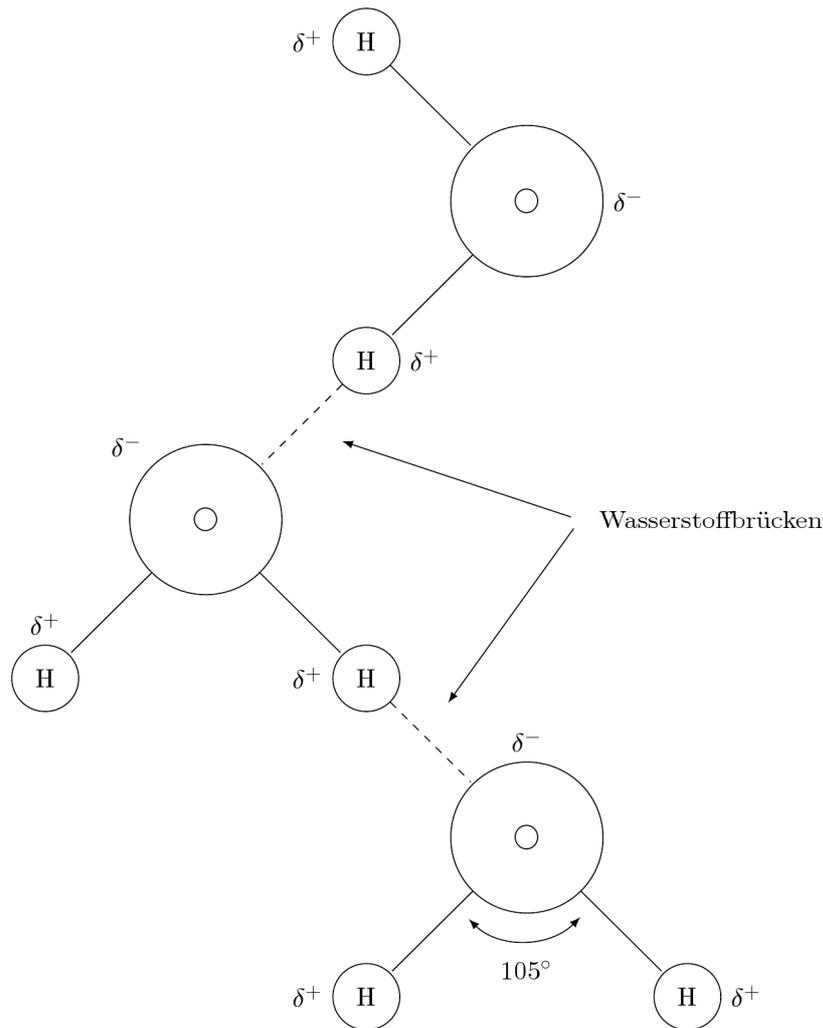
Ablagerungsart	Waschflüssigkeit
Anorganische Ablagerungen	Tensidsystem und Säure
Organische Ablagerungen	Tensidsystem und Lauge

Belastungen durch Störstoffe können im kontinuierlichen Betrieb der in Kapitel 4 näher erläuterten Faserformversuchsanlage ebenfalls auftreten, so dass eine regelmäßige Reinigung sämtlicher Anlagenkomponenten empfehlenswert ist. Falls im Falle einer Kleinserienproduktion von Unterarmorthesen keine Stillstandszeit zur Reinigung oder zum Wechsel des Prozesswassers mehr vertretbar ist, sollte über eine Zugabe entsprechender Additive nachgedacht werden, um einen gewissen Hygienestandard aufrechterhalten zu können. Zudem wäre es sinnvoll, insbesondere die Pulpebütte regelmäßig mit einem flüssigen Desinfektionsmittel und Wasserdampf gründlich zu reinigen.

### 2.3.3 Stoffverbund

Aus isolierten Fasern lassen sich zunächst keine fertigen Produkte bilden. Erst der Zusammenschluss einzelner Fasern zu einem Stoffverbund ermöglicht es, bestimmte mechanische und strukturelle Eigenschaften des Endproduktes zu generieren. Die Grundlage eines Stoffverbundes bilden die Bindungen der Fasern untereinander. Diese Bindungen charakterisieren die Eigenschaften des Produktes, die sich zwar durch Zusatzstoffe und Herstellverfahren beeinflussen, nicht aber ohne weiteres bestimmen lassen.

Zur Erzielung eines Stoffverbundes sind Wasserstoffbrückenbindungen erforderlich. Wasser besteht aus zwei Wasserstoffatomen und einem Sauerstoffatom. Wasserstoffbrückenbindungen entstehen, da negative Sauerstoffatome die positiven Wasserstoffatome anziehen (vgl. Bild 2.15). Sie bilden dabei keine neuen Moleküle aus, sondern eine ausgeprägte Anziehung sorgt für eine Fixierung der Molekülketten und -schichten.



**Bild 2.15:** Wasserstoffbrückenbindung nach /BOS99/

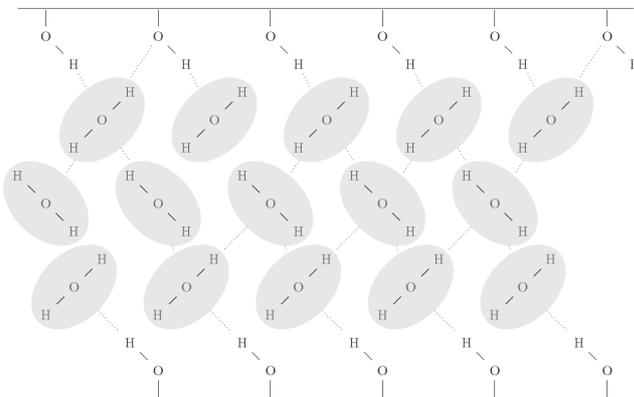
Zusätzlich zur elektrostatischen Anziehung kommt es zu einer mittelstarken Bindung zwischen Wassermolekülen, so dass sich die Elektronenorbitale des Wasserstoffs mit den Orbitalen von zwei Sauerstoffen überlagern. Diese relativ starke Bindung entsteht erst bei sehr großer Annäherung der beteiligten Moleküle.

Die Polarisierung des Wasserstoffatoms entsteht durch das Bestreben des Sauerstoffatoms, seine äußere Elektronenschale, die sechs Elektronen enthält, zu vervollständigen, um die stabile Edelgaskonfiguration, von in diesem Falle acht Elektronen, zu erhalten. Das Wasserstoffatom hingegen ist bemüht, seine innere Elektronenschale mit zwei Elektronen aufzufüllen, welche in ungebundenem Zustand nur ein Elektron enthält. Aus diesem Grund vereinigen sich zwei Wasserstoffatome und ein Sauerstoffatom zu einem Wassermolekül. In der Bindung werden die Elektronen vom Sauerstoff stärker angezogen als vom Wasserstoff, so dass diese Bindung polarisiert ist.

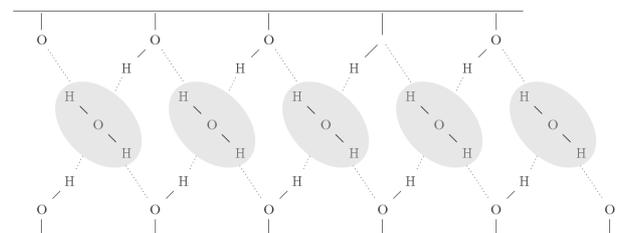
Durch ihre geringe Größe verursachen die Wasserstoffatome auf dem Sauerstoffatom nur positiv geladene Flecken auf der sonst negativen Oberfläche des Sauerstoffatoms. Die dadurch entstehende Anziehung sorgt für eine solche Bindung. Entscheidend hierbei ist, dass die Papierfasern aus Celluloseketten bestehen (2000 - 8000 Glucosebausteine lang), welche an ihrer Oberfläche viele Hydroxylgruppen (OH-Gruppen) besitzen. Diese OH-Gruppen verhalten sich ähnlich wie das Wassermolekül und verbinden sich. Somit ist Wasser ein wesentlicher Bestandteil der Papiererzeugung. Ohne die vorhandenen Wassermoleküle wäre eine Bindung nicht möglich. Während in der feuchten Cellulose alle Oberflächen-Hydroxylgruppen hydratisiert sind, bilden sich beim Trocknen direkte Wasserstoffbindungen zwischen den Cellulosefibrillen benachbarter Fasern aus.

Diese besondere Art der Bindung ist allerdings reversibel, da sich unter Zugabe von Wasser der Abstand der Moleküle vergrößert und sich die Bindung sogar ganz lösen lässt. Darin ist die gute und einfache Recyclingmöglichkeit von Papier begründet.

Zusätzlich zu den Wasserstoffbindungen zwischen den Cellulosefibrillen benachbarter Fasern bildet sich bei der Blattbildung ein mechanischer Kontakt zwischen den Fasern aus (Verfilzen), der das Blatt zusammenhält. Durch die anschließende Entwässerung und Pressung werden die Moleküle näher aneinander gedrückt, und es bilden sich noch weitere Wasserstoffbrücken. Die Festigkeit nimmt also zu. Der Zusammenhalt der Fasern durch diese Bindungen ist für die Festigkeit bedeutender als die Verfilzung. Beim Faserformverfahren wird während des Anformvorganges versucht, mehrere Faserschichten übereinander zu erzeugen. Durch Kreuzungen dieser Schichten ergeben sich weitere Verbindungsstellen. Die Mahlung und das Fibrillieren der Fasern vergrößert deren Oberfläche und unterstützt somit die Bindungsmöglichkeiten. Einen schematischen Überblick über die Bindung in den verschiedenen Zuständen bieten die Bilder 2.16 und 2.17.



**Bild 2.16:** Bindungsmechanismen in der Fasersuspension /GOE90/



**Bild 2.17:** Bindungsmechanismen im Fertigteil /GOE90/

### 3 Rechtliche Grundlagen

Wie in der Einleitung erwähnt, soll in dieser Arbeit als Demonstrator eine nach dem Faserformverfahren hergestellte Unterarmorthese zum Einsatz kommen, die am menschlichen Körper getragen wird. Das Produkt soll sich darüber hinaus umweltfreundlich entsorgen oder wiederverwenden lassen. Aus diesen Gründen können nicht willkürlich Zusatzstoffe eingesetzt werden, die in bestimmten Konzentrationen bedenklich oder gar schädlich für Mensch oder Umwelt sind. Es ist also erforderlich, die rechtlichen Grundlagen zu recherchieren, um eine unbedenkliche Rohstoffzusammensetzung entwickeln zu können. Dazu muss in einem ersten Schritt ermittelt werden, welche Stoffe überhaupt erlaubt sind. So dürfen sich beispielsweise beim Kontakt der mit Zusatzstoffen hergestellten Orthese mit der Haut keine Irritationen ergeben. Ebenso muss unterbunden werden, dass sich in Kombination mit Körperschweiß bedenkliche Substanzen auslösen. Die unter diesem Hintergrund durchgeführte Recherche ergab, dass Papierprodukte, die grundsätzlich mit dem Menschen in Kontakt gebracht werden, als „sonstige Bedarfsgegenstände“ gelten und somit dem Gesetz zur Neuordnung des Lebensmittel- und des Futtermittelrechts unterliegen. Zurzeit ist die Fassung vom 1. September 2005 gültig /BUN05a/.

Eine Art Interpretation dieses Gesetzes bietet die Empfehlung des Bundesinstituts für Risikobewertung (BfR), vormals Bundesinstitut für Verbraucherschutz und Veterinärwesen (BgVV). In ihnen werden je nach Einsatzbereich erlaubte Stoffe und Stoffkonzentrationen aufgelistet. Diese Empfehlung ist bei der Auswahl der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Zusatzstoffe einzuhalten, um

sicherzustellen, dass die Faserformprodukte, so wie es der Gesetzgeber fordert, unbedenklich sind und im Falle einer Markteinführung der Unterarmorthese keine Regressionsansprüche entstehen können. Eine Anfrage beim Verband Deutscher Papierfabriken e. V. (VDP) in Bonn ergab, dass folgende BfR-Empfehlungen für den vorliegenden Anwendungsfall wichtig sind:

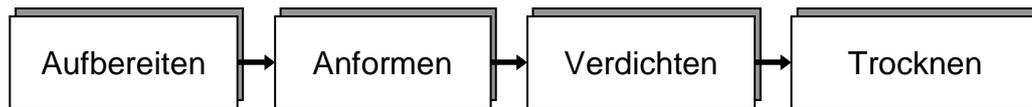
- XXXVI Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt (Stand 01.02.2005)
- XXXVI/1. Koch- und Heißfilterpapiere und Filterschichten (Stand 01.01.2003)
- XXXVI/2. Papiere für Backzwecke (Stand 01.01.2003)
- XXXVI/3. Saugeinlagen auf Basis von Cellulosefasern für die Verpackung von Lebensmitteln (Stand 01.07.2002)

Als rechtliche Grundlage wird die Empfehlung XXXVI Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt verwendet /BUN05b/, da sich die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Faserformprodukte am Besten in diese Gruppe einstufen lassen. Weiterhin liegt der Schluss nahe, dass Produkte, die in ihrer Rezeptur so ausgearbeitet sind, dass sie mit Lebensmitteln in Kontakt gebracht werden dürfen, auch dann unbedenklich sind, wenn sie am Körper getragen werden.

Die aufgeführte und als Grundlage ausgewählte Empfehlung gibt sehr genau Auskunft darüber, welche Zusatzstoffe im Endprodukt vorhanden sein bzw. für den Herstellungsprozess eingesetzt werden dürfen. Hierzu sind je nach Anwendungsbereich Stoffe, einzuhaltende Stoffgemische und Konzentrationen angegeben. Bei Einhaltung der dort genannten Stoffe und Stoffkonzentrationen ist eine Entsorgung über das Abwassernetz oder ein Recycling zulässig und unproblematisch. So wird normales Toilettenpapier auch nach dieser Empfehlung gefertigt und ebenfalls über das Abwasser entsorgt, da es sich hierbei um geringe Mengen handelt. Da kommunale Wasserversorger jedoch darum bitten, das Abwassernetz nicht mit zu großen Mengen zu belasten, ist es in diesem Falle empfehlenswert, die festen Produkte über den Hausmüll zu entsorgen. Das Prozesswasser kann bedenkenlos abgeführt werden, da die gebräuchlichsten Papierchemikalien unbedenklich sind. Bei besonderen Stoffen sollte allerdings nach Auskunft des VDP in Bonn das Sicherheitsdatenblatt des entsprechenden Stoffes hinzugezogen werden. Vorschriften für einen bestimmten Hygienestandard des Produktes Unterarmorthese, die eine Desinfektion oder sonstige hygienische Behandlungen des Produktes vorschreiben, gibt es für stabilisierende Verbände, zu denen die Unterarmorthese zählt, nicht. Dennoch sollte ein bestimmter hygienischer Standard im Interesse der Personen, die in Kontakt mit den im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Faserformprodukten treten, gewahrt werden.

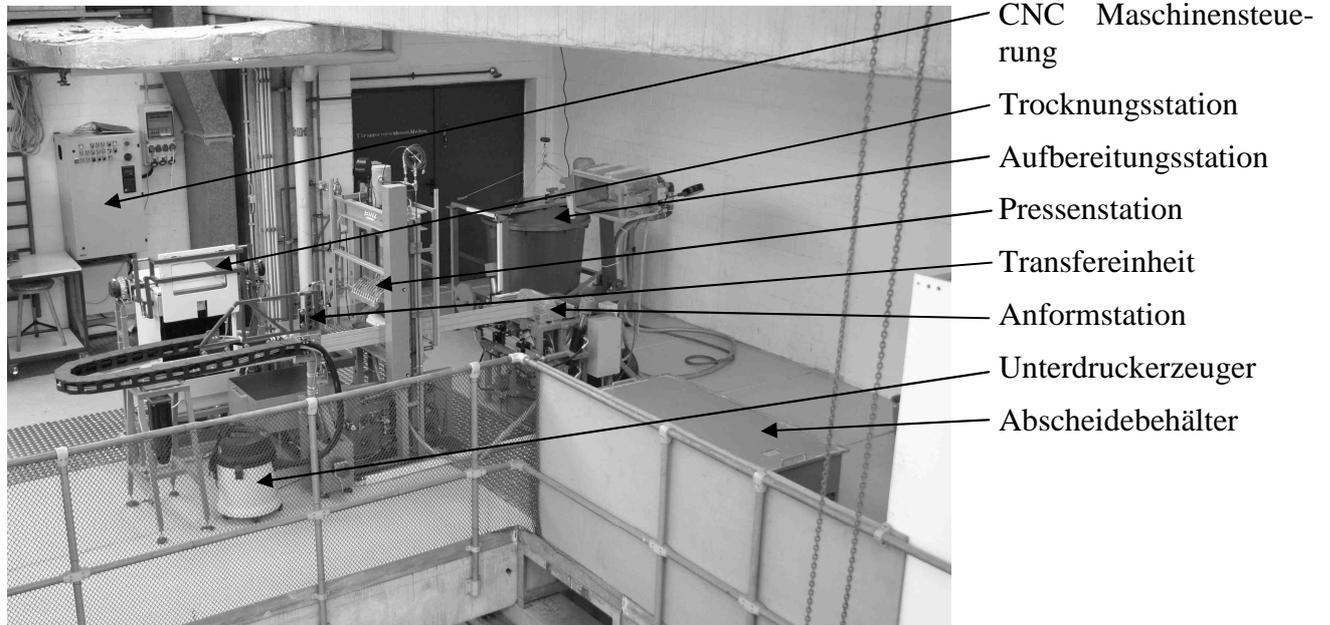
## 4 Faserformversuchsanlage

Um Faserformprodukte herstellen und reale Prozesse als Versuch nachbilden zu können, war es erforderlich, eine Faserformversuchsanlage zu konstruieren. Bei der Entwicklung der Anlage stand das Ziel der vorliegenden Arbeit, die Optimierung der mechanischen und hygroskopischen Eigenschaften von Faserformprodukten, im Vordergrund. Sämtliche Prozessparameter lassen sich ohne großen Aufwand entweder an der Versuchsanlage selbst oder am Bedienfeld der Indramat<sup>®</sup> CNC Maschinensteuerung einstellen. Der Faserformprozess folgt dem in Kapitel 2.2 beschriebenen Schema, welches in Bild 4.1 dargestellt ist.



**Bild 4.1:** Bearbeitungsschritte

Bild 4.2 zeigt die Faserformversuchsanlage mit den einzelnen, in einer Reihe angeordneten Bearbeitungsstationen.



**Bild 4.2:** Faserformversuchsanlage

Mit dem auf der Faserformversuchsanlage montierten Werkzeugsatz lässt sich die als Demonstrator ausgewählte Unterarmorthese, auf die bereits in Kapitel 1 eingegangen worden ist, herstellen. Bild 4.3 zeigt eine mit Hilfe der Faserformversuchsanlage produzierte Unterarmorthese aus Zellstoff. Im praktischen Einsatz befände sich zwischen dem Unterarm und der Orthese zusätzlich eine Polsterung aus Rollwatte und Baumwollvlies. Der Unterarm mitsamt der applizierten Orthese würde dann mit einem handelsüblichen Verband einbandagiert werden.



**Bild 4.3:** Unterarmorthese aus Zellstoff

## 4.1 Funktionsweise

Die Aufbereitungsstation besteht aus einem Bevorratungsbehälter, einem Rührwerk und einer Tauchpumpe. Im Bevorratungsbehälter lassen sich bis zu 400 l Fasersuspension mit Hilfe des Rührwerkes aufbereiten. Hierzu treibt ein Elektromotor über ein Riemengetriebe einen Rotor an, der eine starke Strömung im Behälter erzeugt. Dadurch lässt sich das im Ausgangszustand noch feste Fasermaterial unter Zugabe einer definierten Menge Wasser aufschließen und in eine fließfähige Suspension, auch Pulpe genannt, überführen. Diese wird mit Hilfe der Tauchpumpe über ein Schlauch-/Rohrleitungssystem in den Anformbehälter gefördert, der über einen Füllstandssensor verfügt, welcher die Pumpe nach Erreichen einer zuvor eingestellten Füllhöhe automatisch abschaltet. Der Anformbehälter mit einem Fassungsvermögen von maximal 34 l besteht aus zwei Teilen, einem Ober- und einem Unterkasten, die durch einen pneumatisch-hydraulischen Schwenkantrieb miteinander verbunden werden können, um einen geschlossenen Druckraum zu bilden. Nach dem Einfüllen der Suspension erfolgt mit Hilfe eines zugeführten, regelbaren Druckluftstroms ein Druckaufbau in dem Anformbehälter von bis zu 6 bar. Ein Manometer informiert über den vorhandenen Behälterdruck. Im Anschluss an den Druckaufbau öffnet sich das sog. Totraumventil unterhalb des Anformwerkzeuges. Das Werkzeug besteht aus einem Kunststoffhohlkörper, der mehrere Bohrungen aufweist und mit einem Sieb bespannt ist. Die Maschenweite des Siebes beträgt 0,710 mm, der Drahtdurchmesser 0,180 mm. Die Form des von innen durch Metallspanten verstärkten Kunststoffhohlkörpers entspricht der der herzustellenden Unterarmorthese. Während das in der Suspension enthaltene Wasser durch das Sieb und die Bohrungen in dem Kunststoffhohlkörper abfließen kann, lagern sich die in der Suspension enthaltenen, durch das Rührwerk aufgeschlossenen Fasern an der Sieboberfläche an. Nach einer bestimmten Zeit ist das Faservlies auf der Sieboberfläche so dick und auch so dicht geworden, dass das Wasser nicht mehr ungehindert passieren kann. Das Ventil unterhalb des Anformwerkzeuges wird dann geschlossen und ein zweites, sich neben dem Anformwerkzeug im Unterkasten befindliches sog. Auslassventil wird geöffnet. Durch dieses gelangt die für den eigentlichen Anformvorgang nicht mehr benötigte Suspension in den Abscheidebehälter, in dem sich ebenfalls ein Sieb befindet. Auch hier fließt das Wasser durch die Siebporen ab, während die Fasern aus der Suspension zurückbleiben. Diese lassen sich dann für weitere Anformvorgänge erneut einsetzen. Im Anschluss an den Anformvorgang erfolgt ein Vortrocknen des sich auf dem Anformwerkzeug befindlichen Faservlieses. Dazu wird das Auslassventil geschlossen und das Totraumventil geöffnet. Der Anformbehälter lässt sich dann mittels des oben erwähnten Druckluftstroms mit Druck beaufschlagen, der für eine gewisse Antrocknung des feuchten Faservlieses sorgt. Wasser aus dem Faservlies und teilweise auch geringe Luftströme können durch das geöffnete Totraumventil entweichen. Nach dem Trocknungsvorgang öffnet sich auch das Auslassventil, um den Anformbehälter drucklos zu schalten. Mit Hilfe des oben erwähnten pneumatisch-hydraulischen Schwenkantriebs kann der Ober- von dem Unterkasten getrennt werden, so dass das Faservlies für den Transfer zur nächsten Bearbeitungsstation bereitliegt.

An der Pressstation ist an einem Pressgestell ein Hydraulikzylinder mit einem Kolbendurchmesser von 100 mm angebracht, der mit einem oberen Presswerkzeug, welches die Außenkontur des angeformten Faservlieses aufweist, verschraubt ist. Ein unteres Presswerkzeug, welches fest mit dem Pressgestell verbunden ist, besitzt die Innenkontur des angeformten Faservlieses. Die Presskraft lässt sich mit Hilfe eines Druckbegrenzungsventils und eines Feinmessmanometers stufenlos auf bis zu 150 kN einstellen. Ein weiteres Manometer ermöglicht die Anzeige des Druckverlaufes während des Pressvorganges. Eine Schutzvorrichtung, welche die gesamte Pressstation mit einer transparenten Kunststoffhaube verkleidet, dient zur Sicherheit des bedienenden Personals und lässt sich über zwei Pneumatikzylinder in der Höhe verfahren.

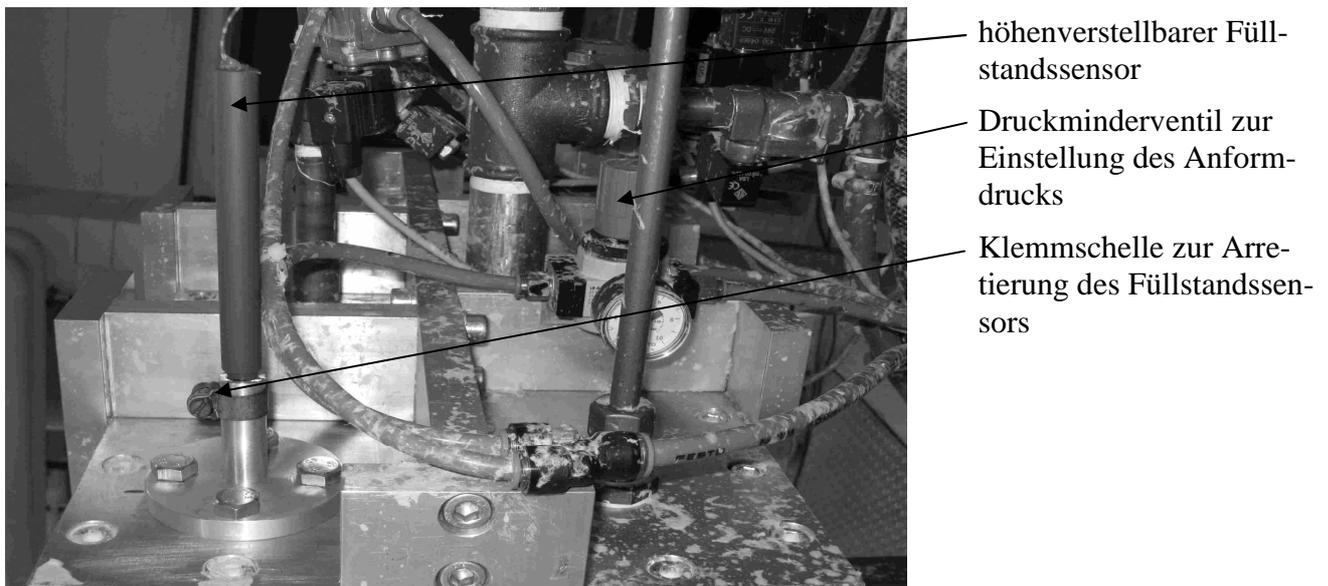
An der Trocknungsstation ist ein Ofen angebracht, dessen Verriegelung automatisch über einen pneumatischen Schwenkantrieb erfolgt. Mit Hilfe einer pneumatischen Umsetzvorrichtung lässt sich der Ofen befüllen und entleeren. Ein pneumatisch angetriebener Kippmechanismus sorgt für die Abgabe der getrockneten Faserformprodukte in einen Auffangbehälter.

Zwischen den einzelnen Stationen lässt sich ein Transferwerkzeug verfahren, welches die Kontur der Orthese aufweist. Dieses Werkzeug kann durch einen Pneumatikzylinder in der Höhe bewegt werden, um die Zustellbewegung für die Aufnahme oder Abgabe eines Produktes zu ermöglichen. Zum Aufnehmen einer Orthese ist das Transferwerkzeug mit einem Unterdruckerzeuger verbunden. Eine Vielzahl kleiner Bohrungen sorgt für eine gleichmäßige Unterdruckverteilung an der Oberfläche des Werkzeuges. Die Abgabe der Produkte lässt sich über einen Druckluftanschluss realisieren, der über ein separates Druckminderventil verfügt. Das Werkzeug mitsamt Hubvorrichtung ist auf einem Laufwagen montiert, der auf einer Linearführung mit einem Riemenantrieb verbunden ist. Angetrieben wird dieser über einen Servomotor, der es ermöglicht, beliebige Positionen anzufahren /HOO05/.

## 4.2 Prozessparameter

Die Faserformversuchsanlage ermöglicht es, die wichtigsten Prozessparameter, wie die Pulpmenge  $V_P$ , den Anformdruck  $p_A$ , die Anformdauer  $t_A$ , die Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang  $t_{Tr}$ , die Presskraft  $F_P$ , die Temperatur im Trocknungs-ofen  $T_{Ofen}$  und die Zeitdauer im Trocknungs-ofen  $t_{Ofen}$  manuell einzustellen. Darüber hinaus lassen sich in der Aufbereitungsstation verschiedene Faserrohstoffe in Fasersuspensionen unterschiedlicher Konzentrationen  $c$  überführen. Wahlweise können an der Aufbereitungsstation chemische Additive hinzugefügt werden. Durch die Möglichkeit, manuell in den Faserformprozess eingreifen zu können, ist es sehr einfach möglich, bestimmte Einflüsse zu simulieren und deren Auswirkungen auf das endgültige Produkt zu analysieren. Auf die wichtigsten Prozessparameter soll im Folgenden kurz eingegangen werden:

**Pulpmenge:** Das Volumen der Suspension, das pro Anformvorgang von der Tauchpumpe in den Anformbehälter gepumpt wird, kann mit Hilfe eines höhenverstellbaren Füllstandssensors in einem Bereich von 25 bis 34 l variiert werden. Bild 4.4 zeigt den einstellbaren Füllstandssensor im Deckel des Anformbehälters.



- höhenverstellbarer Füllstandssensor
- Druckminderventil zur Einstellung des Anformdrucks
- Klemmschelle zur Arretierung des Füllstandssensors

**Bild 4.4:** Einstellbarer Füllstandssensor und Druckminderventil am Deckel des Anformbehälters

**Anformdruck:** Mit Hilfe des in Kapitel 4.1 genannten Druckluftstroms, dessen Druck über das in Bild 4.4 gezeigte Druckminderventil stufenlos von 0 bis maximal 6 bar einstellbar ist, kann der Druck im Anformbehälter variiert werden.

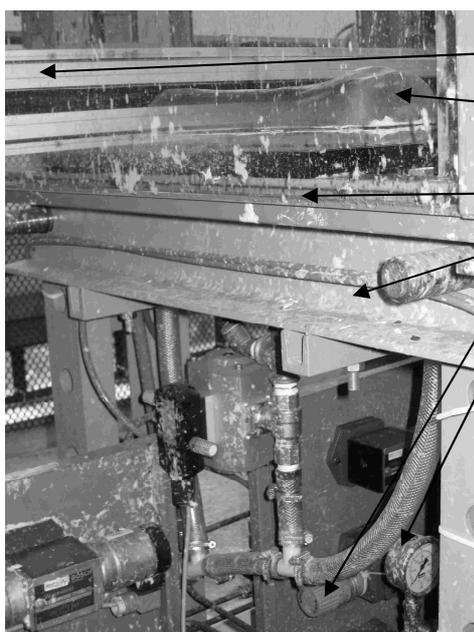
**Anformdauer und Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang:** Die Anformdauer, also die Zeitspanne vom Öffnen des Totraumventils nach der Druckbeaufschlagung der eingefüllten Suspension bis zum Schließen des Totraumventils, und die Trocknungsdauer, also die Zeitspanne vom erneuten Öffnen des Totraumventils nach Entweichung der für den eigentlichen Anformvorgang nicht mehr benötigten Suspension bis zum Öffnen des Auslassventils, welches nach dem Entweichen der überschüssigen Suspension wieder verschlossen wird, können über das Bedienfeld der Indramat<sup>®</sup> CNC Maschinensteuerung variiert werden. Die Anformdauer kann dabei beliebige Werte zwischen 0 und 297 s, die Trocknungsdauer zwischen 0 und 198 s annehmen. Bild 4.5 zeigt das Bedienfeld der Indramat<sup>®</sup> CNC Maschinensteuerung.



Bedienfeld der Indramat<sup>®</sup> CNC Maschinensteuerung

**Bild 4.5:** Indramat<sup>®</sup> CNC Maschinensteuerung

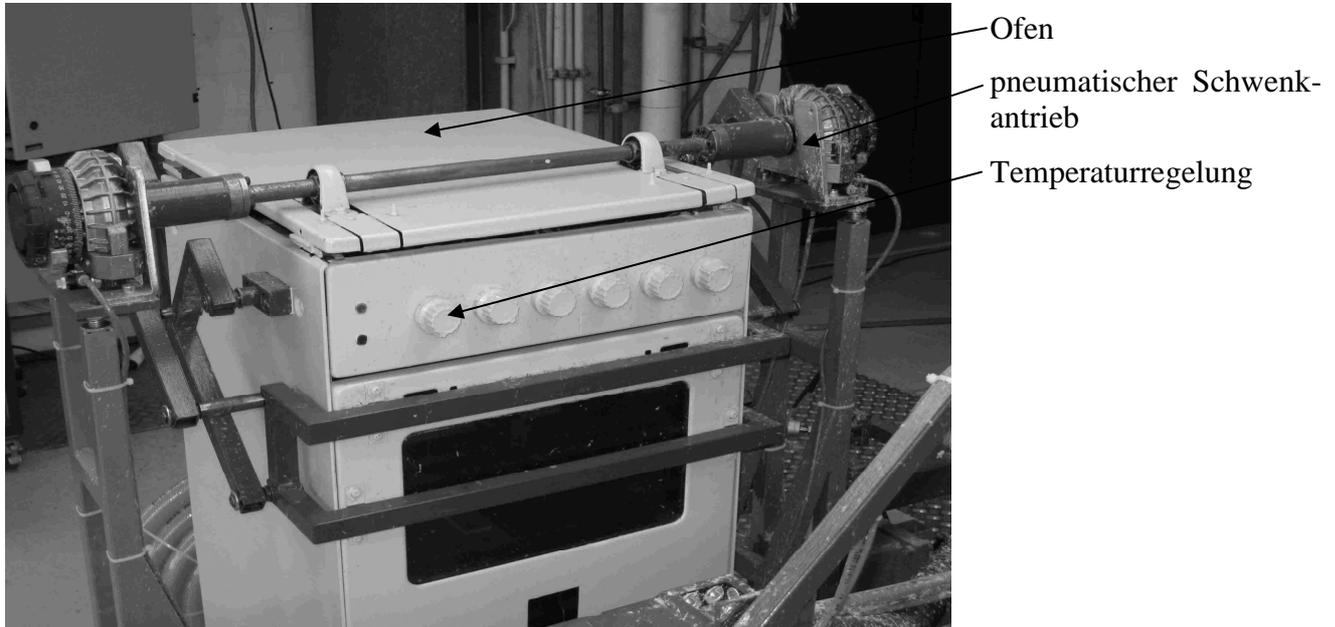
**Presskraft:** Der für den Hydraulikzylinder zur Verfügung stehende Druck lässt sich mit Hilfe eines Druckbegrenzungsventils in einem Bereich von 0 bis ca. 191 bar variieren. Bei vollem Druck steht eine Presskraft von 150 kN zur Verfügung. In Bild 4.6 ist das Druckbegrenzungsventil an der Pressstation dargestellt. Das ebenfalls abgebildete Feinmessmanometer erlaubt die Einstellung eines exakten Hydraulikdrucks.



Linearführung mit Riemenantrieb  
 unteres Presswerkzeug (Negativform der herzustellenden Orthese)  
 Schutzvorrichtung  
 Pressgestell  
 Druckbegrenzungsventil  
 Feinmessmanometer

**Bild 4.6:** Pressstation mit Druckbegrenzungsventil und Feinmessmanometer

**Temperatur und Zeitdauer im Trocknungs-ofen:** Die Temperatur lässt sich über einen Drehschalter am Ofen stufenlos zwischen 25 und 250 °C regulieren. Die Verweildauer eines Faserformproduktes im Trocknungs-ofen hängt von dem Öffnungs- und Schließintervall der Ofentür ab. Dieses kann über das Bedienfeld der Indramat® CNC Maschinensteuerung verändert werden. Für die Zeit, während der die Ofentür geschlossen bleibt, können Werte zwischen 0 und 3600 s vorgegeben werden. Bild 4.7 zeigt den Trocknungs-ofen mit der Temperaturregelung.



*Bild 4.7: Trocknungsstation mit Ofen und Temperaturregelung*

**Konzentration:** Die Konzentration einer Fasersuspension lässt sich durch Variation des Verhältnisses von Fasern zu Wasser verändern.

## 5 Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen

Das Zusammenspiel unterschiedlicher Prozessparameter und verschiedener chemischer Additive soll im Rahmen von Versuchen untersucht werden, mit dem vordersten Ziel, eine Optimierung der mechanischen Eigenschaften der Faserformprodukte herbeizuführen. Eine Verbesserung der hygroskopischen Eigenschaften ist zwar ebenfalls wünschenswert, scheint aber mit den in Kapitel 2.3.2 vorgestellten Zusatzstoffen in dem Maße, in dem es zur Erlangung eines zufriedenstellenden Ergebnisses notwendig wäre, nicht realisierbar zu sein. Um feuchtigkeitsresistente Faserformprodukte produzieren zu können, muss auf andere Hilfsmittel, wie z. B. Dispersionen, die sich im Sprüh- oder Streichverfahren auf die fertigen Faserformprodukte auftragen lassen, zurückgegriffen werden. Aus diesem Grund steht die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften bei den folgenden Versuchen im Vordergrund. Aus den Inhalten der Kapitel 2.3.2 und 4.2 geht hervor, dass die Zugabe von Zusatzstoffen zur Fasersuspension und die Variation von Prozessparametern als sinnvolle Maßnahmen zur Erreichung des primären Ziels dieser Arbeit, nämlich die Festigkeitssteigerung von Faserformprodukten, erscheinen. Die folgenden Unterkapitel dienen dazu, zunächst den Einfluss von Zusatzstoffen in Abhängigkeit des jeweiligen Rohstoffes bei konstant gehaltenen Prozessparametern systematisch zu analysieren.

## 5.1 Chemische Additive

Aus Kapitel 2.3.2 geht hervor, dass positive Einflüsse auf Faserformprodukte durch folgende Additiv-Gruppen erwartet werden können:

- Leimungsmittel
- Stärke
- Nassfestmittel
- Trockenfestmittel
- Retentionsmittel

Aufgrund der auf dem Markt vorhandenen großen Anzahl an Additiven mit ihren vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten wurde Kontakt zum ChemAdd-Paper-Net aufgenommen, mit dem Ziel, aufbauend auf der dort vorhandenen Erfahrung eine Auswahl treffen zu können. Die nachfolgend aufgeführten Produkte sind eine Empfehlung des ChemAdd-Paper-Net.

1. Firma BASF Aktiengesellschaft, Luresin PR 2201, hoch molekulares Polyvinylamin, Nassverfestigungsmittel, kationischer Charakter
2. Firma BASF Aktiengesellschaft, Basoplast 2030 LC, schwach kationische Fettalkyldiketen-Dispersion, Leimungsmittel
3. Firma BASF Aktiengesellschaft, Luresin KS, Nassverfestigungsmittel für den neutralen und schwach sauren Bereich, formaldehydfreies Polyamidoamin-Epichlorhydrinharz, kationischer Charakter
4. Firma Lanxess, Baysize I 18 E, Neutralleimungsmittel, Alkenylbernsteinsäureanhydrid, nicht ionogen, wird mit Empre KPE, anionisches Kartoffelstärkederivat von Firma Emsland-Stärke emulgiert
5. Firma BASF Aktiengesellschaft, Luredur VI, hoch molekulares, kationisches Polyvinylamin, Trockenverfestigungsmittel
6. Firma Emsland-Stärke, Empre KPE, anionisches Kartoffelstärkederivat, Trockenverfestigungsmittel
7. Firma BASF Aktiengesellschaft, HM Polymin, kationisches Polyethylenimin, Retentionsmittel
8. Firma Avebe, Aniofax AP 35, anionische Kartoffelstärke als Trockenverfestigungsmittel

Den folgenden Produkterläuterungen liegen die von den Herstellern zur Verfügung gestellten Produktbeschreibungen und Sicherheitsdatenblätter zugrunde.

### **Luresin PR 2201:**

Hoch molekulares Polyvinylamin, für die Verfestigung von allen Papierqualitäten zu gebrauchen.

Es ist für den Einsatz in neutraler Umgebung geeignet und sollte in Konzentrationen von 0,2 – 4 % (bezogen auf otro <sup>1)</sup> Stoff) zugegeben werden. In Kombination mit anionischen Substanzen verstärkt sich die verfestigende Wirkung. Als Nebeneffekt tritt häufig eine Unterstützung der Retention, Entwässerung und Fixierung von Füll- und Farbstoffen auf /LUR05a/, /LUR05b/.

<sup>1)</sup> ofentrocken

### **Basoplast 2030 LC:**

Schwach kationische Fettalkyldiketen-Dispersion höherer Konzentration für die Neutralleimung von Papier.

Der pH-Wert der Stoffsuspension sollte möglichst schwach alkalisch (7,5) sein, um gute Leimungsergebnisse zu erzielen. Schwach saure Suspensionen können unter Zugabe von ca. 0,5 %

(bezogen auf trockenen Faserstoff) kationischer Stärke ebenfalls geleimt werden. Für eine Volleimung wird ca. 0,5 – 1 % Basoplast 2030 LC benötigt. Der volle Leimungsgrad entwickelt sich in der Regel nach 1 – 2 Tagen Lagerzeit. Zur Beurteilung der Endleimung genügt jedoch auch eine Aushärtung von 5 min bei 120 °C im Trockenschrank. Die Zugabe sollte unverdünnt oder im Mischverhältnis 1:4 mit Frischwasser in den Dünnstoff vor dem Stoffauflauf gegeben werden. Die Zugabe sollte nach einem eventuell vorhandenen Fixier-, jedoch vor einem Retentionsmittel liegen. Optimale Zugabestellen müssen durch Versuche ermittelt werden /BAS05/, /BAS03/.

### **Luresin KS:**

Nassfestharz für die Papierindustrie.

Dieses Mittel ist vor allem im neutralen Bereich sehr wirksam. Nach einer Lagerzeit von 7 – 10 Tagen stellt sich der Endwert ein. Eine künstliche Alterung kann innerhalb von fünf Minuten bei 110 °C erfolgen. Die Anwesenheit von mehr als 2 % Alaun wirkt sich negativ aus. Zu erwarten ist eine Erhöhung der Trockenfestigkeit um 10 – 30 %, sowie eine verbesserte Retention. Je nach gewünschter Festigkeit sollten 0,5 bis 8 % (bezogen auf atro <sup>2)</sup> Stoff) Luresin aus verdünnter wässriger Lösung zugegeben werden /LUR06/, /LUR05c/.

<sup>2)</sup> absolut trocken

### **Baysize I 18 E:**

Masseleimung in sauren, neutralen und alkalischen Stoffsystemen.

Vor dem Einsatz muss das Produkt erst emulgiert werden. Im Normalfall reift das Produkt innerhalb der Papiermaschine aus. Bei Produkten mit besonders hoher Endfeuchte kann ein Altern über zwei Tage notwendig sein. Es ist im pH-Bereich von 5 – 9 wirksam, sollte jedoch in Kombination mit einem Retentionsmittel zugegeben werden. Der Zugabeort sollte so ausgewählt sein, dass es dem Dünnstoff an einem Punkt mit guter Durchmischung zugegeben werden kann. Typische Zugabemengen des Systems sind /BAY05a/, /BAY05b/:

- |                                   |                       |
|-----------------------------------|-----------------------|
| – Baysize I 18 E                  | 0,7 – 3,0 kg/t Papier |
| – Kationische Stärke              | 1,0 – 6,0 kg/t Papier |
| – Alaun oder Polyaluminiumchlorid | 0 – 5,0 kg/t Papier   |

### **Luredur VI:**

Hoch molekulares Polyvinylamin, für die Verfestigung von allen Papierqualitäten zu gebrauchen.

Auch dieses Mittel ist für den Einsatz in neutraler Umgebung geeignet. Ebenso kann als Nebeneffekt eine Unterstützung der Retention, Entwässerung und Fixierung auftreten. Ebenso verstärkt die Anwesenheit eines anionischen Mittels die verfestigende Wirkung. Der Konzentrationsbereich liegt bei 0,2 – 4 % (bezogen auf atro Stoff) /LUR04/, /LUR05d/.

### **Empre KPE:**

Empre KPE ist ein kaltwasserlösliches, anionisches Kartoffelstärkederivat, welches in Kombination mit Alaun oder Polyaluminiumchlorid die mechanischen Festigkeitseigenschaften des Papiers erhöht. Der Substitutionsgrad, der ein Maß für den Anteil der substituierten Glucoseeinheiten darstellt, liegt zwischen 0,02 und 0,05. Es kann direkt zum Pulper zugegeben werden, falls dort keine Al<sup>3+</sup>-Ionen vorhanden sind. Der pH-Wert des Wassers sollte beim Auflösen bei 7 liegen. Das Produkt kann in 10 %iger Konzentration zugegeben werden. Je nach Anwendungsfall sind folgende Dosierungen möglich (bezogen auf Trockenfasermenge) /EMP99/, /EMP05/:

- |  |         |
|--|---------|
| – Verbesserung der Nassreiß- und Nassfestigkeit: | 1 – 2 % |
|--|---------|

- Verbesserung der Oberflächenfestigkeit: 0,5 – 1,5 %
- Verbesserung des Klangs: 1 – 4 %

### **HM Polymín:**

Hochmolekulares, wasserlösliches Polymerisat für die Fabrikation von Papier, Karton und Pappe.

Als kationisches Produkt reagiert es mit den Bestandteilen des Papierstoffes unter Anlagerung von Feinstoffen, Füllstoffen, kolloidal dispergierenden Begleitsubstanzen, Schleimstoffen und gelösten organischen Substanzen an die Fasern. Durch Dehydratisierung der Fasern und Anlagerung der Feinstoffe wird die Entwässerung auf dem Sieb verbessert. Dem Abwasser zugesetzt, erleichtert es die Rückgewinnung von Fasern und die Klärung des Abwassers. Es ist in pH-Bereichen von 4,5 – 8 sehr gut wirksam. HM Polymín muss auf eine Konzentration von 1 – 0,1 % mit Wasser verdünnt werden. Dann kann es dem Papierstoff zugegeben werden /HMP05/, /HMP03/.

### **Aniofax AP35:**

Aniofax AP35 ist ein kaltwasserlösliches, anionisches Kartoffelstärkederivat.

Angaben über mögliche Zugabemengen oder mögliche Zugabesysteme sind in den Herstellerunterlagen nicht vermerkt. Der Substitutionsgrad liegt bei 0,025 /ANI04a/, /ANI04b/.

Alle Produkte entsprechen laut Herstellerangabe der BfR-Richtlinie XXXVI Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt und können somit für die geplanten Versuche bedenkenlos eingesetzt werden. Wechselwirkungen der Additive untereinander können allerdings laut Produktbeschreibung der Hersteller auftreten. Dieser Umstand ist bei der späteren Auswahl der Versuchspläne zu berücksichtigen.

## **5.2 Versuchsplanausarbeitung**

Ziel der ersten durchzuführenden Versuche ist es, die chemischen Additive zu bestimmen, welche einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines Faserformproduktes besitzen. Als Hilfsmittel diene die Methodik der statistischen Versuchsplanung, wobei /KLE03b/ das theoretische Hintergrundwissen zum Umgang mit statistischen Versuchsplänen lieferte.

### **5.2.1 Beschreibung der Theorie der statistischen Versuchsplanung**

In frühen Phasen experimenteller Untersuchungen sind in der Regel die signifikanten Einflussgrößen hinsichtlich der interessierenden Zielgrößen zu ermitteln. Aufgrund der meist eingeschränkten Vorkenntnisse bezüglich dieser Abhängigkeiten müssen die Einflüsse einer großen Anzahl an potentiellen Einflussfaktoren analysiert werden. Um möglichst viele Informationen bei einem geringen Versuchsumfang zu erhalten, werden so genannte Screening-Versuche im Sinne der statistischen Versuchsplanung genutzt. Typischerweise kommen dabei teilfaktorielles Zweistufenpläne zum Einsatz. Der wesentliche Vorteil im Vergleich zu einer herkömmlichen Vorgehensweise, bei der nicht alle Faktoren gleichzeitig variiert werden, liegt in der Möglichkeit, auch Wechselwirkungen zwischen den Faktoren analysieren zu können.

Im Vergleich zur konventionellen Versuchsmethodik ist somit ein Zugewinn an Informationen bei gleichem Versuchsumfang zu erwarten. Ziel der geplanten Screening-Versuchsreihen ist es also, eine Ja-Nein-Aussage zu erhalten, also festzustellen, ob die chemischen Additive einen signifikanten oder nicht-signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines Faserformproduktes besitzen. Erst spätere, im Anschluss an die Screening-Versuchsreihen durchzuführende weitere Versuche, die sich komplexerer Versuchspläne mit größerer Stufenzahl bedienen, dienen zur Quantifizierung der Abhängigkeiten zwischen Ziel- und Einflussgrößen (Regressionsanalyse bzw. Regressionsmodell als mathematischer Zusammenhang).

Der Versuchsplan der o. g. Screening-Versuche wird zweistufig genannt, da lediglich eine Variation der Faktoren auf einer hohen und einer niedrigen Stufe, kodiert mit + und –, vorgesehen ist. Durch die Betrachtung von zwei Niveaus kann allerdings nur ein linearer Zusammenhang zwischen den Daten angenommen werden, der für eine Signifikanzanalyse der Faktoreffekte, die im Rahmen der Screening-Versuche angestrebt wird, aber völlig ausreichend ist.

Bei zweistufigen Versuchsplänen wird grundsätzlich zwischen vollfaktoriellen  $2^k$ - und teilfaktoriellen  $2^{k-p}$ -Plänen unterschieden.  $k$  ist hierbei die Anzahl der Einflussgrößen, und bei  $p$  handelt es sich um eine Konstante. Ein vollfaktorieller Plan sieht die Durchführung von Versuchen für jede der  $m = 2^k$  Faktorstufenkombinationen vor, während ein teilfaktorieller Plan die Möglichkeit bietet, den Versuchsaufwand zu reduzieren, indem zumeist Wechselwirkungseffekte untereinander oder mit Haupteffekten vermengt werden. Anstatt der einzelnen Effekte kann nur noch die Summe der vermengten Effekte betrachtet werden. Dabei werden zwar weiterhin die  $k$  Faktoren berücksichtigt, aufgrund der geringeren Anzahl an Versuchen ist es jedoch nur möglich, einen Anteil  $1/2^p$  der insgesamt  $2^k - 1$  Effekte des vollständigen Plans zu berechnen.

Die Art des teilfaktoriellen Versuchsplanes ergibt sich aus der Anzahl der zu untersuchenden Einflussgrößen und dem Versuchsumfang für eine Replikation ( $n = 1$ ). Tabelle 5.1 gibt einen Überblick über zweistufige Versuchspläne in Abhängigkeit der Auflösung.

**Tabelle 5.1:** Auswahl geeigneter zweistufiger Versuchspläne in Abhängigkeit der Auflösung /KLE03b/

m \ k	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
4	$2^{3-1}$ III									
8	$2^3$ vollst.	$2^{4-1}$ IV	$2^{5-2}$ III	$2^{6-3}$ III	$2^{7-4}$ III					
16		$2^4$ vollst.	$2^{5-1}$ V	$2^{6-2}$ IV	$2^{7-3}$ IV	$2^{8-4}$ IV	$2^{9-5}$ III	$2^{10-6}$ III	$2^{11-7}$ III	$2^{12-8}$ III
32			$2^5$ vollst.	$2^{6-1}$ VI	$2^{7-2}$ IV	$2^{8-3}$ IV	$2^{9-4}$ IV	$2^{10-5}$ IV	$2^{11-6}$ IV	$2^{12-7}$ IV
64				$2^6$ vollst.	$2^{7-1}$ VII	$2^{8-2}$ V	$2^{9-3}$ IV	$2^{10-4}$ IV	$2^{11-5}$ IV	$2^{12-6}$ IV
128					$2^7$ vollst.	$2^{8-1}$ VIII	$2^{9-2}$ VI	$2^{10-3}$ V	$2^{11-4}$ V	$2^{12-5}$ IV

Die römischen Ziffern bezeichnen die so genannte Auflösung. Sie gibt an, wie die Vermengung geartet ist, also welche Art von Wechselwirkungen mit anderen oder mit Faktoren vermengt sind und somit nicht separat berechnet werden können. Die Ausarbeitung und die spätere Auswertung der Versuchspläne erfolgt mit der Statistiksoftware JMP.

## 5.2.2 Aufstellung eines Screening-Versuchsplanes

Als Einflussgrößen, deren Werte als Faktoren im Versuchsplan variiert werden, gelten die in Kapitel 5.1 genannten acht chemischen Additive. Bei einer großen Anzahl an potentiellen Einflussgrößen wird in der Regel auf einen Plan mit geringer Auflösung zurückgegriffen. Für die mit einem Screening-Versuchsplan verfolgten Ziele ist im Allgemeinen ein teilfaktorieller Versuchsplan der Auflösung IV ausreichend, um den Umfang möglichst klein zu halten und dennoch verwertbare Ergebnisse zu erhalten. Versuche der Auflösung III sind als kritisch zu bewerten, da 2-Faktorwechselwirkungen die Effekte der Faktoren verfälschen können, ohne dass ein Hinweis auf die Bedeutung der 2-Faktorwechselwirkungen gegeben wird. Im Extremfall kann eine 2-Faktorwechselwirkung den Effekt eines Faktors umkehren. Versuche der Auflösung III führen nur

dann zu brauchbaren Ergebnissen, wenn die Effekte der 2-Faktorwechselwirkungen deutlich kleiner sind als die Effekte der Faktoren. Versuche der Auflösung IV sind wesentlich weniger kritisch, da 2-Faktorwechselwirkungen nicht die Effekte der Faktoren verfälschen können. 2-Faktorwechselwirkungen sind immer nur mit anderen 2-Faktorwechselwirkungen vermenget. Aus diesem Grund ist es ratsam, soweit möglich, Versuchspläne mit einer Auflösung von mindestens IV zu verwenden. Für Auflösungen  $\geq V$  nimmt die Anzahl der Faktorstufenkombinationen sehr schnell mit der Anzahl der Faktoren zu. Daher können Versuche mit einer Auflösung  $\geq V$  normalerweise nur für bis zu  $k = 6$  Faktoren durchgeführt werden ( $m = 32$ ). Für das angestrebte Ziel, aus vielen Faktoren die wichtigsten zu erkennen (Screening), scheinen Versuche der Auflösung IV sinnvoll zu sein. Erst für genauere Untersuchungen empfehlen sich Versuchspläne mit einer Auflösung von mindestens V /KLE03b/.

**Tabelle 5.2:** Überlagerung von Faktoreffekten (FE) und Faktorwechselwirkungen (FWW) in Abhängigkeit der Auflösung /WEI99/

Auflösung	Effekte		
	überlagert	vernachlässigt	berechenbar
III	FE mit 2-FWW	2-FWW +	FE
IV	FE mit 3-FWW	3-FWW +	FE
V	FE mit 4-FWW 2-FWW mit 3-FWW	3-FWW +	FE, 2-FWW

Tabelle 5.2 zeigt, dass sich mit einem Versuchsplan der Auflösung IV alle Faktoreffekte getrennt voneinander analysieren lassen, wobei die Faktorwechselwirkungen untereinander vermenget sind und nicht getrennt voneinander ausgewertet werden können. Ob Wechselwirkungseffekte bestehen, ist mit einem Versuchsplan der Auflösung IV schon feststellbar, allerdings sind die Wechselwirkungseffekte nicht zwei einzelnen Additiven zuzuordnen. Vielmehr beziehen sich die ermittelten Effektgrößen auf jeweils vier Wechselwirkungseffekte, die miteinander vermenget sind. Für den Fall, dass eine Effektgröße nicht signifikant in ihrer Ausprägung ist, kann der Effekt aller dahinter verborgenen Wechselwirkungseffekte vernachlässigt werden. Im umgekehrten Fall, dass also ein Effekt signifikant ist, können entweder eine, zwei, drei oder alle der vier Wechselwirkungen signifikant sein. In einem solchen Falle muss entschieden werden, in welcher Form die am Effekt beteiligten Stoffe weiter berücksichtigt oder vernachlässigt werden sollen.

Wird in den in Kapitel 5.2.1 erwähnten teilfaktoriellen  $2^{k-p}$ -Plänen für  $k$  der Wert acht und für  $p$  der Wert vier eingesetzt, so wie es Tabelle 5.1 für einen teilfaktoriellen Versuchsplan mit  $k = 8$  Faktoren und einer Auflösung von IV vorsieht, ergibt sich ein Versuchsplan mit 16 Versuchen, der in Tabelle 5.3 dargestellt ist.

**Tabelle 5.3:** Mit der Statistiksoftware JMP generierter Screening-Versuchsplan

Nr.	x 1	x 2	x 3	x 4	x 5	x 6	x 7	x 8	y
1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	
2	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	
3	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	
4	1	1	1	1	1	1	1	1	
5	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	
6	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	
7	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	
8	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	
9	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	
10	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	
11	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	
12	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	
13	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	
14	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	
15	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	
16	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	

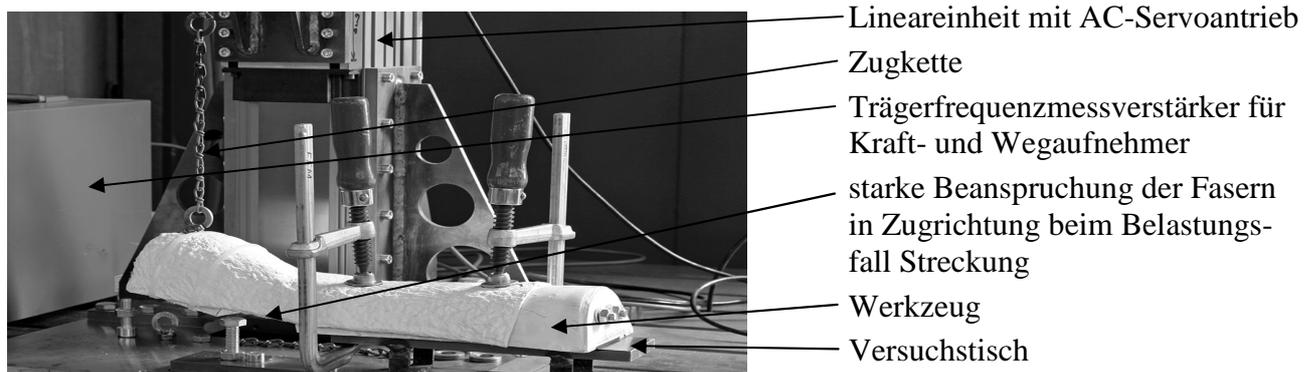
Eine Erläuterung des Versuchsplanes ist in Tabelle 5.4 zu finden.

**Tabelle 5.4:** Erläuterung des Versuchsplanes

x 1	Luresin PR 2201
x 2	Basoplast 2030 LC
x 3	Luresin KS
x 4	Baysize I 18 E (Emulsion)
x 5	Luredur VI
x 6	Empre KPE (Kapitel 5.6.3.1 beachten!)
x 7	HM Polymin
x 8	Aniofax AP 35 (Kapitel 5.6.3.1 beachten!)
y	Versuchsergebnis
-1	chemisches Additiv wird nicht verwendet
1	chemisches Additiv wird in hoher Konzentration zur Fasersuspension hinzugegeben (siehe Tabelle 5.5, Tabelle 5.15 und Tabelle 5.24)

### 5.3 Versuchsobjekte

Grundsätzlich ist für die Gestaltung einer Unterarmorthese die Biegefestigkeit  $\sigma_b$  kennzeichnend, da bei der späteren Anwendung hauptsächlich Biegebelastungen auftreten werden. Diese lassen sich mit der in Bild 5.1 gezeigten Vorrichtung simulieren.



**Bild 5.1:** Messung des Biegemomentes einer Unterarmorthese aus Holzstoff mit einer eigens für diesen Anwendungsfall entwickelten Biegevorrichtung

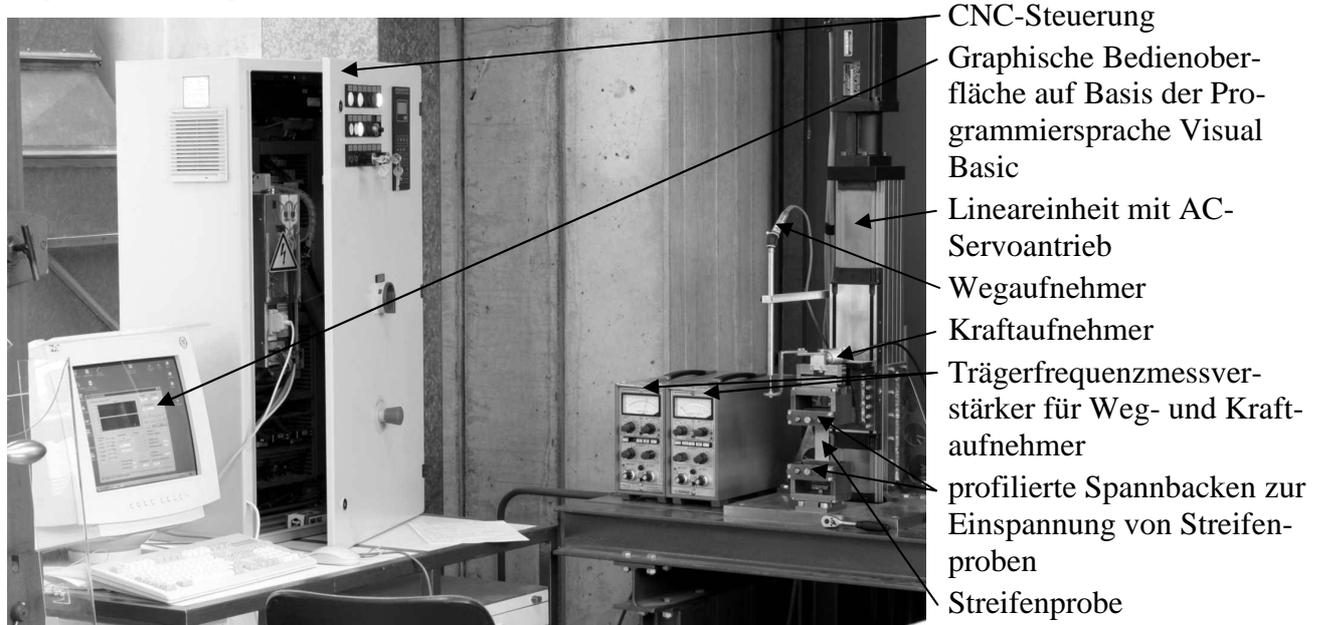
Die in Bild 5.1 dargestellte Biegevorrichtung ermöglicht eine Messung des Biegemomentes  $M_b$  einer Unterarmorthese sowohl bei einer streckenden als auch bei einer beugenden Bewegung der Hand. Der Aufbau der Biegevorrichtung in Bild 5.1 simuliert den Belastungsfall Streckung. Zur Realisierung des Belastungsfalls Beugung wird das Werkzeug mit der darauf befindlichen Orthese um  $180^\circ$  um die Längsachse gedreht und ebenfalls mit Schraubzwingen am Versuchstisch fixiert. Die Augenschraube zur Aufnahme der Zugkette lässt sich dann auf der gegenüberliegenden Seite der vorderen Werkzeughälfte befestigen.

Bei den durchgeführten Biegemomentmessungen stellte sich heraus, dass der Belastungsfall Streckung als der kritischere der beiden Belastungsfälle einzustufen ist. Bei einer beugenden Bewegung der Hand ergaben sich ausnahmslos höhere ertragbare Biegemomente. Grund dafür ist der Umstand, dass beim Beugen deutlich mehr Fasern in Zugrichtung beansprucht werden können als beim Strecken. Folglich werden im weiteren Verlauf dieser Arbeit Biegemomentmessungen ausschließlich für den Belastungsfall Streckung durchgeführt. Eine Umrechnung der gemessenen Biegemomente in Biegefestigkeiten mit Hilfe des Biegewidstandsmomentes  $W_b$  der Orthesen ist nicht erforderlich, da die Literatur für die beanspruchungsgerechte Gestaltung einer Unterarmorthese die wirkenden Biegemomente, die im Handgelenk aufgebracht werden können, als Auslegungskriterium nennt /WIL02/.

Da die Herstellung von Unterarmorthesen für eine große Anzahl durchzuführender Versuche als sehr zeit- und auch kostenintensiv einzustufen ist, soll ein vereinfachtes Versuchsobjekt Verwendung finden, welches weniger aufwendig herzustellen ist und dennoch übertragbare Versuchsergebnisse liefert. Bei einem Versuch, dem nach der Biegemomentprüfung noch unbeschädigten Randbereich einer Orthese eine Streifenprobe zu entnehmen und an dieser eine Zugprüfung mit der in Bild 5.2 dargestellten Versuchseinrichtung durchzuführen, zeigte sich, dass diejenigen Streifenproben hohe Zugfestigkeiten  $\sigma_z$  aufwiesen, die aus denjenigen Orthesen stammten, bei denen große Biegemomente gemessen worden sind.

Aufgrund des existierenden qualitativen Zusammenhangs zwischen der Zugfestigkeit der den Orthesen entnommenen Streifenproben und dem ertragbaren Biegemoment der Orthesen selbst werden im Rahmen der Screening-Versuchsreihen ausschließlich Zugprüfungen an Streifenproben durchgeführt. Die Entscheidung, die Zugfestigkeit als charakteristischen Werkstoffkennwert zu definieren, wird zudem durch das Ergebnis einer durchgeführten Untersuchung unterstützt, in der die Zug- und die Druckfestigkeit an insgesamt 53 unter unterschiedlichen Herstellbedingungen produzierten Streifenproben aus Sekundärfaserstoff, Zellstoff und Holzstoff gemessen wurde. Zur Bestimmung der Druckfestigkeit lässt sich die in Bild 5.2 gezeigte Versuchseinrichtung so umbauen, dass zum einen die profilierten Spannbacken einen geringeren Abstand zueinander aufweisen, um

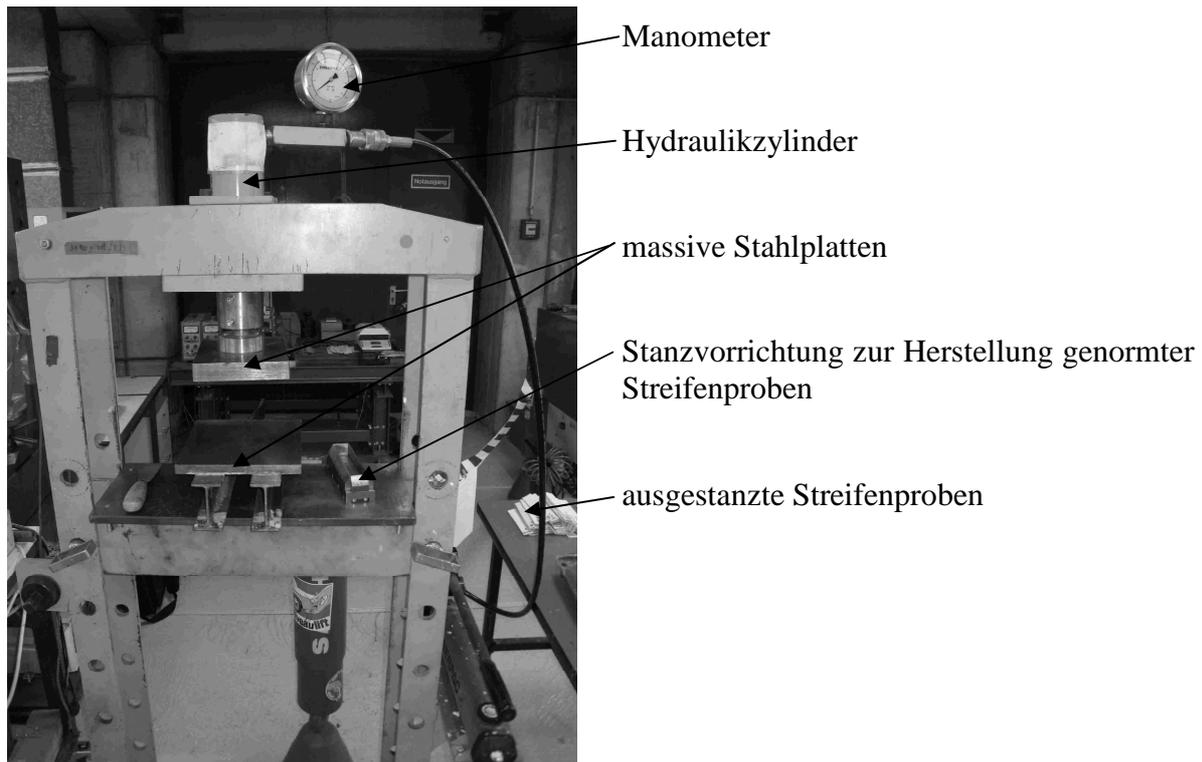
ein Ausknicken der auf Druck beanspruchten Streifenprobe aufgrund einer zu großen freien Einspannlänge unterbinden zu können, und dass zum anderen die Lineareinheit mit AC-Servoantrieb in entgegengesetzter Richtung im Vergleich zu den Zugversuchen verfährt. Bei der Auswertung der Messergebnisse stellte sich heraus, dass sich unabhängig von einer Variation der Herstellparameter, die auch für die an späterer Stelle in dieser Arbeit erstellten Regressionsmodelle von Bedeutung sind, ein Quotient aus Zug- und Druckfestigkeit für alle untersuchten Rohstoffe von näherungsweise 2 ergibt. D. h., bei bekannter Zugfestigkeit kann auf die Druckfestigkeit geschlossen werden, die in guter Näherung einen um die Hälfte kleineren Wert annimmt.



**Bild 5.2:** Versuchseinrichtung zur Ermittlung der Zugfestigkeit von Streifenproben

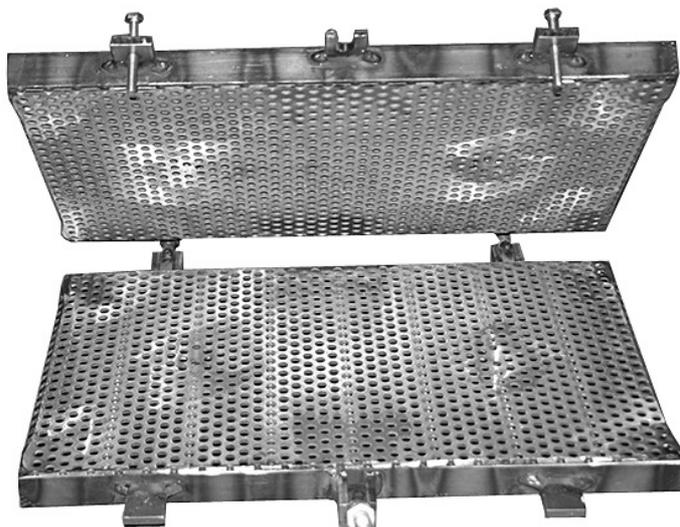
## 5.4 Versuchsablauf

Zur Herstellung der Streifenproben können lediglich die Aufbereitungs- und die Anformstation der in Bild 4.2 dargestellten Faserformversuchsanlage verwendet werden. Für jeden der durchzuführenden Versuche werden mit Hilfe der Aufbereitungsstation die Faserrohstoffe in Fasersuspensionen definierter Konzentrationen überführt, deren Mengen denjenigen entsprechen, die für einen Anformvorgang erforderlich sind. Die Zugabe der chemischen Additive erfolgt dann in der in Tabelle 5.3 angegebenen Kombination. Um das angeformte Faservlies, welches die Kontur der Orthese aufweist, zu einem flachen Werkstück umformen und anschließend verdichten zu können, kann die Pressstation der Faserformversuchsanlage nicht verwendet werden. Stattdessen kommt die in Bild 5.3 gezeigte Hydraulikpresse zum Einsatz, deren Presswerkzeuge aus massiven Stahlplatten bestehen.



**Bild 5.3:** Handbetätigte Hydraulikpresse und Stanzvorrichtung zur Herstellung der Streifenproben

Die verdichteten, ebenen Faservliese werden anschließend in einer speziellen Vorrichtung, die in Bild 5.4 dargestellt ist, in einen Trocknungsofen eingelagert. Danach lassen sich aus den getrockneten Werkstücken mit Hilfe der in Bild 5.3 gezeigten Stanzvorrichtung genormte Streifenproben ausstanzen.



**Bild 5.4:** Trocknungsvorrichtung, die ein Wellen der verdichteten, ebenen Faservliese vermeidet /BAA05/

Nach einer Akklimatisierung in einem Klimaprüfschrank werden die Proben vermessen und mit der in Bild 5.2 zu sehenden Versuchseinrichtung in Zugrichtung mit einer Prüfgeschwindigkeit von 1 mm/min bis zum Zerreißen beansprucht. Mit Hilfe der aufgenommenen Messdaten können Kraft-Weg-Diagramme erstellt werden, aus denen sich unter Zuhilfenahme der zuvor bestimmten Querschnittsflächen  $A$  die Zugfestigkeiten der untersuchten Proben errechnen lassen, die anschließend als Versuchsergebnisse in den in Tabelle 5.3 dargestellten Screening-Versuchsplan eingetragen werden. Bei einer Umrechnung der Kräfte  $F$  in Spannungen  $\sigma$  und der Wege  $s$  in Dehnungen  $\epsilon$  im Bereich der Hooke'schen Geraden können aus den Kraft-Weg-Diagrammen die Zug-E-Moduln

$E_z$  <sup>3)</sup> der Streifenproben berechnet werden. Auch wenn die Kenntnis dieser Materialkonstanten nicht zu den Ergebnissen der Screening-Versuchsreihen zählt, soll im Rahmen der vorliegenden Arbeit dennoch nicht auf eine Ermittlung dieser Größen verzichtet werden.

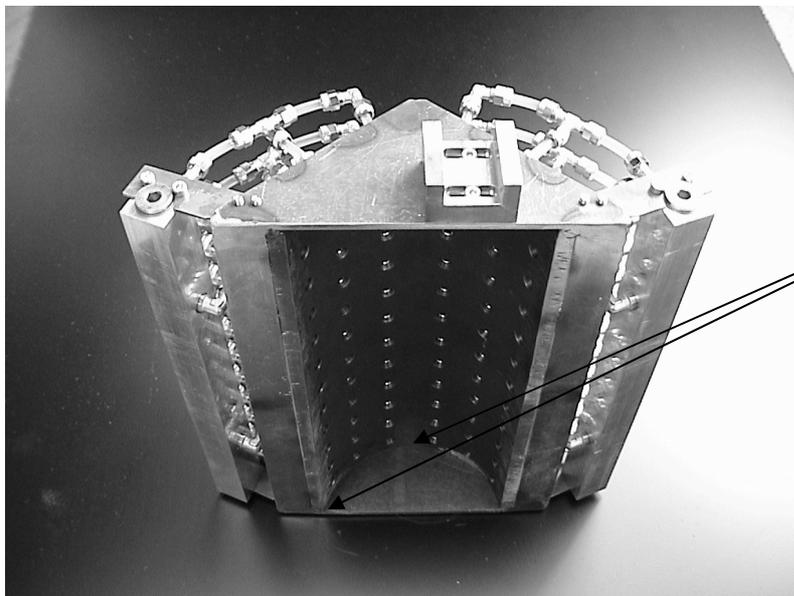
<sup>3)</sup> Aufgrund der existierenden Anisotropie des E-Moduls wird hier vom Zug-E-Modul gesprochen.

## 5.5 Versuchsparameter

Vor der Durchführung der Screening-Versuchsreihen sind zahlreiche Vorversuche mit der Faserformversuchsanlage durchgeführt worden, wobei die in Kapitel 4.2 erläuterten Prozessparameter in Abhängigkeit des verwendeten Rohstoffes variiert wurden. Pro Rohstoff konnten schließlich geeignete Prozessparameter gefunden werden, die zu einem sicheren Ablauf des Faserformprozesses führten und die als Konstanten für die im Rahmen der Screening-Versuchsreihen durchzuführenden Versuche definiert wurden. Eine Angabe der Werte dieser Konstanten ist für das verfolgte Ziel der Screening-Versuchsreihen bedeutungslos, da die Menge hinzuzufügender Additive ausschließlich von der Menge des in der Fasersuspension enthaltenen trockenen Faserstoffes abhängt (siehe Tabelle 5.5, Tabelle 5.15 und Tabelle 5.24).

### 5.5.1 Presskraft

Da das obere Presswerkzeug der Faserformversuchsanlage bauartbedingt keine konstante Flächenpressung auf der Oberfläche der Orthese erzeugen kann (siehe Bild 5.5), ist es nicht möglich, diesen Verdichtungsvorgang mit der in Bild 5.3 gezeigten Hydraulikpresse, die eine konstante Flächenpressung ermöglicht, zu simulieren. Die Presskraft, mit der die Umformung des angeformten Faserliefes zu einem flachen Werkstück und die anschließende Verdichtung erfolgen sollen, wird aus diesem Grund zunächst auf 150 kN festgelegt. Dieser Wert entspricht der Presskraft, die an der Presstation der Faserformversuchsanlage maximal zur Verfügung steht. Bei einem Kolbendurchmesser von 64 mm wird die gewünschte Kraft bei einem Hydraulikdruck von 465 bar erreicht, der sich mit Hilfe eines an der Hydraulikpresse vorhandenen Manometers problemlos einstellen lässt.



ungleichmäßige  
Flächenpressung  
auf der Oberfläche  
der zu verdichten-  
den Orthese

**Bild 5.5:** Oberes Presswerkzeug der Faserformversuchsanlage (hier ohne entsprechende Positivform der herzustellenden Orthese abgebildet)

### 5.5.2 Temperatur und Zeitdauer im Trocknungssofen

Die Temperatur und die Zeitdauer im Trocknungssofen, in den die verdichteten, ebenen Faservliese eingelagert werden, entsprechen den Werten, die im Rahmen der Vorversuche mit der Faserformversuchsanlage als Konstanten für die durchzuführenden Screening-Versuche definiert wurden.

### 5.5.3 Abmessungen der Streifenproben

Die in Bild 5.3 dargestellte Stanzvorrichtung besitzt zwischen ihren Schneiden eine Länge von 100 mm und eine Breite von 30 mm. Die Abmessungen entsprechen denen, die diejenigen Streifenproben aufwiesen, die im Rahmen der in Kapitel 5.3 erwähnten Versuche den nach den Biegemomentprüfungen noch unbeschädigten Randbereichen der Orthesen entnommen wurden.

### 5.5.4 Akklimationisierung im Klimaprüfschrank

Die Lagerung der ausgestanzten Streifenproben über einen längeren Zeitraum von mindestens 48 Stunden im Klimaprüfschrank ist aus zwei Gründen vorteilhaft. Neben der Möglichkeit einer Ausreifung der zugesetzten chemischen Additive, also einer optimalen Entwicklung der Produkteigenschaften, lassen sich die Streifenproben klimatischen Bedingungen aussetzen, denen eine Orthese im Extremfall widerstehen sollte. Zur Ermittlung solcher extremer klimatischer Bedingungen wurde eine Testperson, die eine Orthese trug, solange einer körperlichen Belastung ausgesetzt, bis eine deutlich sichtbare Schweißproduktion einsetzte. Ein zwischen der Polsterung und der Orthese applizierter Temperatur-/Feuchtigkeitsfühler zeigte unmittelbar nach der Belastung eine Temperatur von 35,85 °C und eine Feuchte von 48 % an. Die in diesem Versuch ermittelten Werte wurden für die Einstellung der Temperatur und der relativen Luftfeuchtigkeit im Klimaprüfschrank übernommen. Die Zugprüfung an einer auf diese Umgebungsbedingungen akklimatisierten Streifenprobe simuliert in guter Näherung die Streckbewegung der Hand eines Patienten, der an einem heißen Sommertag eine Orthese trägt.

## 5.6 Festlegung des Versuchsumfangs

Zur Festlegung des Versuchsumfangs dienten die in Kapitel 5.5 erwähnten Vorversuche. Dazu wurden mehrere Streifenproben unter gleichen Bedingungen zunächst ohne Verwendung chemischer Additive hergestellt. In einem zweiten Schritt sind einige der durch den in Kapitel 5.2.2 aufgestellten Versuchsplan vorgeschriebenen Versuche mehrmals unter Berücksichtigung konstanter Prozessparameter durchgeführt worden. Die Messwerte für die Zugfestigkeiten streuten sowohl bei den ohne als auch bei den mit chemischen Additiven hergestellten Streifenproben mit einer Standardabweichung von ca. 1 N/mm<sup>2</sup>. Ziel soll es sein, Effekte von ca. 2 N/mm<sup>2</sup> erkennen zu können. Dazu muss unter Verwendung der Formel

$$N \approx 60 \cdot \left( \frac{s}{\Delta\mu} \right)^2 / \text{KLE03b/} \quad \text{Formel 5.1}$$

ein Versuchsumfang von  $N \approx 15$  realisiert werden.  $s$  bezeichnet die Standardabweichung und nimmt in Formel 5.1 einen Wert von 1 N/mm<sup>2</sup> an (siehe oben). Unter  $\Delta\mu$  wird die Größe eines technologisch relevanten Effektes verstanden, der mit hoher Wahrscheinlichkeit erkannt werden soll, falls er existiert. Diese Größe wird in Formel 5.1 durch den Wert 2 N/mm<sup>2</sup> ausgedrückt (siehe oben).  $N$  gibt schließlich die Gesamtzahl der Einzelversuche an. Da der in Kapitel 5.2.2 aufgestellte Versuchsplan die Durchführung von 16 Einzelversuchen vorschreibt, genügt eine Realisierung ( $n = 1$ ).

## 5.7 Versuchsrohstoffe

Der Einfluss von Zusatzstoffen auf die Festigkeit des fertigen Faserformproduktes soll sowohl bei der Verwendung von Primär-, also Holz- und Zellstoff, als auch bei der Verwendung von Sekundärfaserstoffen, also recycelten Papier- oder Faserformprodukten, untersucht werden. Aus dem Bereich der Papierfabrikation ist bekannt, dass mit Zellstoff die besten Festigkeitseigenschaften erreicht werden können. Die Produktionskosten für Zellstoff sind allerdings sehr hoch, so dass versucht werden sollte, Zellstoff durch einen anderen Rohstoff zu ersetzen. Als günstigere Variante kann Holzstoff angesehen werden, wobei sich Sekundärfaserstoff kostenseitig als noch bessere Wahl herausstellt. Fragwürdig ist allerdings, ob sich mit Sekundärfaserstoffen aufgrund ihrer im Vergleich zu den Primärfaserstoffen schlechteren Qualität (siehe Kapitel 2.1) eine ausreichende Festigkeit für den in dieser Arbeit ausgewählten Demonstrator erzielen lässt. Ebenso dürfen die Aspekte der Hygiene und der fehlenden Weiße der Fasern, auf die in Kapitel 2.3.1.2 ausführlich eingegangen wurde, nicht außer Acht gelassen werden.

Die für die Versuche eingesetzten Faserstoffe sind durch Papierfabriken zur Verfügung gestellt worden. Die entsprechend aufbereiteten Rohstoffe konnten bei den Papierfabriken der laufenden Produktion entnommen werden. Die Primärfaserstoffe, d. h. Holzstoff und Zellstoff stammen von der Papierfabrik Norske Skog Walsum GmbH aus Duisburg. Den Sekundärfaserstoff stellte die Papier- und Kartonfabrik Smurfit Kappa Europa Carton GmbH aus Hoya zur Verfügung. Da es sich sowohl bei den Primär- als auch bei den Sekundärfaserstoffen um organische Materialien in feuchtem Zustand handelt, besteht das Problem des Schimmeln. Um dies zu unterbinden, müssen die Faserstoffe eingefroren und unmittelbar vor Versuchsdurchführung in kleinen Mengen aufgetaut werden.

### 5.7.1 Sekundärfaserstoff

Die Firma Smurfit Kappa Europa Carton GmbH verarbeitet sortiertes bzw. gemischtes Altpapier je nach Rezeptur zu Wellpappenrohpaper und Karton. Bei Wellpappe handelt es sich um ein Verpackungsprodukt. Eine Papierbahn, das sog. Wellpapier, wird zwischen zwei Riffelwalzen hindurchgeführt und mit Druck und Hitze in eine Wellenform gepresst. Dieses Wellpapier wird anschließend ein- oder doppelseitig mit einer glatten Papierbahn, dem Deckenpapier, beklebt. Karton stellt ebenfalls ein Verpackungsprodukt dar. Vereinfacht ist es dickeres Papier. Die flächenbezogene Masse reicht von 150 – 600 g/m<sup>2</sup>. Meist besteht es aus mehreren Lagen, welche im nassen Zustand aufeinander gepresst werden. Dieser Vorgang wird auch „gautschen“ genannt. Bei verschiedenen Qualitäten wird die Oberfläche noch durch einen Strich aus Farbe und/oder Chemikalien veredelt /PAP05a/. Grundsätzlich lässt sich Altpapier in folgende Gruppen einteilen, die sich noch weiter in spezifizierte Untergruppen aufteilen lassen:

- Gruppe 1: Untere Sorten
- Gruppe 2: Mittlere Sorten
- Gruppe 3: Bessere Sorten
- Gruppe 4: Krafthaltige Sorten
- Gruppe 5: Sondersorten

Die Qualität des Altpapiers wird üblicherweise mit Hilfe eines Schlüssels angegeben. Die Sorte 1.01 besagt beispielsweise, dass das Altpapier zunächst in die Gruppe 1 einzustufen ist, die untere Sorten umfasst. Die Ziffern 01 verdeutlichen, dass es sich innerhalb dieser Gruppe um unsortiertes gemischtes Altpapier handelt. Dieses Ziffernsystem ist europaweit standardisiert, und eine entsprechende Sortenliste wird von der Papierindustrie ausgegeben.

Der chemisch ungeladene Sekundärfaserstoff konnte am Ablauf der Maschinenbütte entnommen werden, von der die Fasersuspension direkt in den Konstantteil der Papiermaschine geführt wird. Die Entnahme des Stoffes an der o. g. Stelle besitzt den Vorteil, dass die Fasersuspension noch nicht, wie sonst üblich, mit chemischen Additiven vermischt ist, alle notwendigen Aufbereitungen, wie Reinigung und Mahlung, aber bereits stattgefunden haben. Um die Festigkeitseigenschaften des Rohstoffes nicht zu verschlechtern, wurde auf einen Deinkingprozess verzichtet, bei dem mit Hilfe von Waschchemikalien und/oder Luft alte Druckfarbe aus dem Faserstoff entfernt wird. Ebenso wichtig ist es, darauf zu achten, dass zur Herstellung des Sekundärfaserstoffes nur ein geringer Anteil an Magazinaltpapier verwendet wird. Magazinpapiere enthalten nämlich teilweise einen hohen Farbanteil und sind häufig auch kalandriert worden. Die Farbteilchen wirken wie Füllstoffe, die, wie in Kapitel 2.3.2.1 erläutert, einen negativen Einfluss auf die Festigkeit besitzen. Beim Kalandrieren wird die Papieroberfläche in einem Kalandrierwerk satiniert bzw. geglättet. Das Papier läuft dabei unter Druck durch mehrere beheizte Walzen. Dieser „Bügeleffekt“ verleiht dem Papier zwar Glätte und Glanz, die Festigkeit der Fasern wird durch diese Behandlung allerdings herabgesetzt /PAP05b/. Zur Erzielung hoher Festigkeitseigenschaften empfiehlt es sich also, nur aufgelöste und gemahlene Sekundärfasern zu verwenden, so wie es bei dem für die Versuche zur Verfügung gestellten Rohstoff der Fall ist. Der Mahlgrad ist nämlich ein Maß für die Anzahl an Wasserstoffbindungen, durch die der Faserverbund zusammengehalten wird. Der für die Versuche verwendete Rohstoff besitzt einen Mahlgrad zwischen 45 und 55 SR (Grad Schopper-Riegler) und enthält Altpapier der Sorten

- 1.02 (11,1 %): sortiertes gemischtes Altpapier (Mischung verschiedener Papier- und Pappenqualitäten mit max. 40 % Zeitungen und Illustrierten), 55 SR
- 1.05 (22,2 %): alte Wellpappe-Verpackungen, 50 bis 55 SR
- 4.01 (66,6 %): neue Späne aus Wellpappe, bestehend aus Kraft- oder Testlinern, 45 bis 50 SR /ALT05/.

Ein aus diesen Altpapiersorten bestehender Sekundärfaserstoff wird bei der Firma Smurfit Kappa Europa Carton GmbH zur Herstellung von Wellpappenrohpapier eingesetzt, welches eine möglichst hohe Festigkeit aufweisen soll. Neben dem großen Anteil an Wellpappe in der Altpapierzusammensetzung des Sekundärfaserstoffes ist insbesondere das darin enthaltene, aus Kraft- oder Testlinern bestehende Altpapier für die notwendige Festigkeit verantwortlich. Bei Kraftlinern handelt es sich um Papier mit Flächengewichten ab 120 g/m<sup>2</sup>, das überwiegend aus gebleichtem oder ungebleichtem Sulfatzellstoff besteht und meist für die Deckschicht von Wellpappe verwendet wird. Unter Testlinern ist festes Papier oder Pappe mit Flächengewichten über 125 g/m<sup>2</sup> aus nicht festgelegter Faserstoffzusammensetzung überwiegend aus Altpapier zu verstehen, die meist als glatte Deckbahnen von Wellpappe oder Deckschicht von Vollpappe zum Einsatz kommen /PAP05a/.

### 5.7.1.1 Zugabemengen der chemischen Additive

Tabelle 5.5 stellt die Zugabemengen der chemischen Additive in übersichtlicher Form zusammen.

Es bedeuten:

<sup>4)</sup> Zugabemenge ergibt sich bei  $V_P = 34 \text{ l}$ ,  $c = 0,5 \text{ \%}$  und  $r_{F,Rohst.}^{*)} = 81,33 \text{ \%}$

<sup>\*)</sup> Feuchte des Rohstoffes im Ausgangszustand

<sup>5)</sup> Produkt ist mit anionischer Kartoffelstärke Empre KPE (chemisches Additiv x 6) emulgiert worden

<sup>6)</sup> Degree of Substitution (Substitutionsgrad)

<sup>7)</sup> Erfahrungswert des Herstellers

**Table 5.5:** *Zugabemengen der chemischen Additive*

	<b>chemisches Additiv</b>	<b>Zugabemenge</b>	<b>Empfohlene Herstellerangabe</b>	<b>Zugabemenge bezogen auf den in der Fasersuspension, die pro Anformvorgang benötigt wird, enthaltenen trockenen Faserstoff <sup>4)</sup></b>
<b>x 1</b>	Luresin PR 2201 (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	25,92 g
<b>x 2</b>	Basoplast 2030 LC (schwach kationisch)	1 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 1 % bez. auf otro Stoff	6,48 g
<b>x 3</b>	Luresin KS (kationisch)	6 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 8 % bez. auf otro Stoff	38,88 g
<b>x 4</b>	Baysize I 18 E (Emulsion) <sup>5)</sup> (nicht ionogen)	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, anionische Stärke (DS <sup>6)</sup> : 0,02 bis 0,05); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an anionischer Stärke hinzugeben; 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, anionische Stärke (DS <sup>6)</sup> : 0,03 bis 0,06); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an anionischer Stärke hinzugeben; 0,07 bis 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	1,94 g
<b>x 5</b>	Luredur VI (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	25,92 g
<b>x 6</b>	Empre KPE (anionisch)	1,5 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 1,5 % bez. auf otro Stoff	9,72 g
<b>x 7</b>	HM Polymin (kationisch)	0,25 % bez. auf otro Stoff	0,1 bis 0,25 % bez. auf otro Stoff	1,62 g
<b>x 8</b>	Aniofax AP 35 (anionisch)	42,85 % <sup>7)</sup> bez. auf otro Stoff	42,85 % <sup>7)</sup> bez. auf otro Stoff	277,68 g

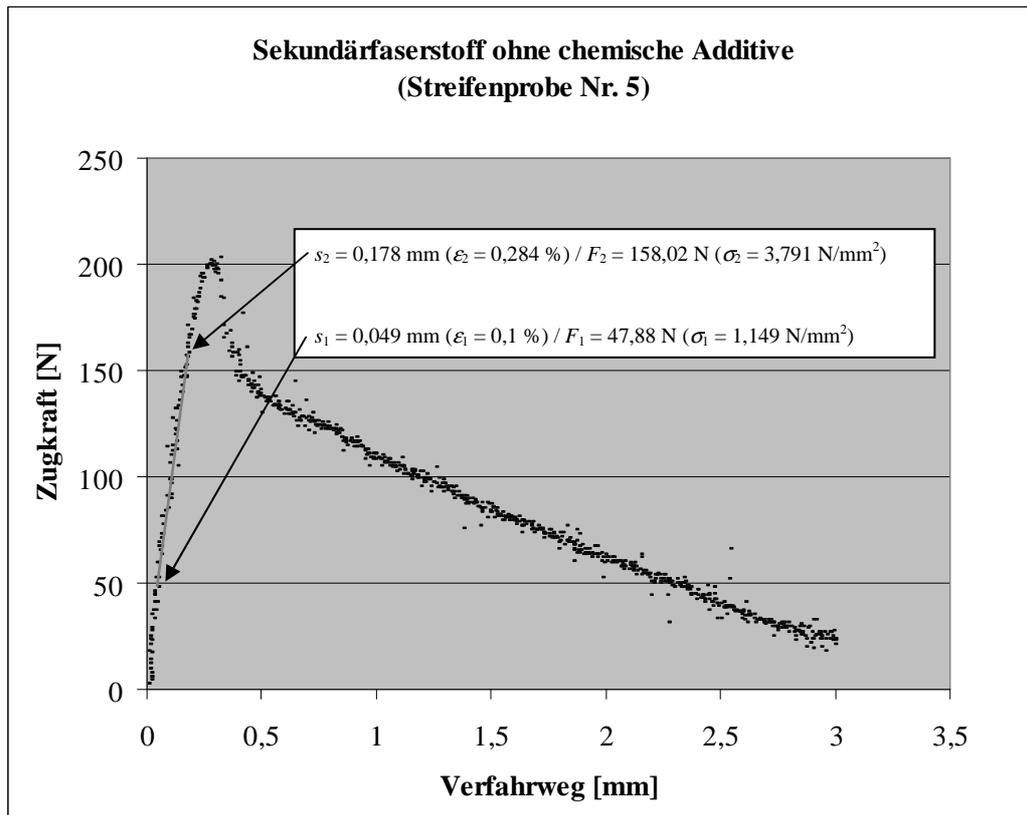
### 5.7.1.2 Versuchsergebnisse

Bild 5.6 zeigt das aus den während der Zugprüfung aufgenommenen Messdaten generierte Kraft-Weg-Diagramm der Streifenprobe Nr. 5, zu deren Herstellung keine chemischen Additive verwendet wurden. Mit Hilfe des Diagramms und der zuvor ermittelten Querschnittsfläche lässt sich mit Hilfe der Formel

$$\sigma_z = \frac{F_{\max}}{A}$$

*Formel 5.2*

eine Zugfestigkeit von 4,871 N/mm<sup>2</sup> errechnen (siehe Tabelle 5.6).



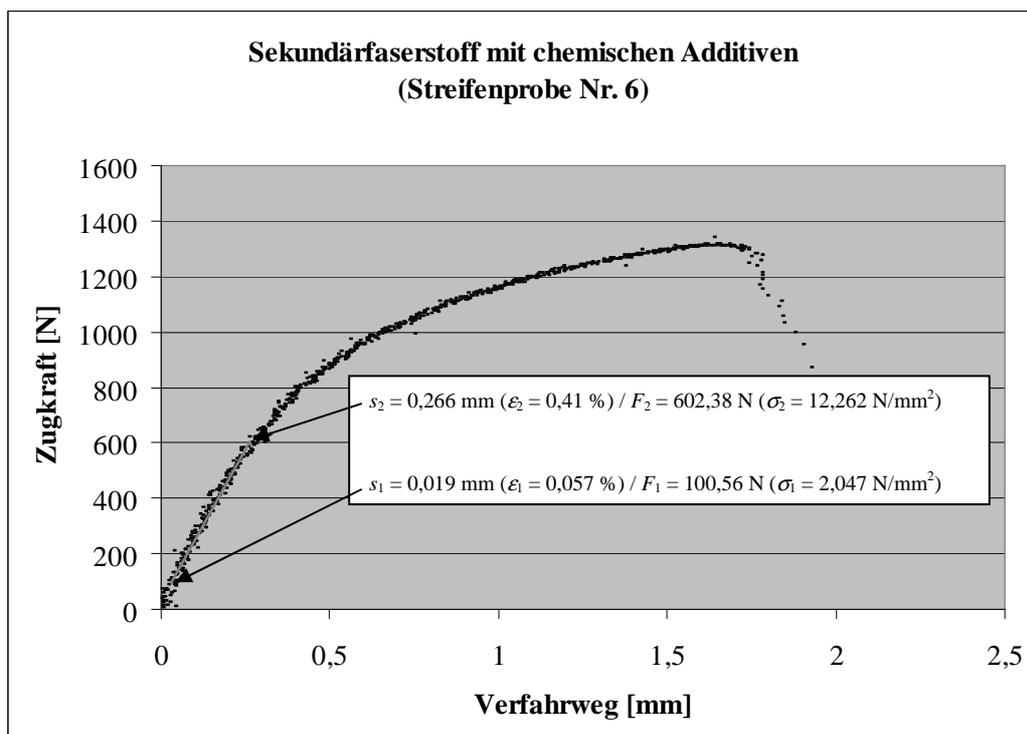
**Bild 5.6:** Kraft-Weg-Diagramm der Sekundärfaserstoffprobe Nr. 5 ohne chemische Additive

Das in Bild 5.7 zu sehende Kraft-Weg-Diagramm der Streifenprobe Nr. 6 demonstriert eindrucksvoll die festigkeitssteigernde Wirkung der zugegebenen chemischen Additive. Mit einem Wert von 27,312 N/mm<sup>2</sup> beträgt die Zugfestigkeit das 5,6fache derjenigen der ohne Additive hergestellten Streifenprobe.

**Tabelle 5.6:** Zugfestigkeiten der Streifenproben

Nr.	$d^{8)}$ [mm]	$b^{9)}$ [mm]	$A$ [mm <sup>2</sup> ]	$F_{\max}^{10)}$ [N]	$\sigma_z$ [N/mm <sup>2</sup> ]
1	1,785	30,150	53,818	865,740	16,086
2	1,548	30,200	46,750	1106,120	23,660
3	1,833	30,150	55,265	1398,210	25,300
4	1,908	30,100	57,431	1302,450	22,679
5	1,387	30,050	41,679	203,030	4,871
6	1,643	29,900	49,126	1341,710	27,312
7	1,867	30,175	56,337	1109,950	19,702
8	1,217	30,000	36,510	350,510	9,600
9	2,002	29,950	59,960	1008,440	16,819
10	1,577	29,975	47,271	785,300	16,613
11	1,923	30,350	58,363	952,890	16,327
12	1,417	30,100	42,652	1023,760	24,003
13	1,992	30,000	59,760	853,290	14,279
14	1,415	29,900	42,309	889,690	21,028
15	0,978	30,150	29,487	316,030	10,718
16	1,623	30,000	48,690	663,670	13,631

8) arithmetischer Mittelwert der mit Hilfe einer Mikrometerschraube an drei Stellen gemessenen Dicke der Probe  
 9) mit Hilfe eines Messschiebers gemessene Breite der Probe  
 10) maximale Zugkraft zum Zeitpunkt des Bruches der Probe



**Bild 5.7:** Kraft-Weg-Diagramm der Sekundärfaserstoffprobe Nr. 6 mit den chemischen Additiven x 2, x 3, x 4 und x 5

Da Sekundärfaserstoff ungeladen ist, nehmen chemische Additive sowohl mit anionischem als auch mit kationischem Charakter Einfluss auf die Eigenschaften des Rohstoffes. Zum besseren Verständnis soll die Wirkung der zur Streifenprobe Nr. 6 hinzugefügten chemischen Additive im Folgenden erläutert werden.

Eine traditionelle Papiermacherchemikalie ist Aluminiumsulfat, auch Alaun genannt, welches als Fixiermittel fungiert. Denselben Zweck erfüllt auch Polyvinylamin. Ein chemischer Stoff dieser Art wird von der Firma BASF Aktiengesellschaft unter dem Namen Luredur VI vertrieben, der in der vorliegenden Screening-Versuchsreihe als Chemikalie x 5 zum Einsatz kommt. Aufgrund des kationischen Charakters zieht er laut Herstellerangabe substantiv auf Zellstoff auf und damit auch auf den hier untersuchten Sekundärfaserstoff, da dieser ebenso wie Zellstoff ungeladen ist. Luredur VI kann für alle Papierqualitäten als Verfestiger verwendet werden. Als willkommener Nebeneffekt verbessern sich die Retention und die Entwässerung. Die verfestigende Wirkung lässt sich durch die Anwesenheit anionischer Substanzen zusätzlich verstärken /LUR04/.

Eine anionische Substanz wird in Form des Kartoffelstärkephosphatesters Empre KPE von der Firma Emsland-Stärke GmbH bereitgestellt, die in Kombination mit Alaun (Chemikalie x 5) oder Polyaluminiumchlorid die mechanischen Festigkeitseigenschaften des Endproduktes erhöht /EMP99/. Das chemische Additiv Empre KPE ist notwendig, damit die in dieser Screening-Versuchsreihe eingesetzte Chemikalie x 4 emulgiert werden kann. Die Chemikalie x 4 wird durch das von der Firma Lanxess hergestellte Neutralleimungsmittel Baysize I 18 E gebildet. Basis dieser nicht ionogenen Chemikalie ist Alkenylbernsteinsäureanhydrid. Sie lässt sich ideal einsetzen, um mit preisgünstigen Rohstoffen geringer Ausgangsfestigkeit hohe Festigkeitswerte zu erzielen. Darüber hinaus kann der Mahlgrad des Rohstoffes niedriger und die Anzahl der Füllstoffe höher ausfallen. Zusätzlich bewirkt die Chemikalie eine Verbesserung der Retention /BAY05a/.

Wichtig für die Festigkeit von nassem wie auch trockenem Papier ist der Einsatz von Nassfestmitteln. Diese umhüllen die Faserkreuzungspunkte und verhindern das Eindringen von Wasser in diese Punkte. Die Bindungen zwischen den Fasern lassen sich dann nicht mehr durch Wasser lösen. Harze auf der Basis von Polyamidoamin-Epichlorhydrin bewirken genau diesen Effekt. Die verwendete Chemikalie x3, welche von der Firma BASF Aktiengesellschaft unter dem Namen Luresin KS vertrieben wird, ist ein Polymer auf Basis eines formaldehydfreien Polyamidoamin-Epichlorhydrinharzes. Aufgrund der kationischen Ladung zieht das Produkt substantiv auf Zellstoff auf und damit auch auf den hier untersuchten Sekundärfaserstoff. Auch wenn in den Herstellerangaben darauf hingewiesen wird, dass höhere Alaunzusätze die Wirksamkeit des Produktes herabsetzen, muss festgehalten werden, dass die in Tabelle 5.5 angegebene Zugabemenge für die Chemikalie x 5, die wie Alaun wirkt, offenbar nicht groß genug ist, um einen negativen Einfluss auf die Chemikalie x 3 zu nehmen. Die Streifenprobe Nr. 6, in der u. a. die chemischen Additive x 3 und x 5 enthalten sind, bestätigt diese Aussage insofern eindeutig, als dass sie die höchste Zugfestigkeit aller untersuchten Proben aufweist. Unabhängig von der Anwesenheit der Chemikalie x 5 bewirkt das Produkt Luresin KS eine Erhöhung der Trockenfestigkeit und eine Verbesserung der Retention /LUR06/.

Um zu verhindern, dass Wasser in Faserprodukte, die aufgrund ihres hydrophilen Charakters leicht benetz- und quellbar sind, ungehindert eindringen kann, wird die Fasersuspension mit Leim versetzt. Das Vorhandensein eines Fixiermittels, in diesem Falle Chemikalie x 5, unterstützt die Bindung der Leimstoffe an die Fasern zusätzlich. Gut als Leimungsmittel eignen sich Alkylketendimere, die mit den OH-Gruppen der Fasern teilweise echte kovalente Bindungen eingehen. Ein Mittel auf Basis von Alkylketendimeren vertreibt die Firma BASF Aktiengesellschaft unter dem Namen Basoplast 2030 LC, welches in der vorliegenden Screening-Versuchsreihe als Chemikalie x 2 ein-

gesetzt wird. Diese schwach kationische Fettalkyldiketen-Dispersion eignet sich sehr gut zur Leimung von Altpapier und ungebleichten Sorten und damit auch von Sekundärfaserstoff /BAS05/.

Die sehr hohe Zugfestigkeit der Streifenprobe Nr. 6 von 27,312 N/mm<sup>2</sup> resultiert also einerseits aus der positiven Wirkung der einzelnen, dieser Probe hinzugefügten chemischen Additive und andererseits aus der guten Konstellation der bei dieser Probe eingesetzten Chemikalien, deren Wirkung durch die Anwesenheit eines anderen Stoffes teilweise verstärkt wird. Für die Streifenproben Nr. 2, Nr. 3, Nr. 4, Nr. 12 und Nr. 14 lässt sich bzgl. der dort verwendeten Chemikalien und deren Zusammenstellung eine ähnliche Aussage tätigen (siehe Tabelle 5.6).

Wie in Kapitel 5.4 erwähnt, soll neben der Bestimmung der Zugfestigkeiten der untersuchten Streifenproben auch eine Ermittlung der Zug-E-Moduln erfolgen. Wie in den Kraft-Weg-Diagrammen der Streifenproben Nr. 5 und Nr. 6 zu sehen ist, sind die Kräfte und die Wege am Anfang und am Ende der Hooke'schen Geraden in Spannungen und Dehnungen umgerechnet worden. Die Tatsache, dass der in den Diagrammen gekennzeichnete lineare Hooke'sche Bereich nicht durch eine Gerade durch den Koordinatenursprung beschrieben wird, ist charakteristisch für einen Faserformwerkstoff, bei dem sich ein progressives Einschwingverhalten in den linearen Bereich beobachten lässt. Mit Hilfe der Formel

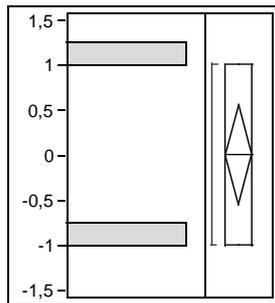
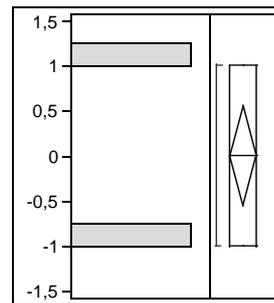
$$E_z = \frac{\Delta\sigma}{\Delta\varepsilon} = \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\varepsilon_2 - \varepsilon_1} \quad \text{Formel 5.3}$$

können aus den in den Bildern 5.6 und 5.7 angegebenen Spannungen und Dehnungen die Zug-E-Moduln der Streifenproben Nr. 5 und Nr. 6 berechnet werden. Diese nehmen Werte von 1.433,050 N/mm<sup>2</sup> für die Streifenprobe Nr. 5 und 2.892,833 N/mm<sup>2</sup> für die Streifenprobe Nr. 6 an. Der mehr als doppelt so große Wert der Streifenprobe Nr. 6 zeigt, dass die zugegebenen chemischen Additive nicht nur eine Erhöhung der Festigkeit herbeiführen, sondern auch einen positiven Einfluss auf die Steifigkeit nehmen.

### 5.7.1.3 Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP

Der erste Schritt bei der Auswertung einer Screening-Versuchsreihe ist der Nachweis der sog. Ausgeglichenheit eines Versuchs /SAL05/. Zu diesem Zweck empfiehlt es sich, die Verteilung aller Einflussgrößen zu analysieren. Unter Zuhilfenahme der Bilder 5.8 und 5.9 lässt sich eine Beurteilung der Verteilung exemplarisch für die ersten beiden Einflussgrößen (chemische Additive x 1 und x 2) vornehmen. Dazu interessieren in erster Linie nur die in den beiden Bildern oben dargestellten Histogramme. Die sich an die Histogramme anschließenden sog. Quantiltabellen (Quantiles) und Momenttabellen (Moments) sind für die Verteilungen (Distributions) der Einflussgrößen von untergeordneter Bedeutung, so dass auf deren Inhalt an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden soll.

Die beiden waagerechten Säulen, welche die Verteilung der Niveaus der Einflussgrößen (-1 und 1) darstellen, sind identisch in jedem der dargestellten Histogramme. So wurde beispielsweise das chemische Additiv x 1 in der einen Hälfte der insgesamt 16 durchgeführten Versuche nicht und in der anderen Hälfte in der in Tabelle 5.5 angegebenen Zugabemenge der Fasersuspension hinzugefügt. Die Einflussgröße besitzt folglich gleich häufig das Niveau -1 und 1. Bei einer Aufteilung dieser Stichprobe in zwei Hälften ergibt sich ein Wert von Null, der symbolisch durch die waagerechte Linie innerhalb des Rechtecks am rechten Rand des Histogramms angezeigt wird. Für die anderen, hier nicht aufgeführten Einflussgrößen lassen sich bzgl. ihrer Verteilungen identische Aussagen treffen, so dass insgesamt von einer Ausgeglichenheit des Versuchsplans gesprochen werden kann.

**Distributions x 1****Distributions x 2****Quantiles**

100.0%	maximum	1,000
99.5%		1,000
97.5%		1,000
90.0%		1,000
75.0%	quartile	1,000
50.0%	median	0,000
25.0%	quartile	-1,000
10.0%		-1,000
2.5%		-1,000
0.5%		-1,000
0.0%	minimum	-1,000

100.0%	maximum	1,000
99.5%		1,000
97.5%		1,000
90.0%		1,000
75.0%	quartile	1,000
50.0%	median	0,000
25.0%	quartile	-1,000
10.0%		-1,000
2.5%		-1,000
0.5%		-1,000
0.0%	minimum	-1,000

**Moments**

Mean	0
Std Dev	1,0327956
Std Err Mean	0,2581989
upper 95% Mean	0,5503379
lower 95% Mean	-0,550338
N	16

Mean	0
Std Dev	1,0327956
Std Err Mean	0,2581989
upper 95% Mean	0,5503379
lower 95% Mean	-0,550338
N	16

**Bild 5.8:** Verteilung der Chemikalie x 1**Bild 5.9:** Verteilung der Chemikalie x 2

Die in dieser Arbeit verwendete Statistiksoftware JMP bietet zahlreiche Möglichkeiten, den Zusammenhang zwischen Versuchsparametern (Einflussgrößen) und Messwerten (Ergebnisgrößen) durch ein mathematisches Modell zu beschreiben. Für die Auswertung einer Screening-Versuchsreihe, bei der experimentelle Daten vieler Einflussgrößen aus einer geringen Anzahl an Beobachtungen zu analysieren sind, empfiehlt sich der Einsatz der Methode der kleinsten Quadrate. Die Methode der kleinsten Quadrate, bezeichnender die Methode der kleinsten Fehlerquadrate (Least Squares Method oder Standard Least Squares) ist ein gängiges mathematisches Standardverfahren zur Ausgleichsrechnung. Ausgangspunkt ist eine gegebene Wolke aus Datenpunkten, die physikalische Messwerte, wirtschaftliche Größen usw. repräsentieren können. In diese Punktwolke gilt es, eine möglichst genau passende, parameterabhängige Modellkurve zu legen. Dazu werden die Parameter dieser Kurve numerisch bestimmt, indem die Summe der quadratischen Abweichungen der Kurve von den beobachteten Punkten minimiert wird /SAL05/.

Um eine Aussage über die Güte der Modellanpassung tätigen zu können, werden sog. Summary of Fit-Tabellen erstellt (siehe Tabelle 5.7).

**Tabelle 5.7:** *Summary of Fit*

RSquare	1
RSquare Adj	.
Root Mean Square Error	.
Mean of Response	17,66425
Observations (or Sum Wgts)	16

Summary of Fit-Tabellen dienen dazu, statistische Maßzahlen der Ergebnisgröße unter Verwendung eines mehrfachen Regressionsmodells aufzuzeigen. Unter dem Wert RSquare, häufig auch Bestimmtheitsmaß  $R^2$  genannt, ist das Quadrat der Wechselbeziehung zwischen der tatsächlichen und der vorhergesagten Ergebnisgröße zu verstehen. Er wird ermittelt, indem der Quotient aus der Summe der Quadrate der Differenzen zwischen der angepassten und der tatsächlichen Ergebnisgröße unter Einbezug der sog. Model- und C. Total-Freiheitsgrade gebildet wird.

$$\text{RSquare} = \frac{\text{Sum of Squares (Model)}}{\text{Sum of Squares (C. Total)}} \quad \text{Formel 5.4}$$

Auf die Begriffe Model- und C. Total-Freiheitsgrade wird im Rahmen der Ausführungen zu Tabelle 5.8 detailliert eingegangen. Ein RSquare von Eins entsteht, wenn eine perfekte Modellbildung vorliegt und alle Fehler Null sind. Die Standardabweichung der Störung (Root Mean Square Error), auf deren Erläuterung an dieser Stelle verzichtet werden soll, nimmt dann ebenfalls einen Wert von Null an. Ein RSquare von Null bedeutet, dass die Vorhersage der Ergebnisgröße durch das gebildete Modell gleichzusetzen ist mit einer einfachen Mittelwertbildung der Daten des Versuchsergebnisses. Der Wert Mean of Response bezeichnet den Mittelwert der erhaltenen Messwerte. Hinter dem Begriff Observations verbirgt sich die Anzahl der Beobachtungen bzw. Messwerte /JMP02b/.

Die Tatsache, dass nicht alle numerischen Größen sowohl in Tabelle 5.7 als auch in den folgenden Tabellen explizit angegeben werden können, resultiert aus einer zu großen Anzahl an Parametern, die in die Bildung des Modells einfließen sollen. Für die Auswertung einer Screening-Versuchsreihe, mit der lediglich das in Kapitel 5.2.1 definierte Ziel verfolgt werden soll, ist dieser Umstand jedoch nicht weiter von Bedeutung.

Zur übersichtlichen Darstellung grundlegender, zu berechnender Größen, die zur Bildung eines linearen Modells erforderlich sind, werden sog. Analysis of Variance-Tabellen erstellt (siehe Tabelle 5.8).

**Tabelle 5.8:** *Analysis of Variance*

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	15	578,90295	38,5935	.
Error	0	0,00000	.	Prob > F
C. Total	15	578,90295		.

Zur Erstellung eines Grundlagenmodells wird der C. Total-Freiheitsgrad verwendet. Er lässt sich berechnen, indem von der Anzahl der Beobachtungen bzw. Messwerte der Wert 1 subtrahiert wird. Dies ist erforderlich, um eine Abschätzung des Mittelwertes vornehmen zu können. Folglich bleiben in dem hier vorliegenden Fall 15 Freiheitsgrade übrig. Der C. Total-Freiheitsgrad lässt sich in den bereits erwähnten Model- und in den sog. Error-Freiheitsgrad aufteilen. Der Model-Freiheitsgrad ist die Summe der Freiheitsgrade der Einflussgrößen und deren Wechselwirkungen, also die Anzahl der Parameter mit Ausnahme des y-Achsenabschnitts, die in die Anpassung des Modells einfließen. Der Freiheitsgrad einer Einflussgröße errechnet sich dabei durch Subtraktion

des Wertes 1 von der Anzahl der Niveaus, die die Einflussgröße besitzt. Der Freiheitsgrad einer Wechselwirkung lässt sich durch Multiplikation der Freiheitsgrade der wechselwirkenden Einflussgrößen ermitteln. Bei einer Anzahl von 8 Einflussgrößen, 7 Wechselwirkungen (siehe Tabelle 5.9) und 2 Niveaus je Einflussgröße (-1 und 1) ergibt sich in dem hier vorliegenden Fall ein Model-Freiheitsgrad von 15. Der Error-Freiheitsgrad stellt schließlich die Differenz zwischen dem C. Total- und dem Model-Freiheitsgrad dar /JMP02b/.

In der Spalte Sum of Squares ist die Summe der Quadrate der Differenzen zwischen der angepassten und der tatsächlichen Ergebnisgröße angegeben. Unter dem Begriff C. Total Sum of Squares ist die Summe der quadrierten Abstände jeder Ergebnisgröße vom Stichprobenmittelwert und damit das Grundlagenmodell bzw. das einfache Durchschnittsmodell, welches für einen Vergleich mit anderen Modellen herangezogen wird, zu verstehen. Der Ausdruck Error Sum of Squares entsteht schließlich durch Subtraktion der Model Sum of Squares von den Total Sum of Squares. Wird die Summe der Quadrate durch den entsprechenden, in Tabelle 5.8 aufgeführten Freiheitsgrad geteilt, so entsteht der Ausdruck Mean Square. Die Größe F Ratio, die die Hypothese testet, dass alle Parameter außer des y-Achsenabschnitts Null sind und die sich berechnen lässt, indem der Quotient aus Mean Square Model und Mean Square Error gebildet wird, erlaubt eine Beurteilung der Leistungsfähigkeit der dem Modell zugrunde liegenden mathematischen Funktion /JMP02b/.

Die in dem linearen Modell enthaltenen, abgeschätzten Parameter sind in der ersten Spalte der Tabelle 5.9 aufgeführt.

**Tabelle 5.9: Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	17,66425	.	.	.
x1	-0,3365	.	.	.
x2	0,870125	.	.	.
x3	1,810375	.	.	.
x4	3,890375	.	.	.
x5	0,555875	.	.	.
x6	1,68075	.	.	.
x7	1,08025	.	.	.
x8	-0,64725	.	.	.
x1*x2	-1,301375	.	.	.
x1*x3	-1,218375	.	.	.
x1*x4	0,634875	.	.	.
x1*x5	-2,208875	.	.	.
x1*x6	-0,78475	.	.	.
x1*x7	-0,6485	.	.	.
x1*x8	1,63775	.	.	.

Der erste Parameter ist stets der y-Achsen-Abschnitt (Intercept) der dem Modell zugrunde liegenden mathematischen Gleichung /JMP02b/. Die nächsten acht Parameter (x 1 bis x 8) sind die verwendeten chemischen Additive. In Kapitel 5.2.2 wurde erwähnt, dass sich mit einem Versuchsplan der Auflösung IV alle Faktoreffekte (FE) getrennt voneinander analysieren lassen und dass die Faktorwechselwirkungen (FWW) untereinander vermengt sind. Auch wenn sich die Faktorwechselwirkungen nicht getrennt voneinander auswerten lassen, soll zumindest überprüft werden, ob Wechselwirkungseffekte bestehen. Dazu ist es erforderlich, jeweils zwei durch die Werte 1 und -1 beschriebene Spalten aus dem in Tabelle 5.3 aufgeführten Versuchsplan in jeder Kom-

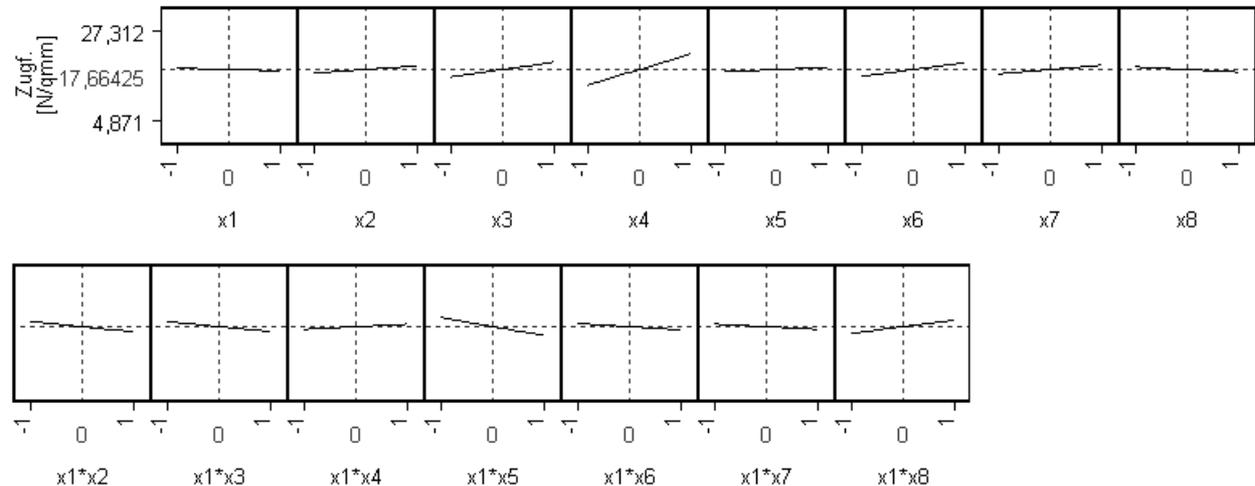
binationsmöglichkeit miteinander zu multiplizieren, wobei lediglich diejenigen Produktpalten von Interesse sind, die identische Einträge aufweisen /KLE03b/. Tabelle 5.10 zeigt das Ergebnis in übersichtlicher Form. Die Multiplikation der in den Zeilen der Tabelle angegebenen Spalten des Versuchsplanes ergibt jeweils gleiche Ergebnisse.

**Tabelle 5.10:** Zeilenweise gleiche Ergebnisse bei der Multiplikation der Werte in den angegebenen Spalten des Versuchsplanes

$x_1 * x_2$	$x_3 * x_8$	$x_4 * x_7$	$x_5 * x_6$
$x_1 * x_3$	$x_2 * x_8$	$x_4 * x_6$	$x_5 * x_7$
$x_1 * x_4$	$x_2 * x_7$	$x_3 * x_6$	$x_5 * x_8$
$x_1 * x_5$	$x_2 * x_6$	$x_3 * x_7$	$x_4 * x_8$
$x_1 * x_6$	$x_2 * x_5$	$x_3 * x_4$	$x_7 * x_8$
$x_1 * x_7$	$x_2 * x_4$	$x_3 * x_5$	$x_6 * x_8$
$x_1 * x_8$	$x_2 * x_3$	$x_4 * x_5$	$x_6 * x_7$

Zur Erkennung von Wechselwirkungseffekten reicht es demnach aus, eine Spalte der Tabelle 5.10 zusätzlich zu den Einflussgrößen ( $x_1$  bis  $x_8$ ) als Parameter aufzunehmen. Wie aus Tabelle 5.9 ersichtlich ist, wurde die erste Spalte ausgewählt. Die zweite Spalte der Tabelle 5.9 listet schließlich die Werte der abgeschätzten Parameter auf, die die Koeffizienten des linearen Modells sind, das auf der Methode der kleinsten Fehlerquadrate basiert /JMP02b/.

Der in Bild 5.10 dargestellte Prediction Profiler ermöglicht eine Beobachtung der Wirkung auf die vorhergesagte Ergebnisgröße für den Fall, dass die Einstellung eines Parameters verändert wird, während die anderen Parameter konstant auf ihren momentanen Werten gehalten werden.



**Bild 5.10:** Prediction Profiler

Die Linie, die die Niveaus eines Parameters verbindet, wird als sog. Vorhersage- oder Einflusslinie bezeichnet. Das momentane Niveau bzw. die momentane Einstellung eines Parameters werden durch den Wert oberhalb des jeweiligen Parameters und durch die vertikale gestrichelte Linie angezeigt. Die horizontale gestrichelte Linie markiert für die momentane Einstellung der Parameter den vorhergesagten Wert der Ergebnisgröße. Die Niveaus eines Parameters sind durch die Werte -1 und 1 dargestellt. Die Software gestattet es, jede vertikale gestrichelte Linie zu verschieben, um die Einstellung eines Parameters zu ändern. Die vorhergesagte Ergebnisgröße wird automatisch neu berechnet, und die Vorhersagelinien werden bzgl. ihrer Verläufe angepasst. Die in Bild 5.10 dargestellten Vorhersagelinien deuten auf einen höheren Wert der Ergebnisgröße hin, wenn die chemi-

schen Additive x 3, x 4 und x 6 hinzugegeben werden. Eine Veränderung der Einstellungen dieser Parameter in Richtung der Niveaus 1 führt also zu einer höheren Zugfestigkeit. Die Wichtigkeit eines Parameters lässt sich in gewissem Maße anhand der Steigung der Vorhersagelinie beurteilen /JMP02b/.

Eine Schätzung des Standardfehlers (Std Error), unter dem eine Abschätzung der Standardabweichung der Verteilung eines Parameterschätzers zu verstehen ist und der zur Erstellung sog. t-Tests sowie zur Bildung von Vertrauensbereichen für einen Parameter verwendet wird /JMP02b/, ermöglicht die Methode nach Lenth (siehe Tabelle 5.11). Diese Schätzung, auch Pseudo-Standardfehler (pseudo standard error) genannt, lässt sich berechnen, indem der 1,5-fache Median der Beträge der Parameterschätzungen gebildet wird, wobei diejenigen Parameterschätzungen, die größer als der 3,75-fache Median der Beträge der Parameterschätzungen sind, unberücksichtigt bleiben /JMP02b/. Eine Erläuterung des Begriffes Median erfolgt an geeigneterer Stelle in Kapitel 7.2.3.

***Tabelle 5.11: Effect Screening***

The parameter estimates have equal variances. The parameter estimates are not correlated.

	Lenth PSE
t-Test Scale	6,4815

Tabelle 5.11 gibt für einen t-Test den Pseudo-Standardfehler an. Unter einem t-Test wird ein Hypothesentest verstanden, mit dessen Hilfe sich Annahmen über den Erwartungswert einer oder mehrerer Grundgesamtheiten mit nicht bekannter Standardabweichung überprüfen lassen. Seinen Einsatz findet der t-Test vornehmlich im Zusammenhang mit Regressionsanalysen, in denen er dazu benutzt wird, um jede unabhängige Variable einzeln auf ihre Signifikanz zu untersuchen /STA09a/.

Neben einer Bestimmung des Pseudo-Standardfehlers liefert das sog. Effect Screening (siehe Tabelle 5.11) auch eine Aussage über die Korrelation der geschätzten Parameter und deren Varianzen. Da die meisten Rückschlüsse über die Größe eines Effektes zunächst auf der Tatsache basieren, dass die Schätzungen nicht korrelieren und identische Varianzen besitzen, ist eine entsprechende Überprüfung unumgänglich. In dem hier vorliegenden Fall korrelieren die Parameterschätzungen nicht und besitzen identische Varianzen. Dies trifft für teilfaktorielle und viele klassische experimentelle Versuchspläne zu. Dennoch existieren einige Versuchspläne, für die diese Aussage nicht gilt. Für den Fall, dass die Schätzungen korrelieren und/oder unterschiedliche Varianzen besitzen, muss eine sog. normalisierende Transformation durchgeführt werden. Durch die Verwendung sog. standardisierter und/oder orthogonalisierter Schätzungen lassen sich dann identische Varianzen bzw. eine nicht mehr vorhandene Korrelation herbeiführen.

Tabelle 5.12 beinhaltet verschiedene statistische Kenngrößen sowie unterschiedliche Abschätzungen der Parameter, die im Folgenden erläutert werden sollen.

**Table 5.12: Parameter Estimate Population**

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	17,6642	10,9013	17,6642	10,9013	<,0001
x1	-0,3365	-0,2077	-0,3365	-0,2077	0,8383
x2	0,8701	0,5370	0,8701	0,5370	0,5992
x3	1,8104	1,1173	1,8104	1,1173	0,2815
x4	3,8904	2,4009	3,8904	2,4009	0,0298
x5	0,5559	0,3431	0,5559	0,3431	0,7363
x6	1,6808	1,0373	1,6808	1,0373	0,3160
x7	1,0803	0,6667	1,0803	0,6667	0,5151
x8	-0,6472	-0,3994	-0,6472	-0,3994	0,6952
x1*x2	-1,3014	-0,8031	-1,3014	-0,8031	0,4344
x1*x3	-1,2184	-0,7519	-1,2184	-0,7519	0,4637
x1*x4	0,6349	0,3918	0,6349	0,3918	0,7007
x1*x5	-2,2089	-1,3632	-2,2089	-1,3632	0,1929
x1*x6	-0,7847	-0,4843	-0,7847	-0,4843	0,6352
x1*x7	-0,6485	-0,4002	-0,6485	-0,4002	0,6946
x1*x8	1,6378	1,0107	1,6378	1,0107	0,3282

In der Spalte Original erfolgt eine Auflistung der Parameterschätzungen für das angepasste lineare Modell. Diese Schätzungen lassen sich größtmäßig allerdings nur dann miteinander vergleichen, wenn die einzelnen Parameter identisch skaliert sind.

Unter dem Ausdruck t Ratio ist eine Statistik zu verstehen, die prüft, ob der wahre Parameter Null ist. Er ist das Verhältnis der Schätzung zu ihrem Standardfehler und besitzt eine sog. Studentsche t-Verteilung (Student's t-distribution). Unter einer Studentschen-t-Verteilung, auch Student-Verteilung oder t-Verteilung genannt, ist eine theoretische Verteilung zu verstehen, die insbesondere für Konfidenzintervalle und Tests zum Einsatz kommt. Die t-Verteilung beschreibt standardisierte Merkmale mit einem Mittelwert von Null und einer Varianz von Eins einer endlichen Stichprobe vom Umfang  $n$ , wenn die ursprüngliche Verteilung der Merkmale als Normalverteilung bezeichnet werden kann. Die t-Verteilung findet ihren Einsatz bei der Beschreibung normalverteilter Merkmale, wenn der Stichprobenumfang klein ausfällt ( $n < 30$ ). Für größer werdende Stichproben ergibt sich eine Annäherung der t-Verteilung an die Normalverteilung, so dass letztere für  $n > 30$  Verwendung findet /BRE09/.

Die Spalte Orthog Coded beinhaltet die o. g. orthogonalisierten Schätzungen. Liegen eine Orthogonalität und Ausgeglichenheit des Versuchsplans so wie in dem hier vorliegenden Fall vor, so nehmen die orthogonalisierten Schätzungen dieselben Werte wie die Parameterschätzungen für das angepasste lineare Modell an.

In der Spalte Orthog t Test erfolgt eine Aufführung der Parameterschätzungen nach einer durchgeführten Transformation, die für eine Unabhängigkeit und identische Verteilung der Parameterschätzungen sorgt. Diese Werte werden für einen sog. Normal Plot benötigt, auf den weiter unten ausführlich eingegangen wird und der nicht korrelierte Schätzungen identischer Varianz erfordert. Die in der Spalte Orthog t Test aufgelisteten Schätzungen lassen sich berechnen, indem die orthogonalisierten Schätzungen (Orthog Coded) durch ihre Standardfehler geteilt werden. Die Werte in der Spalte Orthog t Test gestatten es der Software, die Schätzungen so zu behandeln, als stammten sie von einer Zufallsstichprobe, was eine Voraussetzung für die Erstellung des bereits oben erwähnten Normal Plots ist. Hinter dem Ausdruck Prob>|t| verbirgt sich schließlich das Signifikanzniveau oder

der sog. p-Wert, der sich mit den Werten in der Spalte Orthog t Test in Verbindung bringen lässt /JMP02b/.

Wird in einer Studie ein Effekt beobachtet, so ist es stets von großem Interesse, ob es sich um einen wirklichen Effekt oder um eine zufällige Beobachtung bei fehlendem Effekt handelt. Letzteres wird in der Statistik als sog. Null-Hypothese bezeichnet. Mit statistischen Tests lässt sich die Wahrscheinlichkeit der Null-Hypothese berechnen. Dieser Wert wird als p-Wert (probability) bezeichnet. Der p-Wert ist also ein Maß dafür, wie groß die Wahrscheinlichkeit für ein zufälliges Zustandekommen eines bestimmten Resultates ist. In den meisten Studien gilt ein p-Wert von mehr als 0,05 als statistisch nicht-signifikant, einer unter 0,05 als statistisch signifikant (Wahrscheinlichkeit der Null-Hypothese kleiner als 5 %). Werte unter 0,005 oder 0,001 werden häufig als hochsignifikant bezeichnet. Statistische Signifikanz bedeutet allerdings nicht unbedingt auch praktische Relevanz, denn die Größe eines Effektes lässt sich am p-Wert nicht ablesen, und auch ein sehr kleiner Effekt wird in einer genügend großen Studie als hochsignifikant erscheinen /WEI01/.

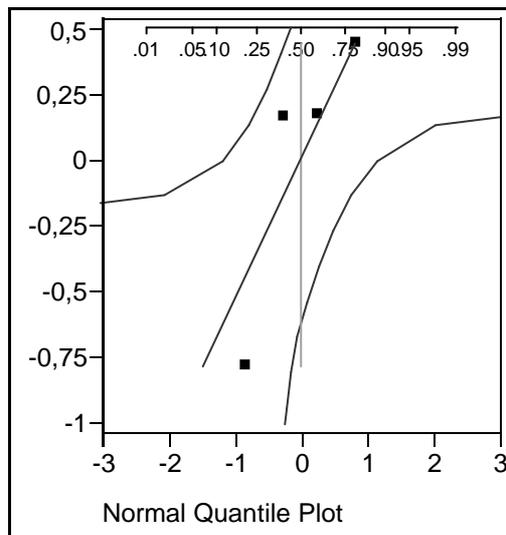
Vor allem für die Rechtfertigung von Signifikanztests und damit für die Beurteilung der in der letzten Spalte der Tabelle 5.12 aufgelisteten p-Werte ist laut /SNE94/ die Annahme der Normalverteilung der Fehler notwendig. Unter einem Fehler, im Zusammenhang mit modellgestützter Versuchsplanung Residuum genannt, ist die Differenz zwischen dem tatsächlichen und dem vorhergesagten Versuchsergebnis durch ein mathematisches Modell zu verstehen /ORT/. Da der in Tabelle 5.3 gezeigte Screening-Versuchsplan ein sog. saturiertes Design darstellt, existiert keine Zufallsverteilung. Aufgrund einer durch den Versuchsplan vorgeschriebenen Anzahl von 16 Versuchen und einer Anzahl von 16 abgeschätzten, in der ersten Spalte der Tabelle 5.9 aufgeführten Parametern, die in dem linearen Modell enthalten sind, wurde ein lineares Gleichungssystem gelöst. D. h. die mit Hilfe der Statistiksoftware generierte Modellgleichung, auf die an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden soll, da sie für den weiteren Verlauf dieser Arbeit bedeutungslos ist, liefert Vorhersagewerte, welche exakt den ermittelten Versuchsergebnissen entsprechen. Die Residuen nehmen folglich alle einen Wert von Null an. Um dennoch eine Aussage über die Verteilung der Fehler tätigen zu können, macht es Sinn, einen Einzelversuch des Screening-Versuchsplans mehrmals zu wiederholen, um unterschiedliche Versuchsergebnisse zu erhalten, deren Mittelwert sich dann quasi als Modellschätzer definieren lässt. Tabelle 5.13 zeigt die ermittelten Versuchsergebnisse, den Modellschätzer und die Residuen für eine dreimalige Wiederholung des willkürlich ausgewählten Einzelversuchs Nr. 8.

**Tabelle 5.13:** Versuchsergebnisse, Modellschätzer und Residuen

Versuchsergebnisse (Zugfestigkeit) [N/mm <sup>2</sup> ]	Residuen [N/mm <sup>2</sup> ]
9,600 (Referenzwert aus Tabelle 5.6)	0,446
8,370	-0,784
9,319	0,165
9,328	0,174
Mittelwert = <b>Modellschätzer</b> = 9,154 N/mm <sup>2</sup>	

Um eine Überprüfung der Residuen auf Normalverteilung vornehmen zu können, wird ein sog. Quantile Quantile Plot (Q-Q-plot) erstellt. Zweck des Q-Q-plots ist es, eine gegebene empirische Verteilung, die Verteilung der Residuen, mit einer theoretischen Verteilung, der Normalverteilung,

zu vergleichen. Bei diesem Vergleich muss auf den Begriff der Quantile zurückgegriffen werden, auf den allerdings erst an späterer, geeigneterer Stelle in Kapitel 7.2.3 ausführlich eingegangen wird. Da die Normalverteilung als Vergleichskriterium herangezogen wird, lassen sich in der Literatur für den Q-Q-plot häufig die Bezeichnungen Normalverteilungs-Diagramm bzw. normal plot finden /STA00/. Bild 5.11 zeigt einen Q-Q-plot, in dem die Residuen gegen die theoretischen Quantile der Normalverteilung aufgetragen sind. Stimmt die gegebene Verteilung mit der theoretischen überein, so ist davon auszugehen, dass die theoretischen Quantile ungefähr den zur empirischen Verteilung gehörenden Quantilen entsprechen. In einem solchen Falle liegen die Punkte auf einer 45°-Geraden durch den Ursprung. Wie aus Bild 5.11 ersichtlich wird, lassen sich die Punkte im Bereich der 45°-Geraden wiederfinden. Abweichungen in den Randbereichen rechts und links im Diagramm sind nicht zu verzeichnen. Die Verteilung der Residuen kann also folglich als Normalverteilung angesehen werden.



**Bild 5.11:** Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot)

— Normal(-1e-15,0,53885)

Zur Bekräftigung der oben getätigten Aussage kann der sog. Shapiro-Wilk-Test durchgeführt werden. Mithilfe des Shapiro-Wilk-Tests lässt sich die Hypothese überprüfen, ob bestimmte Beobachtungen  $x$  normalverteilt sind. Dazu ist es erforderlich, die Verteilung des Quotienten aus zwei Schätzungen der Varianz  $s^2$  zu betrachten: das Quadrat einer kleinsten Fehlerquadratschätzung für die Steigung der Regressionsgeraden im Q-Q-plot und die Stichprobenvarianz. Für den Fall, dass eine Normalverteilung vorliegt, sollten beide Schätzungen nahezu identisch sein, und der Quotient  $W$  sollte bei 1 oder in der Nähe von 1 liegen /SHA09/.

$$W = \frac{\left( \sum_{i=1}^n \alpha_i \cdot x_i \right)^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

**Formel 5.5**

$\bar{x}$  ist der arithmetische Mittelwert.  $\alpha_i$  stellt eine vom Stichprobenumfang abhängige Konstante dar und kann entsprechenden Tabellen entnommen werden. Hier wird der Test allerdings unter Verwendung der Statistiksoftware JMP durchgeführt. Tabelle 5.14 lassen sich die Ergebnisse des unter Zuhilfenahme der Software generierten Shapiro-Wilk-Tests entnehmen.

**Tabelle 5.14:** Goodness-of-Fit Test

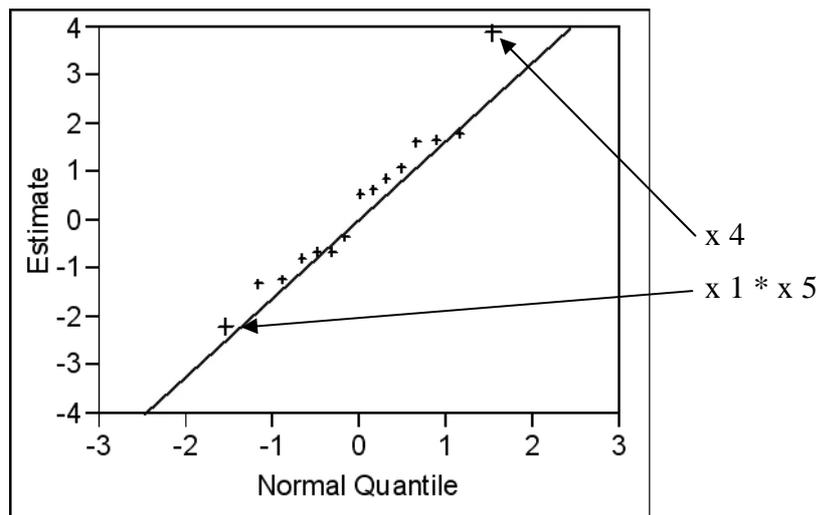
Shapiro-Wilk W Test

W	Prob<W
0,823266	0,1509

Nimmt  $W$  Werte an, die deutlich von 1 abweichen und bewegt sich der  $p$ -Wert deutlich in Richtung 0 (z. B.  $< 0,05$ ), so ist von einer Abweichung von der Normalverteilung auszugehen /SHA09/. In dem hier vorliegenden Fall liegt der Quotient  $W$  in der Nähe von 1 (0,823), und der  $p$ -Wert als Wahrscheinlichkeitsaussage zum Zutreffen der Hypothese ist als genügend groß zu bezeichnen (0,151), so dass von einer Normalverteilung der Residuen gesprochen werden kann.

Tabelle 5.12 lässt sich also abschließend entnehmen, dass das nicht ionogene Neutralleimungsmittel Baysize I 18 E (chemisches Additiv x 4), welches mit der anionischen Kartoffelstärke Empre KPE emulgiert wurde, als statistisch signifikant bezeichnet werden darf, da der angegebene  $p$ -Wert (0,0298) unterhalb von 0,05 liegt.

Bild 5.12 zeigt einen sog. Normal Plot der in Tabelle 5.12 aufgelisteten Parameterschätzungen. Auf der vertikalen Achse sind die Schätzungen, auf der horizontalen Achse die normalen Quantile aufgetragen.



**Bild 5.12:** Normal Plot für die Ergebnisgröße

Blue line is Lenth's PSE, from the estimates population.

Die Werte der normalen Quantile lassen sich mit Hilfe der Funktion

$$\Phi^{-1}\left(\frac{r_i}{N + 1}\right) \tag{Formel 5.6}$$

berechnen, wobei  $\Phi$  eine Funktion zur Beschreibung der kumulierten Wahrscheinlichkeitsverteilung der Normalverteilung ist /JMP02b/. Mit Hilfe einer Wahrscheinlichkeitsverteilung lässt sich ausdrücken, wie die Wahrscheinlichkeiten bzgl. der einzelnen Ereignisse verteilt sind.  $r_i$  steht dabei für die Rangzahl der  $i$ -ten Beobachtung und  $N$  gibt die Anzahl der Versuche bzw. der Beobachtungen wieder. Wenn sich alle Effekte auf eine zufällige Störung zurückführen lassen, dann neigen sie dazu, einer Geraden mit der Steigung des Standardfehlers zu folgen. Die in Bild 5.12 eingezeichnete Linie besitzt die Steigung des Pseudo-Standardfehlers nach Lenth (siehe Tabelle 5.11) /JMP02b/.

Mit Hilfe des Normal Plots lassen sich Effekte detektieren, die von der erwähnten Geraden abweichen. Diejenigen Schätzungen, die eine wesentliche Abweichung aufweisen, werden beschriftet /JMP02b/. In dem hier vorliegenden Fall erweist sich der Parameter x 4 als starke Einflussgröße.

Zwischen den Parametern  $x_1$  und  $x_5$  scheint es eine Faktorwechselwirkung zu geben. Für das Auftreten dieser Wechselwirkung wird in Tabelle 5.12 ein Signifikanzniveau bzw. ein p-Wert von 0,1929 genannt, was mit einer Wahrscheinlichkeit von 80,71 % gleichzusetzen ist. In Kapitel 5.2.2 wurde erwähnt, dass die Wechselwirkungseffekte nicht zwei einzelnen Additiven zuzuordnen sind, sondern dass sich die ermittelten Effektgrößen auf jeweils vier Wechselwirkungseffekte beziehen, die miteinander vermischt sind. In dem hier vorliegenden Fall liegt eine Vermischung der Wechselwirkungseffekte  $x_1 * x_5$ ,  $x_2 * x_6$ ,  $x_3 * x_7$  und  $x_4 * x_8$  vor (siehe Tabelle 5.10). Da die Effektgröße  $x_1 * x_5$  nicht signifikant in ihrer Ausprägung ist, lässt sich der Effekt aller dahinter verborgenen Wechselwirkungseffekte ( $x_2 * x_6$ ,  $x_3 * x_7$  und  $x_4 * x_8$ ) vernachlässigen.

Der Auswertung mit der Statistiksoftware JMP kann zusammenfassend entnommen werden, dass nur das nicht ionogene Neutralleimungsmittel Baysize I 18 E (chemisches Additiv  $x_4$ ), welches mit der anionischen Kartoffelstärke Empre KPE emulgiert wurde, mit in weitere Versuchsreihen aufzunehmen ist ( $\text{Prob}>|t| = 0,0298$ ; siehe Tabelle 5.12).  $\text{Prob}>|t| = 0,0298$  bedeutet, dass das chemische Additiv  $x_4$  mit einer Wahrscheinlichkeit von 97,02 % einen positiven Einfluss auf die Ergebnisgröße nimmt. Wird das chemische Additiv  $x_4$  also in der in Tabelle 5.5 angegebenen Zugabemenge zu Sekundärfaserstoff hinzugefügt, so kann mit einer Sicherheit von 97,02 % eine Erhöhung der Zugfestigkeit erwartet werden.

## 5.7.2 Zellstoff

Die Firma Norske Skog Walsum GmbH produziert Rollen-Druckpapier, welches im Großauflagen- und Tiefdruckverfahren verwendet wird. Der extern angelieferte Sulfat-Zellstoff in Form von Ballen, zu dessen Herstellung Kiefern- und Fichtenholz im Verhältnis 30 zu 70 % zum Einsatz kommen, wird in einem Pulper aufgelöst und in Doppelscheibenrefinern gemahlen. Die Entnahme des chemisch ungeladenen Faserstoffes erfolgte am Zulauf zur Stoffzentrale der Papiermaschine. Der Mahlgrad des zur Verfügung gestellten Faserstoffes besitzt einen Schopper-Riegler-Wert von 26 SR und einen Canadian-Standard-Freeness-Wert von 550 CSF. Mit einem Anteil von 30 % wird der Zellstoff zur Herstellung von sowohl glänzenden als auch matten gestrichenen Papieren eingesetzt /NORa/.

### 5.7.2.1 Zugabemengen der chemischen Additive

Da Zellstoff ebenso wie Sekundärfaserstoff ungeladen ist, können die in Kapitel 5.1 erläuterten chemischen Additive auch bei der folgenden Screening-Versuchsreihe verwendet werden. Aufgrund einer abweichenden Pulpenmenge, einer unterschiedlichen Feuchte des Rohstoffes im Ausgangszustand und einer anderen Zugabemenge des chemischen Additivs  $x_3$  ergeben sich bzgl. der Zugabemengen der chemischen Additive Abweichungen gegenüber den in Tabelle 5.5 angegebenen Mengen. Tabelle 5.15 gibt eine Übersicht über die für die Screening-Versuchsreihe des Zellstoffs relevanten Additivmengen. Es bedeuten:

<sup>11)</sup> Zugabemenge ergibt sich bei  $V_p = 25 \text{ l}$ ,  $c = 0,5 \text{ %}$  und  $r_{F,\text{Rohst.}} = 67,31 \text{ %}$

<sup>12)</sup> Zum Zeitpunkt der Versuchsdurchführung stand im Vergleich zu der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes eine größere Gesamtmenge des chemischen Additivs  $x_3$  zur Verfügung. Da im Rahmen der Screening-Versuche lediglich qualitative Aussagen zur Beeinflussung der Ergebnisgröße durch eine bestimmte Einflussgröße getroffen werden sollen, sind geringe Differenzen in der Zugabemenge eines Additivs im oberen Bereich der empfohlenen Herstellerangabe bedeutungslos.

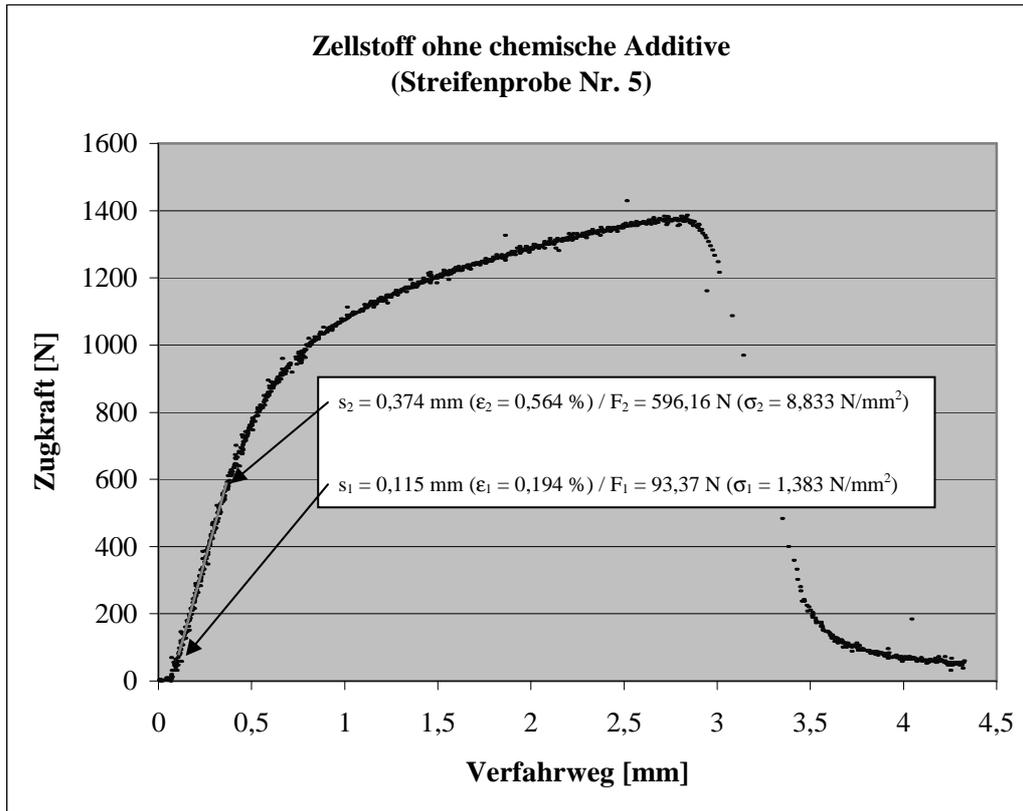
<sup>13)</sup> Erfahrungswert des Herstellers

**Tabelle 5.15:** *Zugabemengen der chemischen Additive*

	<b>chemisches Additiv</b>	<b>Zugabemenge</b>	<b>Empfohlene Herstellerangabe</b>	<b>Zugabemenge bezogen auf den in der Fasersuspension, die pro Anformvorgang benötigt wird, enthaltenen trockenen Faserstoff <sup>11)</sup></b>
x 1	Luresin PR 2201 (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	13,60 g
x 2	Basoplast 2030 LC (schwach kationisch)	1 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 1 % bez. auf otro Stoff	3,40 g
x 3	Luresin KS (kationisch)	8 % <sup>12)</sup> bez. auf otro Stoff	0,5 bis 8 % bez. auf otro Stoff	27,20 g
x 4	Baysize I 18 E (Emulsion) (nicht ionogen)	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, anionische Stärke (DS: 0,02 bis 0,05); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an anionischer Stärke hinzugeben; 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, anionische Stärke (DS: 0,03 bis 0,06); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an anionischer Stärke hinzugeben; 0,07 bis 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	1,02 g
x 5	Luredur VI (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	13,60 g
x 6	Empre KPE (anionisch)	1,5 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 1,5 % bez. auf otro Stoff	5,10 g
x 7	HM Polymin (kationisch)	0,25 % bez. auf otro Stoff	0,1 bis 0,25 % bez. auf otro Stoff	0,85 g
x 8	Aniofax AP 35 (anionisch)	24,47 % <sup>13)</sup> bez. auf otro Stoff	24,47 % <sup>13)</sup> bez. auf otro Stoff	83,20 g

### 5.7.2.2 Versuchsergebnisse

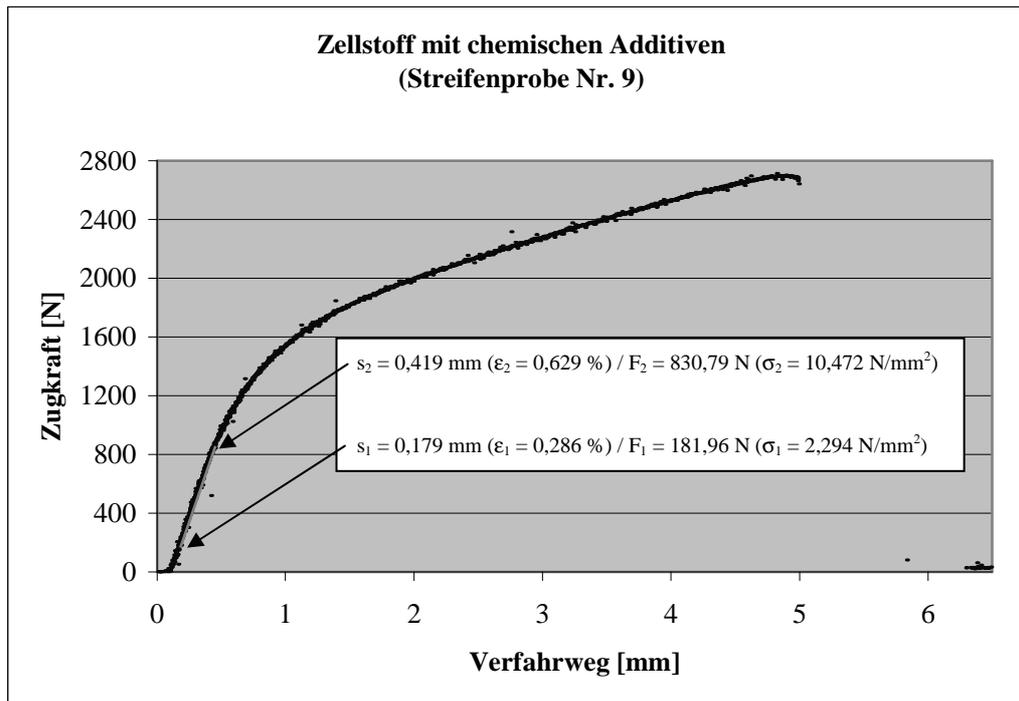
In Bild 5.13 ist das Kraft-Weg-Diagramm der Streifenprobe Nr. 5 dargestellt, deren Herstellung ohne Zusatz chemischer Additive erfolgte. Für die errechnete Zugfestigkeit lässt sich ein Wert von 20,503 N/mm<sup>2</sup> angeben (siehe Tabelle 5.16).



**Bild 5.13:** Kraft-Weg-Diagramm der Zellstoffprobe Nr. 5 ohne chemische Additive

**Tabelle 5.16:** Zugfestigkeiten der Streifenproben

Nr.	d [mm]	b [mm]	A [mm <sup>2</sup> ]	F <sub>max</sub> [N]	σ <sub>z</sub> [N/mm <sup>2</sup> ]
1	3,273	29,200	95,572	1661,580	17,384
2	1,843	28,700	52,894	1599,330	30,231
3	2,610	29,700	77,517	1604,120	20,720
4	2,583	28,900	74,649	1630,450	21,839
5	2,360	28,600	67,496	1383,850	20,503
6	2,550	29,100	74,205	1000,780	13,487
7	2,563	30,100	77,146	1891,420	24,514
8	2,367	29,100	68,880	1750,160	25,413
9	2,717	29,200	79,336	2700,660	34,045
10	2,827	28,900	81,700	2300,830	28,165
11	2,617	30,100	78,772	1879,450	23,862
12	2,163	30,200	65,323	1769,320	27,082
13	2,540	29,200	74,168	1829,170	24,663
14	2,410	29,300	70,613	1410,180	19,971
15	2,640	29,100	76,824	1039,080	13,525
16	2,573	28,900	74,360	1762,130	23,694



**Bild 5.14:** Kraft-Weg-Diagramm der Zellstoffprobe Nr. 9 mit den chemischen Additiven x 3, x 5, x 6 und x 8

Das in Bild 5.14 demonstrierte Kraft-Weg-Diagramm der Streifenprobe Nr. 9 lässt einen eindeutigen Festigkeitszuwachs aufgrund der Zugabe chemischer Additive erkennen. Im Vergleich zu der ohne Additive hergestellten Probe steigt die Zugfestigkeit um einen Faktor von 1,66 auf einen Wert von  $34,045 \text{ N/mm}^2$  an. Bei der Analyse der zur Streifenprobe Nr. 9 hinzugegebenen Chemikalien bleibt festzuhalten, dass die traditionelle Papiermacherchemikalie Aluminiumsulfat, auch Alaun genannt (Chemikalie x 5), in gleicher Weise wie bei Sekundärfaserstoff die Eigenschaften des Endproduktes positiv verändert. Laut Herstellerangabe zieht das Produkt aufgrund seines kationischen Charakters substantiv auf Zellstoff auf. Die verfestigende Wirkung lässt sich durch die Anwesenheit anionischer Substanzen zusätzlich verstärken, die hier in Form des Kartoffelstärkephosphatesters Empre KPE (Chemikalie x 6) und der anionischen Kartoffelstärke Aniofax AP 35 (Chemikalie x 8) bereitgestellt werden /LUR04/.

Analog zu Sekundärfaserstoff sorgt auch bei Zellstoff ein Polyamidoamin-Epichlorhydrinharz (Chemikalie x 3) für eine hohe Festigkeit des Faserformproduktes sowohl im nassen als auch trockenen Zustand. Aufgrund der kationischen Ladung zieht das chemische Additiv substantiv auf Zellstoff auf /LUR06/. Die in Kapitel 5.7.1.2 angesprochene Problematik, dass höhere Alaunzusätze die Wirksamkeit des chemischen Additivs x 3 herabsetzen, verliert bei der Screening-Versuchsreihe des Zellstoffs erneut an Bedeutung, da die Zugabemenge der Chemikalie x 3 in der Screening-Versuchsreihe des Zellstoffs größer als in der des Sekundärfaserstoffes ausfällt. Die sehr hohe Zugfestigkeit der Streifenprobe Nr. 9 von  $34,045 \text{ N/mm}^2$  lässt sich in Analogie zu der Sekundärfaserstoffprobe Nr. 6 durch die positive Wirkung der zur Herstellung verwendeten chemischen Additive erklären. Bei den Streifenproben Nr. 2, Nr. 8, Nr. 10, Nr. 12 und Nr. 13 kann ebenfalls von einer günstigen Zusammenstellung der chemischen Additive gesprochen werden (siehe Tabelle 5.16). Werden die Versuchsergebnisse der Screening-Versuchsreihen des Sekundärfaserstoffes und des Zellstoffes miteinander verglichen, bleibt festzuhalten, dass anionische Kartoffelstärke bei Zellstoff und kationisches bzw. nicht ionogenes Leimungsmittel bei Sekundärfaserstoff dazu beitragen, die Festigkeitseigenschaften des jeweiligen Endproduktes zu verbessern. Kationische Nass- und Trockenverfestigungsmittel sind zur Festigkeitssteigerung sowohl bei Sekundärfaserstoff als auch bei Zellstoff zusätzlich sehr gut einsetzbar.

Mit Hilfe der Formel 5.3 und den in den Bildern 5.13 und 5.14 angegebenen Spannungen und Dehnungen können abschließend die Zug-E-Moduln der Streifenproben Nr. 5 und Nr. 9 ermittelt werden. Diese nehmen Werte von 2.012,910 N/mm<sup>2</sup> für die Probe Nr. 5 und 2.384,535 N/mm<sup>2</sup> für die Probe Nr. 9 an. Der größere Wert der Streifenprobe Nr. 9 signalisiert auch hier einen positiven Einfluss der zugegebenen Additive auf die Steifigkeit.

### 5.7.2.3 Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP

Die Auswertung der Versuchsergebnisse der Screening-Versuchsreihe des Zellstoffs beginnt in Analogie zu der des Sekundärfaserstoffes mit einer Analyse der Verteilung der Einflussgrößen. Aufgrund eines identischen Versuchsplans ist der Nachweis der Ausgeglichenheit des Versuchs unmittelbar erbracht. Eine Darstellung der Verteilung der Einflussgrößen in Analogie zu den Bildern 5.8 und 5.9 ist somit nicht erforderlich.

Wie bei der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes wird auch hier für die Beschreibung des Zusammenhangs zwischen den Versuchsparametern und den Messwerten die Methode der kleinsten Quadrate verwendet.

Der Summary of Fit-Tabelle (Tabelle 5.17) lässt sich entnehmen, dass auch bei der Screening-Versuchsreihe des Zellstoffs eine perfekte Modellbildung vorliegt (RSquare = 1).

**Tabelle 5.17:** Summary of Fit

RSquare	1
RSquare Adj	.
Root Mean Square Error	.
Mean of Response	23,06856
Observations (or Sum Wgts)	16

Tabelle 5.18 zeigt, dass die Freiheitsgrade Werte aufweisen, die mit denen der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes übereinstimmen. Grund dafür ist die Verwendung eines identischen Versuchsplans.

**Tabelle 5.18:** Analysis of Variance

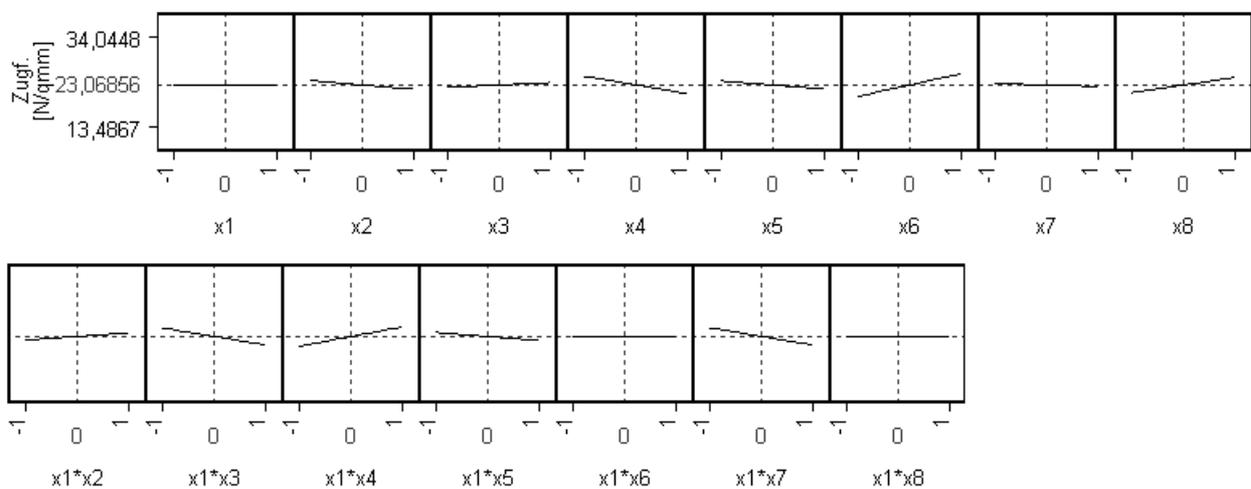
Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	15	463,41108	30,8941	.
Error	0	0,00000	.	Prob > F
C. Total	15	463,41108		.

Tabelle 5.19 listet die in dem linearen Modell enthaltenen, abgeschätzten Parameter auf. Es ist ersichtlich, dass zur Erkennung von Wechselwirkungseffekten die erste Spalte der Tabelle 5.10 zusätzlich zu den Einflussgrößen (x 1 bis x 8) als Parameter aufgenommen wurde.

**Tabelle 5.19:** Parameter Estimates

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	23,068563	.	.	.
x1	0,077793	.	.	.
x2	-0,983522	.	.	.
x3	0,523122	.	.	.
x4	-1,961242	.	.	.
x5	-0,913942	.	.	.
x6	2,5412069	.	.	.
x7	-0,317561	.	.	.
x8	1,702207	.	.	.
x1*x2	0,8082668	.	.	.
x1*x3	-1,89235	.	.	.
x1*x4	2,1661847	.	.	.
x1*x5	-0,909683	.	.	.
x1*x6	-0,063014	.	.	.
x1*x7	-1,953801	.	.	.
x1*x8	-0,053408	.	.	.

Die in dem Prediction Profiler (Bild 5.15) dargestellten Vorhersagelinien deuten auf einen höheren Wert der Ergebnisgröße hin, wenn die chemischen Additive x 6 und x 8 hinzugegeben werden oder wenn eine Wechselwirkung zwischen den chemischen Additiven x 1 und x 4 auftritt. Eine Veränderung der Einstellungen dieser Parameter in Richtung der Niveaus 1 führt also zu einer höheren Zugfestigkeit.

**Bild 5.15:** Prediction Profiler

In Kapitel 5.2.2 ist bereits erwähnt worden, dass die Faktorwechselwirkungen untereinander vermenget sind und dass sie nicht zwei einzelnen Additiven zuzuordnen sind, sondern dass sich die ermittelten Effektgrößen auf jeweils vier Wechselwirkungseffekte beziehen, die miteinander vermenget sind. In dem hier vorliegenden Fall bedeutet das, dass die Wechselwirkungen zwischen den Chemikalien x 2 und x 7, x 3 und x 6 sowie x 5 und x 8 einen Effekt hervorrufen können, der mit dem, der durch die Wechselwirkung zwischen den Additiven x 1 und x 4 ausgelöst wird, identisch ist (siehe Tabelle 5.10).

Tabelle 5.20 gibt den Pseudo-Standardfehler für einen t-Test an. Wie auch bei der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes korrelieren die Parameterschätzungen nicht und besitzen identische Varianzen.

**Tabelle 5.20:** *Effect Screening*

The parameter estimates have equal variances. The parameter estimates are not correlated.

	Lenth PSE
t-Test Scale	5,4836533

Tabelle 5.21 weist identische Einträge in den Spalten Original und Orthog Coded auf. D. h. es liegt eine Orthogonalität und Ausgeglichenheit des Versuchsplans vor.

**Tabelle 5.21:** *Parameter Estimate Population*

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	23,0686	16,8271	23,0686	16,8271	<,0001
x1	0,0778	0,0567	0,0778	0,0567	0,9555
x2	-0,9835	-0,7174	-0,9835	-0,7174	0,4841
x3	0,5231	0,3816	0,5231	0,3816	0,7081
x4	-1,9612	-1,4306	-1,9612	-1,4306	0,1730
x5	-0,9139	-0,6667	-0,9139	-0,6667	0,5151
x6	2,5412	1,8537	2,5412	1,8537	0,0836
x7	-0,3176	-0,2316	-0,3176	-0,2316	0,8199
x8	1,7022	1,2417	1,7022	1,2417	0,2334
x1*x2	0,8083	0,5896	0,8083	0,5896	0,5642
x1*x3	-1,8924	-1,3804	-1,8924	-1,3804	0,1877
x1*x4	2,1662	1,5801	2,1662	1,5801	0,1349
x1*x5	-0,9097	-0,6636	-0,9097	-0,6636	0,5170
x1*x6	-0,0630	-0,0460	-0,0630	-0,0460	0,9639
x1*x7	-1,9538	-1,4252	-1,9538	-1,4252	0,1746
x1*x8	-0,0534	-0,0390	-0,0534	-0,0390	0,9694

In gleicher Weise wie bei der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes ist es für die Beurteilung der in der letzten Spalte der Tabelle 5.21 aufgeführten p-Werte erforderlich, eine Normalverteilung der Fehler annehmen zu können. Aufgrund eines identischen Versuchsplanes gelten die in Kapitel 5.7.1.3 getätigten Aussagen bzgl. der Residuen in analoger Weise auch für die hier vorliegende Screening-Versuchsreihe. Die erhaltenen Versuchsergebnisse, der errechnete Modellschätzer und die daraus resultierenden Residuen für eine dreimalige Wiederholung des willkürlich ausgewählten Einzelversuchs Nr. 6 lassen sich Tabelle 5.22 entnehmen.

Zur Überprüfung der Residuen auf Normalverteilung wird, wie auch in Kapitel 5.7.1.3, ein Q-Q-plot als Hilfsmittel benutzt. Bild 5.16 zeigt, dass die Punkte in der Nähe der 45°-Geraden liegen und dass keine Abweichungen in den Randbereichen rechts und links im Diagramm zu erkennen sind, so dass bei der Verteilung der Residuen von einer Normalverteilung ausgegangen werden kann. Tabelle 5.23 beinhaltet die Resultate des zur Verifikation der Normalverteilungshypothese durchgeführten Shapiro-Wilk-Tests.

**Tabelle 5.22:** Versuchsergebnisse, Modellschätzer und Residuen

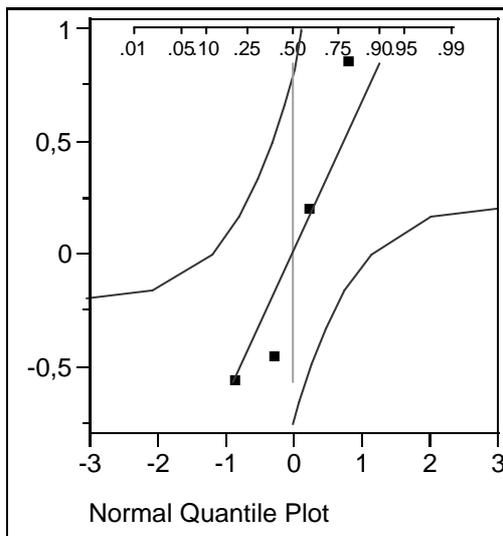
Versuchsergebnisse (Zugfestigkeit) [N/mm <sup>2</sup> ]	Residuen [N/mm <sup>2</sup> ]
13,487 (Referenzwert aus Tabelle 5.16)	0,844
12,177	-0,466
12,837	0,194
12,070	-0,573
Mittelwert = <b>Modellschätzer</b> = 12,643 N/mm <sup>2</sup>	

**Tabelle 5.23:** Goodness-of-Fit Test

Shapiro-Wilk W Test

W	Prob<W
0,906449	0,4638

Da der Quotient *W* in der Nähe von 1 liegt (0,906) und der p-Wert genügend groß ist (0,464), bestätigt der Test die unter Verwendung des Bildes 5.16 aufgestellte Annahme einer Normalverteilung der Residuen.

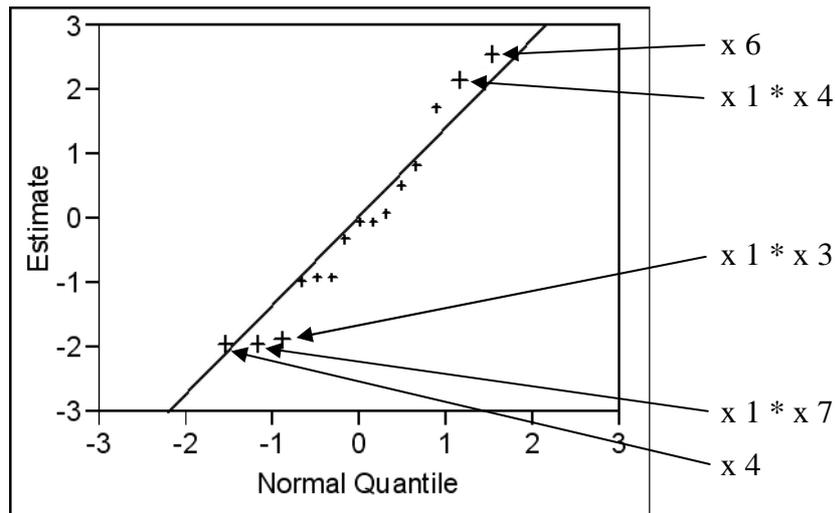


**Bild 5.16:** Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot)

— Normal(-1e-15,0,65713)

Aus der letzten Spalte der Tabelle 5.21 geht also abschließend hervor, dass kein Effekt als statistisch signifikant zu bezeichnen ist, da sämtliche p-Werte größer als 0,05 sind.

In Bild 5.17 ist ein Normal Plot der in Tabelle 5.21 aufgelisteten Parameterschätzungen dargestellt. Diejenigen Schätzungen, die eine wesentliche Abweichung von der eingezeichneten Geraden mit der Steigung des Standardfehlers aufweisen, sind beschriftet.



**Bild 5.17:** Normal Plot für die Ergebnisgröße

Blue line is Lenth's PSE, from the estimates population.

In dem vorliegenden Fall erweisen sich die Parameter  $x_4$  und  $x_6$  als starke Einflussgrößen. Zwischen den Parametern  $x_1$  und  $x_3$ ,  $x_1$  und  $x_4$  sowie  $x_1$  und  $x_7$  scheint es eine Faktorwechselwirkung zu geben. Für das Auftreten der Faktoreffekte  $x_4$  und  $x_6$  werden in Tabelle 5.21 Signifikanzniveaus bzw. p-Werte von 0,1730 und 0,0836 genannt, was mit Wahrscheinlichkeiten von 82,7 % und 91,64 % gleichzusetzen ist. Da ein p-Wert von mehr als 0,05 als statistisch nicht-signifikant gilt, können die Faktoreffekte  $x_4$  und  $x_6$  in weiteren Versuchsreihen vernachlässigt werden. Dem Eintreten der o. g. Wechselwirkungen  $x_1$  und  $x_3$ ,  $x_1$  und  $x_4$  sowie  $x_1$  und  $x_7$  sind in Tabelle 5.21 Signifikanzniveaus bzw. p-Werte von 0,1877, 0,1349 sowie 0,1746 zugeordnet. Da die Effektgrößen  $x_1 * x_3$ ,  $x_1 * x_4$  sowie  $x_1 * x_7$  nicht signifikant in ihrer Ausprägung sind, können die Effekte aller dahinter verborgenen Wechselwirkungseffekte vernachlässigt werden (siehe Tabelle 5.10). Zusammenfassend lässt sich der Auswertung mit der Statistiksoftware JMP somit entnehmen, dass kein chemisches Additiv mit in weitere Versuchsreihen aufzunehmen ist, da keine statistische Signifikanz vorliegt (siehe Tabelle 5.21).

### 5.7.3 Holzstoff

Bei der Firma Norske Skog Walsum GmbH wird der Holzstoff nach dem Verfahren mittels Refiner, genauer gesagt nach dem Thermomechanischen-Refiner-Verfahren, produziert. Ausgangsmaterial beim Refiner-Verfahren sind Resthölzer aus Sägereien oder kleingeschnitztes Holz (Hackschnitzel), die aufbereitet dem Refiner zugeführt werden. Bei der Firma Norske Skog Walsum GmbH kommen zu diesem Zweck wegen der langen Fasern ausschließlich Fichtenhackschnitzel zum Einsatz. Durch eine Vordämpfung bei etwa 130 °C wird das zwischen den Fasern befindliche Lignin aufgeweicht. Gegeneinander rotierende Schleifscheiben zerlegen anschließend die Hackschnitzel unter Wasserzugabe in Einzelfasern. Die Vordämpfung sorgt für eine schonendere Zerlegung des Holzes und stellt damit einen höheren Anteil unzerstörter Einzelfasern sicher. Der erzeugte Faserstoff, der aufgrund seines Herstellungsprozesses thermomechanischer Holzstoff (TMP) genannt wird, lässt sich mit Wasserstoff-Peroxid und Hydrosulfit für das gewünschte Helligkeitsniveau bleichen /VDP/, /NORa/. Die Entnahme des stark anionischen Faserstoffes erfolgte am Zulauf zur Stoffzentrale der Papiermaschine. Der Mahlgrad des Faserstoffes besitzt einen Schopper-Riegler-Wert von 76 SR und einen Canadian-Standard-Freeness-Wert von 90 CSF. Mit einem Anteil von 70 % wird der thermomechanische Holzstoff zur Herstellung von sowohl glänzenden als auch matten, gestrichenen Magazinpapieren eingesetzt /NORa/.

### 5.7.3.1 Zugabemengen der chemischen Additive

Da thermomechanischer Holzstoff im Gegensatz zu Zellstoff und Sekundärfaserstoff nicht ungeladen, sondern stark anionisch ist, lassen sich bei der folgenden Screening-Versuchsreihe nicht alle der in Kapitel 5.1 erläuterten chemischen Additive einsetzen. Anstelle der beiden anionischen Kartoffelstärken Empre KPE (Chemikalie x 6) und Aniofax AP 35 (Chemikalie x 8) müssen kationische Stärken zum Einsatz kommen. Das Produkt Empre KPE wird durch die Kartoffelstärke Perlbond 990 S, das Produkt Aniofax AP 35 durch die Maisstärke C-Bond HR 05949 ersetzt. Letzteres Produkt dient auch zum Emulgieren des nicht ionogenen Neutralleimungsmittels Baysize I 18 E (chemisches Additiv x 4). Im Folgenden sollen die beiden in dieser Screening-Versuchsreihe neu eingesetzten Chemikalien kurz erläutert werden:

#### **Perlbond 990 S:**

Perlbond 990 S ist ein kationischer Kochstärkeäther auf Kartoffelbasis von der Firma Lyckeby Stärkelsen GmbH.

Da die Stärke nicht kaltwasserlöslich ist, muss sie in 4 %iger Lösung 20 min lang bei 90 °C gekocht werden. Als Zugabemenge wird vom Hersteller eine Stärkekonzentration zwischen 0,6 und 0,8 % bez. auf otro Stoff empfohlen. Weiterhin ist dem Produktdatenblatt zu entnehmen, dass Perlbond 990 S eine höhere Füll- und Feinstoffausbeute sowie eine Festigkeitssteigerung des Enderzeugnisses bewirken kann. Angaben über mögliche Zugabesysteme sind in den Herstellerunterlagen nicht vermerkt. Der Substitutionsgrad liegt bei 0,080 /PER04/, /BER05/.

#### **C-Bond HR 05949:**

C-Bond HR 05949 ist eine kationische Stärke auf Maisbasis von der Firma Cerestar Deutschland GmbH.

Da die Stärke ebenfalls nicht kaltwasserlöslich ist, muss sie in 1 %iger Lösung 20 bis 25 min lang bei 95 bis 96 °C gekocht werden. Als Zugabemenge wird vom Hersteller eine Stärkekonzentration zwischen 0,8 und 1,0 %, in seltenen Fällen auch zwischen 1,2 und 1,5 % bez. auf otro Stoff empfohlen. Weiterhin ist dem Produktdatenblatt zu entnehmen, dass die Stärke eine gewisse Reaktionszeit benötigt, um vollständig auf die Fasern aufziehen zu können, wobei die Stoffdichte der Fasersuspension zwischen 0,8 und 4 % liegen sollte. Angaben über mögliche Zugabesysteme sind in den Herstellerunterlagen nicht vermerkt. Der Substitutionsgrad liegt zwischen 0,096 und 0,104 /CBO06/, /CBO05/.

Die Hersteller beider Stärken weisen in ihren Datenblättern darauf hin, dass eine zu hohe Konzentration bez. auf otro Stoff zu einer Überladung der Fasern führen kann, die sich dann in einer Verschlechterung der Festigkeitseigenschaften des Endproduktes äußert. Beide Produkte entsprechen laut Herstellerangabe der BfR-Richtlinie XXXVI Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt und können somit für die folgenden Versuche bedenkenlos eingesetzt werden /PER04/, /BER05/, /CBO06/, /CBO05/.

Tabelle 5.24 gibt eine Übersicht über die Zugabemengen der bei der Screening-Versuchsreihe des Holzstoffs eingesetzten chemischen Additive. Aufgrund einer abweichenden Konzentration der Fasersuspension und einer unterschiedlichen Feuchte des Rohstoffes im Ausgangszustand ergeben sich bzgl. der Zugabemengen der chemischen Additive allerdings Abweichungen gegenüber den in Tabelle 5.15 angegebenen Mengen. Es bedeutet:

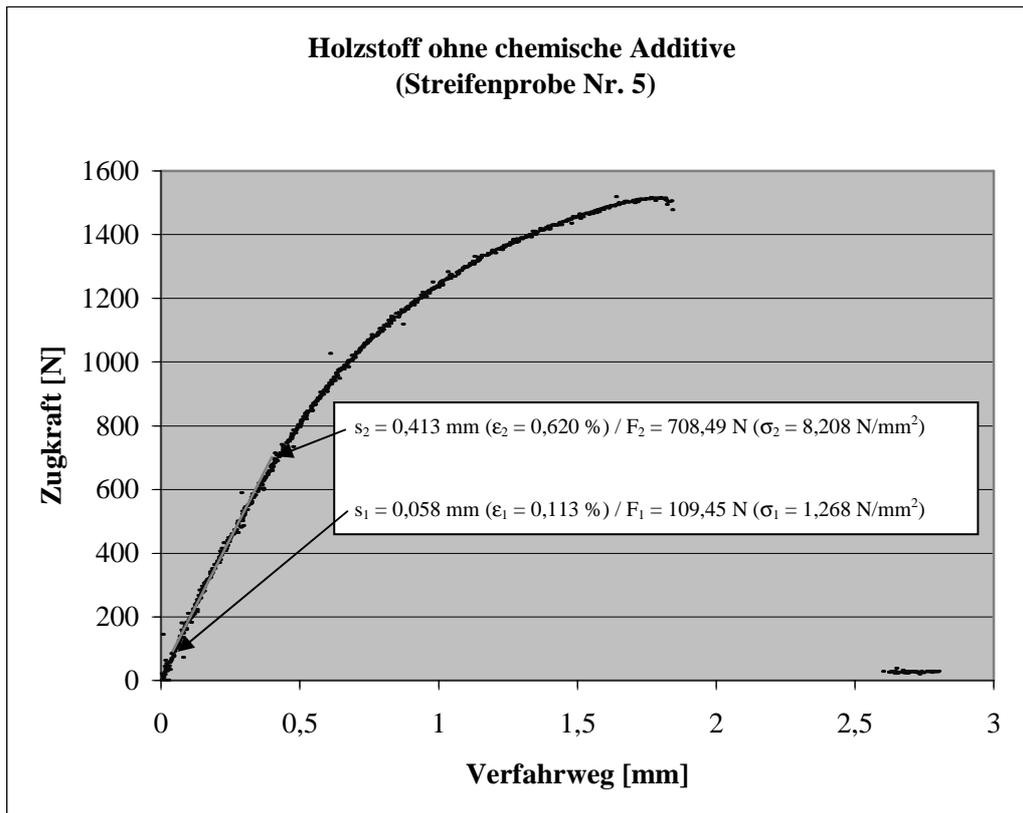
<sup>14)</sup> Zugabemenge ergibt sich bei  $V_p = 25 \text{ l}$ ,  $c = 1 \text{ \%}$  und  $r_{F,Rohst.} = 66,41 \text{ \%}$

**Tabelle 5.24:** *Zugabemengen der chemischen Additive*

	<b>chemisches Additiv</b>	<b>Zugabemenge</b>	<b>Empfohlene Herstellerangabe</b>	<b>Zugabemenge bezogen auf den in der Fasersuspension, die pro Anformvorgang benötigt wird, enthaltenen trockenen Faserstoff<sup>14)</sup></b>
x 1	Luresin PR 2201 (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	28,00 g
x 2	Basoplast 2030 LC (schwach kationisch)	1 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 1 % bez. auf otro Stoff	7,00 g
x 3	Luresin KS (kationisch)	8 % bez. auf otro Stoff	0,5 bis 8 % bez. auf otro Stoff	56,00 g
x 4	Baysize I 18 E (Emulsion) (nicht ionogen)	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, kationische Stärke (DS: 0,096 bis 0,104); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an kationischer Stärke hinzugeben; 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	4 % Baysize I 18 E bez. auf gekochte, kationische Stärke (DS: 0,03 bis 0,06); zu dieser Emulsion die dreifache Menge der Emulsion an kationischer Stärke hinzugeben; 0,07 bis 0,3 % von dieser Lösung bez. auf otro Stoff	2,10 g
x 5	Luredur VI (kationisch)	4 % bez. auf otro Stoff	0,2 bis 4 % bez. auf otro Stoff	28,00 g
x 6	Perlbond 990 S (kationisch)	0,8 % bez. auf otro Stoff	0,6 bis 0,8 % bez. auf otro Stoff	5,60 g
x 7	HM Polymin (kationisch)	0,25 % bez. auf otro Stoff	0,1 bis 0,25 % bez. auf otro Stoff	1,75 g
x 8	C-Bond HR 05949 (kationisch)	1 % bez. auf otro Stoff	0,8 bis 1,0 %, in seltenen Fällen auch 1,2 bis 1,5 % bez. auf otro Stoff	7,00 g

### 5.7.3.2 Versuchsergebnisse

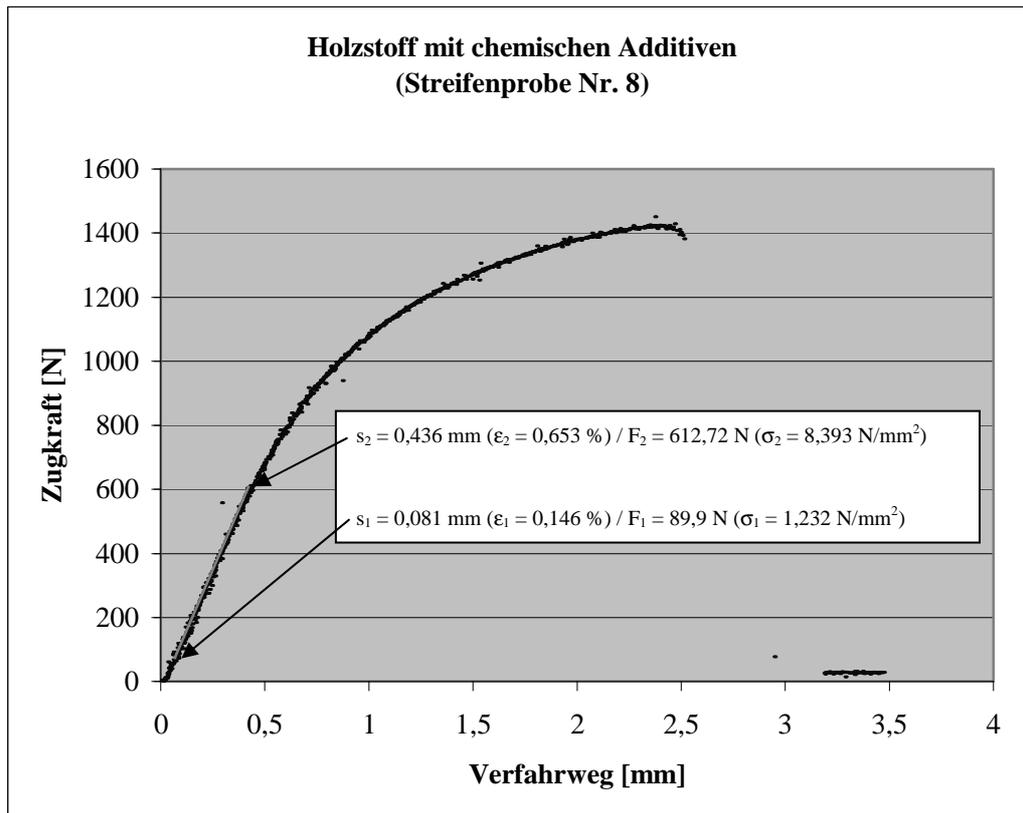
Bild 5.18 zeigt das Kraft-Weg-Diagramm der Streifenprobe Nr. 5, zu deren Herstellung keine chemischen Additive verwendet wurden. Die ermittelte Zugfestigkeit beträgt  $17,56 \text{ N/mm}^2$  (siehe Tabelle 5.25).



**Bild 5.18:** Kraft-Weg-Diagramm der Holzstoffprobe Nr. 5 ohne chemische Additive

**Tabelle 5.25:** Zugfestigkeiten der Streifenproben

Nr.	$d$ [mm]	$b$ [mm]	$A$ [mm <sup>2</sup> ]	$F_{\max}$ [N]	$\sigma_z$ [N/mm <sup>2</sup> ]
1	2,737	29,900	81,826	948,890	11,596
2	2,687	29,900	80,331	1373,000	17,092
3	2,533	29,100	73,720	1390,590	18,863
4	2,520	29,700	74,844	940,090	12,561
5	2,897	29,800	86,321	1515,680	17,559
6	2,253	29,400	66,248	971,360	14,663
7	2,297	29,300	67,292	667,440	9,919
8	2,500	29,200	73,000	1423,820	19,504
9	2,550	29,200	74,460	668,420	8,977
10	2,420	29,400	71,148	669,400	9,409
11	2,513	29,300	73,641	737,810	10,019
12	2,363	29,100	68,773	885,370	12,874
13	2,687	29,400	78,988	891,230	11,283
14	4,543	29,700	134,937	2030,280	15,046
15	1,390	30,100	41,839	633,240	15,135
16	2,917	29,400	85,750	800,350	9,334



**Bild 5.19:** Kraft-Weg-Diagramm der Holzstoffprobe Nr. 8 mit den chemischen Additiven x 1, x 2, x 5 und x 6

Tabelle 5.25 zeigt, dass die zur Streifenprobe Nr. 8 hinzugefügten chemischen Additive zu einer geringen Steigerung der Zugfestigkeit beitragen. Mit einem Wert von  $19,504 \text{ N/mm}^2$  beträgt diese das 1,11 fache derjenigen der ohne Additive hergestellten Streifenprobe Nr. 5 ( $17,559 \text{ N/mm}^2$ ). Da Holzstoff im Vergleich zu Sekundärfaserstoff und Zellstoff stark anionisch ist, nehmen chemische Additive mit kationischem Charakter Einfluss auf die Eigenschaften des Rohstoffes. Die Wirkung der zur Streifenprobe Nr. 8 hinzugefügten chemischen Additive soll im Folgenden erläutert werden.

Die traditionelle Papiermacherchemikalie Aluminiumsulfat, auch Alaun genannt (Chemikalie x 5), verändert in gleicher Weise wie bei Sekundärfaserstoff und Zellstoff positiv die Eigenschaften des Endproduktes. Laut Herstellerangabe zieht das von der Firma BASF Aktiengesellschaft unter dem Namen Luredur VI angebotene Produkt aufgrund seines kationischen Charakters substantiv auf Zellstoff auf, der eine neutrale Ladung besitzt /LUR04/. Bei dem hier vorliegenden Holzstoff lagert sich das kationische Polymer Luredur VI aufgrund seiner hohen Ladungsdichte punktuell an die negative Oberfläche der Fasern an, so dass ein lokaler Überschuss an positiver Ladung auf der Oberfläche entsteht, die dann für andere, weiterhin negativ geladene Fasern gut zur Bindung genutzt werden kann /DAM06/. Darüber hinaus fungiert die Chemikalie Luredur VI auch als Fixiermittel, welches die Bindung von Leimstoffen an die Fasern zusätzlich unterstützt /LUR04/. Als Leimungsmittel kommt das von der Firma BASF Aktiengesellschaft vertriebene Produkt Basoplast 2030 LC zum Einsatz, welches in der vorliegenden Screening-Versuchsreihe als Chemikalie x 2 eingesetzt wird. Da diese schwach kationische Fettalkyldiketen-Dispersion sich vornehmlich sehr gut zur Leimung von Altpapier und ungebleichten Sorten eignet, ist mit Einschränkungen bei dem hier vorliegenden, mit Wasserstoff-Peroxid und Hydrosulfit gebleichten Holzstoff zu rechnen /BAS05/. Das ebenfalls in der Streifenprobe Nr. 8 enthaltene chemische Additiv x 1 von der Firma BASF Aktiengesellschaft mit dem Namen Luresin PR 2201 ist ein kationisches Nassverfestigungsmittel. Der Aufbau und die Wirkungsweise sind nahezu identisch mit denen der Chemikalie x 5 /LUR05a/. Das der Streifenprobe Nr. 8 hinzugefügte chemische Additiv x 6 stellt eine von der Fir-

ma Lyckeby Stärkelsen GmbH vertriebene kationische Stärke auf Kartoffelbasis dar, die unter dem Handelsnamen Perlbond 990 S vertrieben wird. Aufgrund des Ladungsunterschiedes zu dem hier untersuchten Holzstoff trägt der kationische Charakter der eingesetzten Stärke zur Verbesserung der Eigenschaften des Endproduktes bei /PER04/.

Die im Vergleich zur Streifenprobe Nr. 5 nur geringfügig größere Zugfestigkeit der Streifenprobe Nr. 8 zeigt, dass chemische Additive bei Holzstoff weniger stark dazu beitragen, die Eigenschaften des Endproduktes zu verbessern, als dies bei Sekundärfaserstoff oder Zellstoff der Fall ist (siehe Tabelle 5.25). Bei einem Vergleich der Versuchsergebnisse der Screening-Versuchsreihen des Sekundärfaserstoffes, des Zellstoffes und des Holzstoffes wird deutlich, dass kationische Nassverfestigungsmittel und kationische Trockenverfestigungsmittel bei allen Rohstoffen zu einer Festigkeitssteigerung des Endproduktes führen. Bei Sekundärfaserstoff sind kationische bzw. nicht ionogene Leimungsmittel, bei Zellstoff dagegen anionische Kartoffelstärken zusätzlich sehr gut einsetzbar. Bei Holzstoff lässt sich neben kationischen Nass- und Trockenverfestigungsmitteln zudem eine Kombination aus den bei Sekundärfaserstoff und Zellstoff zusätzlich gut einsetzbaren Mitteln verwenden, nämlich kationisches Leimungsmittel und Kartoffelstärke, wobei letztere im Gegensatz zu Zellstoff eine kationische Ladung besitzen muss.

Mit Hilfe der Formel 5.3 und den aus den Bildern 5.18 und 5.19 zu entnehmenden Spannungen und Dehnungen lassen sich abschließend die Zug-E-Moduln der Streifenproben Nr. 5 und Nr. 8 berechnen. Diese nehmen Werte von 1.368,040 N/mm<sup>2</sup> für die Probe Nr. 5 und 1.411,605 N/mm<sup>2</sup> für die Probe Nr. 8 an. Der nur geringfügig größere Wert der Streifenprobe Nr. 8 signalisiert im Vergleich zu den bei den Screening-Versuchsreihen des Sekundärfaserstoffes und des Zellstoffes erhaltenen Werten einen geringeren positiven Einfluss der zugegebenen Additive auf die Steifigkeit.

### 5.7.3.3 Auswertung der Versuchsergebnisse mit der Statistiksoftware JMP

In Analogie zu den beiden vorangegangenen Versuchsreihen beginnt auch die Auswertung der Versuchsergebnisse der Screening-Versuchsreihe des Holzstoffs mit einer Analyse der Verteilung der Einflussgrößen. Aufgrund einer Übereinstimmung des Versuchsplanes mit demjenigen, der zur Untersuchung des Sekundärfaserstoffes und des Zellstoffes verwendet wurde, kann auch hier von einer Ausgeglichenheit des Versuchs gesprochen werden. Eine Darstellung der Verteilung der Einflussgrößen ist daher nicht erforderlich.

In Analogie zu den beiden vorangegangenen Versuchsreihen kommt zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen den Versuchsparametern und den Messwerten der Screening-Versuchsreihe des Holzstoffs in gleicher Weise die Methode der kleinsten Quadrate zum Einsatz.

Die Summary of Fit-Tabelle (Tabelle 5.26) lässt erkennen, dass bei der Screening-Versuchsreihe des Holzstoffs ebenfalls eine perfekte Modellbildung vorliegt (RSquare = 1).

**Tabelle 5.26:** Summary of Fit

RSquare	1
RSquare Adj	.
Root Mean Square Error	.
Mean of Response	13,36451
Observations (or Sum Wgts)	16

Da der Versuchsplan mit demjenigen übereinstimmt, der auch zur Analyse der beiden anderen Rohstoffe zum Einsatz kam, nehmen die in Tabelle 5.27 aufgeführten Freiheitsgrade Werte an, die identisch mit denen der Screening-Versuchsreihe des Sekundärfaserstoffes und des Zellstoffes sind.

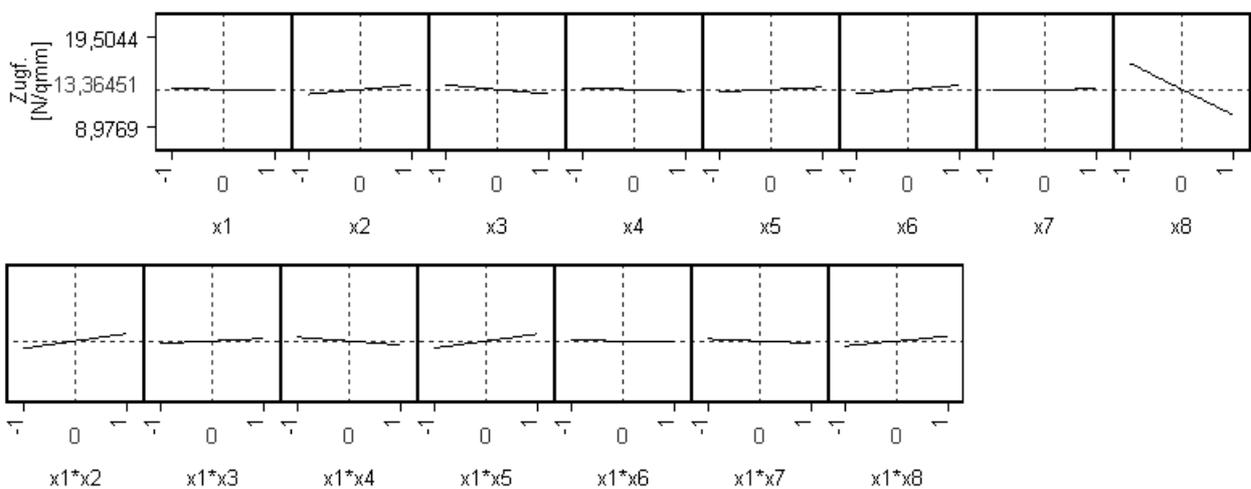
**Tabelle 5.27: Analysis of Variance**

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	15	189,62596	12,6417	.
Error	0	0,00000	.	Prob > F
C. Total	15	189,62596		.

Tabelle 5.28 gibt die in dem linearen Modell enthaltenen, abgeschätzten Parameter wieder. Zur Detektierung von Wechselwirkungseffekten wurde auch hier die erste Spalte der Tabelle 5.10 zusätzlich zu den Einflussgrößen (x 1 bis x 8) als Parameter aufgenommen.

**Tabelle 5.28: Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	13,364514	.	.	.
x1	-0,148225	.	.	.
x2	0,5202846	.	.	.
x3	-0,539155	.	.	.
x4	-0,171994	.	.	.
x5	0,2548305	.	.	.
x6	0,4949275	.	.	.
x7	0,0677278	.	.	.
x8	-2,977425	.	.	.
x1*x2	0,8619963	.	.	.
x1*x3	0,2860472	.	.	.
x1*x4	-0,444519	.	.	.
x1*x5	0,8085596	.	.	.
x1*x6	-0,124367	.	.	.
x1*x7	-0,24639	.	.	.
x1*x8	0,5538452	.	.	.



**Bild 5.20: Prediction Profiler**

Die Vorhersagelinien in Bild 5.20 zeigen, dass mit größeren Werten der Ergebnisgröße bei auftretenden Wechselwirkungen zwischen den chemischen Additiven x 1 und x 2 sowie x 1 und x 5 zu rechnen ist. Erläuterungen zur Vermengung dieser Faktorwechselwirkungen sind Kapitel 5.2.2 und Tabelle 5.10 zu entnehmen. Die Vorhersagelinie für das chemische Additiv x 8 signalisiert, dass eine Konzentration von 1 % bez. auf otro Stoff bei dem hier untersuchten Holzstoff vermutlich zu einer Überladung der Fasern führt, die sich dann in einer Verschlechterung der Festigkeitseigenschaften des Endproduktes äußert.

Tabelle 5.29 ist der Pseudo-Standardfehler für einen t-Test zu entnehmen. In Analogie zu den beiden vorangegangenen Versuchsreihen korrelieren die Parameterschätzungen nicht und besitzen identische Varianzen.

**Tabelle 5.29: Effect Screening**

The parameter estimates have equal variances. The parameter estimates are not correlated.

	Lenth PSE
t-Test Scale	2,1916978

Auch bei der Screening-Versuchsreihe des Holzstoffs kann aufgrund identischer Einträge in den Spalten Original und Orthog Coded der Tabelle 5.30 von einer Orthogonalität und Ausgeglichenheit des Versuchsplans ausgegangen werden.

**Tabelle 5.30: Parameter Estimate Population**

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	13,3645	24,3912	13,3645	24,3912	<,0001
x1	-0,1482	-0,2705	-0,1482	-0,2705	0,7904
x2	0,5203	0,9496	0,5203	0,9496	0,3574
x3	-0,5392	-0,9840	-0,5392	-0,9840	0,3407
x4	-0,1720	-0,3139	-0,1720	-0,3139	0,7579
x5	0,2548	0,4651	0,2548	0,4651	0,6486
x6	0,4949	0,9033	0,4949	0,9033	0,3807
x7	0,0677	0,1236	0,0677	0,1236	0,9033
x8	-2,9774	-5,4340	-2,9774	-5,4340	<,0001
x1*x2	0,8620	1,5732	0,8620	1,5732	0,1365
x1*x3	0,2860	0,5221	0,2860	0,5221	0,6093
x1*x4	-0,4445	-0,8113	-0,4445	-0,8113	0,4299
x1*x5	0,8086	1,4757	0,8086	1,4757	0,1607
x1*x6	-0,1244	-0,2270	-0,1244	-0,2270	0,8235
x1*x7	-0,2464	-0,4497	-0,2464	-0,4497	0,6594
x1*x8	0,5538	1,0108	0,5538	1,0108	0,3281

Wie in den Kapiteln 5.7.1.3 und 5.7.2.3 ausführlich erläutert wurde, muss zur Interpretation der letzten Spalte der Tabelle 5.30 eine Untersuchung der Verteilung der Residuen vorgenommen werden. Für eine dreimalige Wiederholung des willkürlich ausgewählten Einzelversuchs Nr. 14 gibt Tabelle 5.31 die aufgenommenen Versuchsergebnisse, den Modellschätzer und die Fehler wieder.

**Tabelle 5.31:** Versuchsergebnisse, Modellschätzer und Residuen

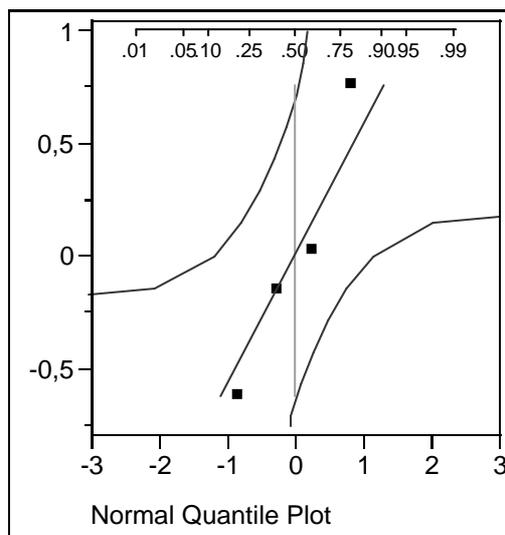
Versuchsergebnisse (Zugfestigkeit) [N/mm <sup>2</sup> ]	Residuen [N/mm <sup>2</sup> ]
15,046 (Referenzwert aus Tabelle 5.25)	-0,156
15,955	0,753
15,229	0,027
14,579	-0,623
Mittelwert = <b>Modellschätzer</b> = 15,202 N/mm <sup>2</sup>	

Wie aus dem in Bild 5.21 dargestellten Q-Q-plot und den in Tabelle 5.32 angegebenen Ergebnissen des Shapiro-Wilk-Tests ersichtlich wird, können die Residuen als normalverteilt bezeichnet werden.

**Tabelle 5.32:** Goodness-of-Fit Test

Shapiro-Wilk W Test

W	Prob<W
0,972045	0,8541

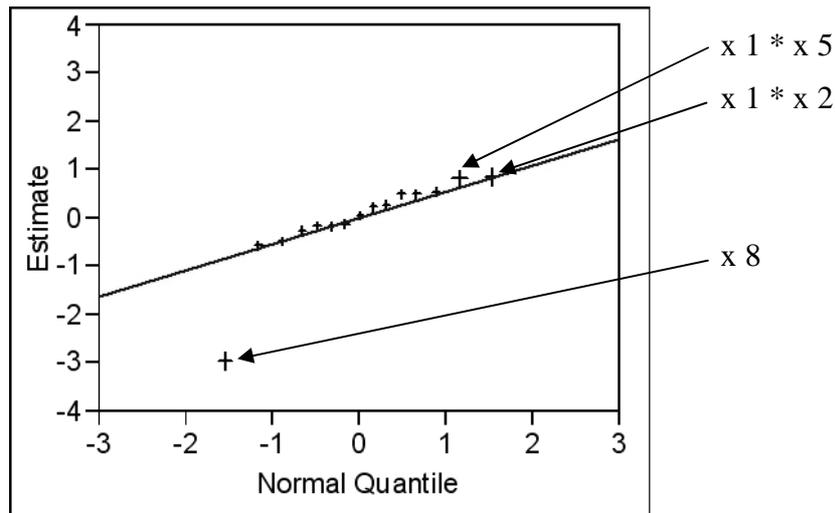


**Bild 5.21:** Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot)

— Normal(4,4e-16,0,57161)

Die letzte Spalte der Tabelle 5.30 verdeutlicht also abschließend, dass außer dem Effekt, der durch das chemische Additiv x 8 hervorgerufen wird, kein weiterer Effekt als statistisch signifikant zu bezeichnen ist. Da die Zugabe des chemischen Additivs x 8 allerdings einen negativen Einfluss auf die Zugfestigkeit des Endproduktes ausübt (siehe Bild 5.20) und die Optimierung der mechanischen Eigenschaften als vorderstes Ziel deklariert wurde, kann das Additiv x 8 für den weiteren Verlauf dieser Arbeit als bedeutungslos angesehen werden.

Bild 5.22 zeigt einen Normal Plot der in Tabelle 5.30 enthaltenen Parameterschätzungen. Die Statistiksoftware interpretiert den Parameter x 8 als starke Einflussgröße und signalisiert Faktorwechselwirkungen zwischen den Parametern x 1 und x 2 sowie x 1 und x 5.



**Bild 5.22:** Normal Plot für die Ergebnisgröße

Blue line is Lenth's PSE, from the estimates population.

Da auf die Bedeutung des chemischen Additivs x 8 für den weiteren Verlauf dieser Arbeit bereits ausführlich eingegangen wurde, entfällt eine Erklärung des Erscheinens dieser Einflussgröße in Bild 5.22. Aus Tabelle 5.30 sind für die Wechselwirkungen zwischen den Additiven x 1 und x 2 sowie x 1 und x 5 p-Werte von 0,1365 bzw. 0,1607 abzulesen. Da beide Effektgrößen nicht signifikant in ihrer Ausprägung sind, lassen sich die Effekte aller dahinter verborgenen Wechselwirkungseffekte ebenfalls vernachlässigen. Zusammenfassend geht aus der Auswertung mit der Statistiksoftware JMP folglich hervor, dass kein chemisches Additiv in weiteren Versuchsreihen berücksichtigt werden muss.

## 5.8 Zusammenfassung und Interpretation der Versuchsergebnisse

Tabelle 5.33 stellt die wichtigsten Ergebnisse der durchgeführten Screening-Versuchsreihen in übersichtlicher Form dar. Bei einem Vergleich der Zugfestigkeiten, die bei der Verwendung der Rohstoffe im Ausgangszustand erzielt werden, fällt die sehr niedrige Festigkeit des Sekundärfaserstoffes auf. Zellstoff und Holzstoff besitzen deutlich größere Zugfestigkeiten. Bei einem Vergleich der Faktoren, um die sich die Zugfestigkeiten durch die Zugabe chemischer Additive jeweils bezogen auf den Ausgangsrohstoff erhöhen lassen, ist festzustellen, dass der Faktor bei Sekundärfaserstoff mit 5,61 sehr hoch, bei Zellstoff mit 1,66 schon geringer und bei Holzstoff mit 1,11 nochmals deutlich kleiner ausfällt. Derselbe Effekt lässt sich qualitativ auch bei einem Vergleich der in den Kapiteln 5.7.1.2, 5.7.2.2 und 5.7.3.2 berechneten Zug-E-Moduln beobachten.

Tabelle 5.34 sind spezifische Eigenschaften der verwendeten Rohstoffe zu entnehmen. Die angegebenen mittleren Faserlängen für Zellstoff und Holzstoff basieren auf den in Bild 5.23 dargestellten Faserlängenverteilungskurven. Bei einem Vergleich zwischen Zellstoff und Holzstoff (Magazin-TMP, siehe Kapitel 5.7.3) wird deutlich, dass der Anteil an Fasern mit Längen im Bereich zwischen 1,5 und ungefähr 4 mm bei Zellstoff deutlich höher ausfällt als bei Magazin-TMP. Die Angabe der mittleren Faserlänge des Sekundärfaserstoffes basiert auf einem Anhaltswert der Firma Smurfit Kappa Europa Carton GmbH. Aufgrund der Tatsache, dass bei der Fraktionierung keine 100 %ige Trennung des Lang- von dem Kurzfaserteil erfolgen kann, ist mit leichten Schwankungen bei dem in Tabelle 5.34 genannten Wert zu rechnen.

Grundsätzlich lässt sich sagen, dass die Festigkeitseigenschaften von Papier oder papierähnlichen, faserigen Materialien umso besser werden, je länger die einzelnen Fasern sind. Folglich besitzt

Zellstoff die größte Festigkeit, da die langen Fasern für eine hohe Bruchlast und eine große Arbeitsaufnahme sorgen (siehe Tabelle 5.34). Zudem enthält Zellstoff herstellungsbedingt einen großen Anteil an Fasern in natürlicher Länge und zeichnet sich durch sehr geschmeidige Fasern aus /VDP/. Sekundärfaserstoff besitzt aufgrund der Tatsache, dass der Rohstoff mindestens schon einmal den gesamten Papierkreislauf durchlaufen hat, kürzere Fasern als Primärfaserstoff. Aufgrund des existierenden funktionalen Zusammenhangs zwischen der Dehnung und der Faserlänge besitzt Sekundärfaserstoff ein schlechtes Dehnungsvermögen. Da der untersuchte Rohstoff Altpapier der Sorten 1.02 enthält, also eine Mischung verschiedener Papier- und Pappenqualitäten, die maximal zu 40 % aus Zeitungen und Illustrierten besteht, und die Druckfarben aufgrund eines fehlenden Deinking-Prozesses nicht entfernt wurden, kann von einem sehr hohen Ascheanteil ausgegangen werden, der sich zusätzlich negativ auf das Dehnungsverhalten auswirkt. Im Gegensatz dazu weisen Primärfaserstoffe wegen ihrer längeren Fasern und eines praktisch nicht vorhandenen Ascheanteils bessere Dehnungseigenschaften auf, so die Aussage eines Experten der Norske Skog Walsum GmbH.

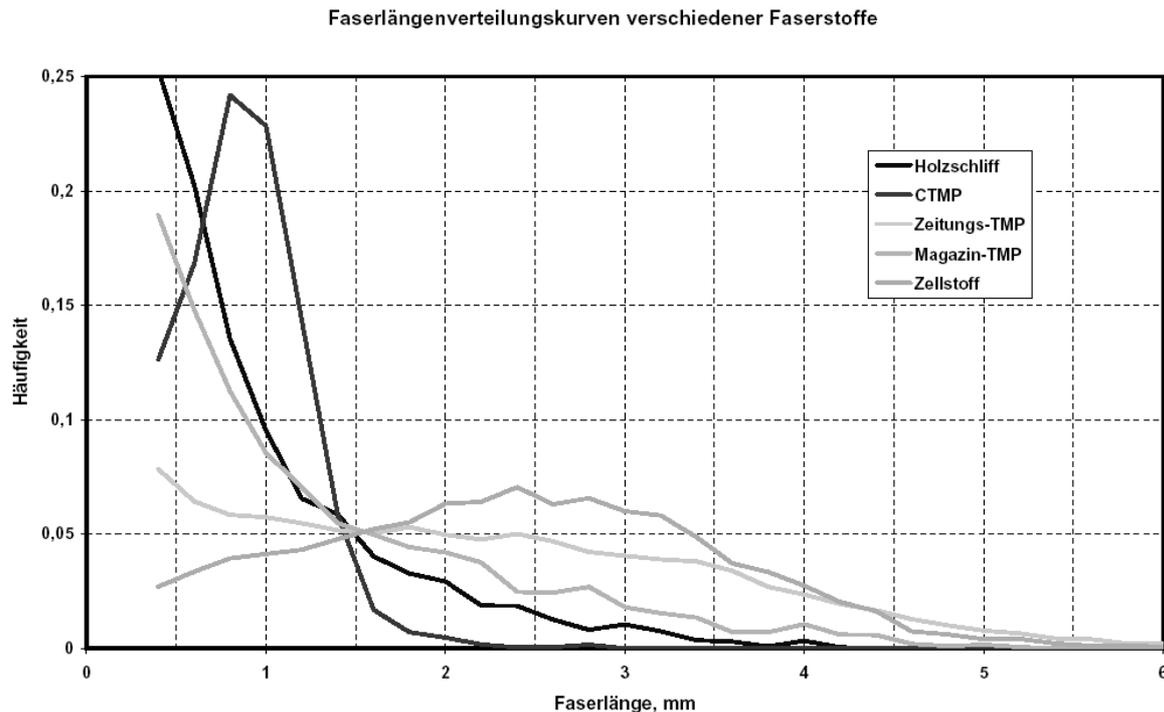
**Tabelle 5.33:** Zusammenfassung der Ergebnisse der Screening-Versuchsreihen

Rohstoff	Zugfestigkeit ohne chem. Additive [N/mm <sup>2</sup> ]	max. Zugfestigkeit mit chem. Additiven [N/mm <sup>2</sup> ]	max. Zugfestigk. mit chem. Add./Zugfestigk. ohne chem. Add. [ ]	Konstellation der chem. Additive bei max. Zugfestigkeit	als statistisch signifikant zu bezeichnendes chem. Additiv
Sekundärfaserstoff	4,871	27,312	5,61	kat. Nassfestm. + kat. Trockenfestm. + kat. Leim + nicht ion. Leim	nicht ion. Leim
Zellstoff	20,503	34,045	1,66	kat. Nassfestm. + kat. Trockenfestm. + an. Kart.stärke	
Holzstoff	17,559	19,504	1,11	kat. Nassfestm. + kat. Trockenfestm. + kat. Leim + kat. Kart.stärke	

**Tabelle 5.34:** Charakteristika der untersuchten Faserstoffe /FRI04/

Rohstoff	Dichte [kg/m <sup>3</sup> ] <sup>15)</sup>	Mahlgrad [SR]	Bruchlast einer Faser [N]	Arbeitsaufnahme einer Faser [mJ]	mittlere Faserlänge [mm]	Deinking/Bleichung
Sekundärfaserstoff	524,123 - 986,021	45 - 55	k. A.	k. A.	ca. 1,3	nicht deinkt
Zellstoff	507,025 - 1.009,155	26	62,13	146,6	ca. 2,7	gebleicht
Holzstoff	529,841 - 881,388	76	56,71	77,82	ca. 1,7	gebleicht

<sup>15)</sup> Bei ansonsten konstant gehaltenen Parametern ergeben sich die kleineren Werte bei fehlender Verdichtung, die größeren bei einer eingesetzten Presskraft von 150 kN, die unter allen möglichen Prozessparametern den mit Abstand dominierendsten Einflussfaktor bzgl. der Dichte darstellt (vgl. Kapitel 6.1)



**Bild 5.23:** Faserlängenverteilungskurven verschiedener Faserstoffe /NORb/

In Kapitel 2.3.3 wurde erwähnt, dass die Papierfasern aus Celluloseketten bestehen, welche an ihrer Oberfläche viele OH-Gruppen besitzen, die sich mit Hilfe der in der Fasersuspension enthaltenen Wassermoleküle verbinden. Die einzelnen Fasern schließen sich also aufgrund von Wasserstoffbrückenbindungen zu einem Stoffverbund zusammen. Zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften besteht die Möglichkeit, die Fasern durch mechanische Schleifverfahren aufzurauen, d. h. zu mahlen. Dies führt zu einem Abstreifen einzelner Fibrillen an den Fasern, wodurch deren Oberfläche vergrößert wird und sich weitere Wasserstoffbindungen zwischen den Cellulosefibrillen benachbarter Fasern ausbilden können (siehe Bild 2.14). Je stärker ein Faserstoff gemahlen wird, desto mehr Bindungsmöglichkeiten existieren und desto kräftiger ist der gesamte Faserverbund.

Aufgrund des geringen Mahlgrades von 45 bis 55 SR sind die Fasern des Sekundärfaserstoffes nur wenig aufgeraut. Der Faserverbund wird also durch eine relativ geringe Anzahl an Wasserstoffbindungen zusammengehalten. Informationen eines Experten der Norske Skog Walsum GmbH zufolge lassen sich in einem solchen Fall chemische Additive, die primär zusätzliche Wasserstoffbrückenbindungen erzeugen, sehr gut zur Stärkung des Faserverbundes und damit auch zur Erhöhung der Festigkeit eines Faserformproduktes einsetzen (siehe Tabelle 5.33). Die Bilder 5.6 und 5.7 verdeutlichen, dass chemische Additive auch dazu beitragen, das Dehnungsvermögen des Faserstoffes zu erhöhen.

Bei Zellstoff und in ganz besonderem Maße bei Holzstoff existieren aufgrund des ausgedehnten Mahlprozesses bereits so viele Wasserstoffbrückenbindungen, dass sich durch chemische Zusatzstoffe weitere Bindungsglieder deutlich schwieriger in den Faserverbund einbringen lassen. Mit einem Schopper-Riegler-Wert von 76 SR ist der untersuchte Holzstoff am stärksten gemahlen. Folglich bietet dieser Rohstoff die geringsten Möglichkeiten, die Festigkeitseigenschaften mit Hilfe chemischer Additive zu optimieren (siehe Tabelle 5.33). Diesbezüglich mehr Potential besitzt der im Rahmen der Versuchsreihe eingesetzte Zellstoff, dessen Mahlgrad mit einem Schopper-Riegler-Wert von 26 SR unterhalb desjenigen des Holzstoffs liegt. Ein Blick in Tabelle 5.35 zeigt, dass die nominellen Mahlgrade von Holzstoff und Zellstoff nicht miteinander vergleichbar sind.

**Tabelle 5.35:** Übliche Mahlgrade verschiedener Faserstoffe /GRU05/

Zellstoff		
• ungemahlen	13-17 SR	chemischer Aufschluss liefert intakte Fasern mit relativ unbeschädigter Oberfläche
• niedrig gemahlen	20-25 SR	
• mittel gemahlen	30-40 SR	
• hoch gemahlen	50-60 SR	
• extrem hoch gemahlen	80-90 SR	
Holzstoff		
• Grobschliff	40-60 SR	wird schon bei der Herstellung automatisch gemahlen
• Normalschliff	60-75 SR	
• Feinschliff	70-80 SR	
Altpapier		
• gemischtes Altpapier	35-40 SR	enthält gemahlene Faserstoff, zusätzliche Mahlwirkung bei der Aufbereitung, teilweise Entfernung von Feinstoff
• Deinkingstoff (DIP)	60-65 SR	

Der hier verwendete Zellstoff lässt sich laut Tabelle in die Kategorie niedrig bis mittel gemahlen einordnen. Ein vergleichbarer Holzstoff ließe sich als grob bis normal geschliffen bezeichnen und besäße einen Mahlgrad von ca. 60 SR. Der hier verwendete Sekundärfaserstoff weist somit effektiv den kleinsten Mahlgrad auf. Das Potential zur Erhöhung der Zugfestigkeit mit Hilfe chemischer Additive ist folglich umso größer, je geringer der Mahlgrad des Rohstoffes ausfällt.

## 6 Einfluss der Prozessparameter

In Kapitel 5 wurde der Einfluss von Zusatzstoffen auf die mechanischen Eigenschaften von Faserformprodukten analysiert. Die in Kapitel 4.2 erläuterten Prozessparameter sind in Abhängigkeit des verwendeten Rohstoffes für die Dauer der durchgeführten Versuche konstant gehalten worden. In diesem Kapitel soll nun in Abhängigkeit des zum Einsatz kommenden Rohstoffes ebenfalls im Rahmen von Screening-Versuchsreihen eruiert werden, ob eine Veränderung der Prozessparameter Auswirkungen auf die mechanischen Eigenschaften von Faserformprodukten hat. Ziel ist es also, für die in Kapitel 5.7 vorgestellten Versuchsrohstoffe diejenigen Prozessparameter zu bestimmen, die einen signifikanten Einfluss auf die Zugfestigkeit der in Kapitel 5.3 als Versuchsobjekt deklarierten Streifenprobe besitzen. Da die acht in Kapitel 4.2 erläuterten Prozessparameter als Einflussgrößen (x 1 bis x 8) definiert werden, kann der in Kapitel 5.2.2 aufgestellte Versuchsplan für die durchzuführenden Screening-Versuchsreihen Verwendung finden. In Kapitel 5.5 ist erwähnt worden, dass sich für jeden der untersuchten Rohstoffe geeignete Prozessparameter finden ließen, die für die Dauer der durchgeführten Versuche konstant gehalten wurden. Die Niveaus -1 und 1 der Einflussgrößen x 1 bis x 8 bedeuten für die nun durchzuführenden Versuche, dass von den geeigneten Prozessparametern entsprechend abgewichen werden muss. Der Versuchsablauf ist bis auf die Zugabe der chemischen Additive identisch mit dem, der in Kapitel 5.4 ausführlich beschrieben wurde.

### 6.1 Auswirkungen einer Prozessparametervariation auf den Faserformprozess

Die Auswirkungen einer Veränderung der Prozessparameter auf den Faserformprozess sollen im Folgenden kurz erläutert werden:

**Pulpenmenge und Anformdauer:** Beide Einflussgrößen sollten idealerweise aufeinander abgestimmt sein, denn beide beeinflussen die Dicke des Faservlieses, das sich auf dem Sieb des Anformwerkzeuges bildet. Je mehr Pulpe für einen Anformvorgang zur Verfügung steht, desto mehr Faserschichten lassen sich übereinander erzeugen. Voraussetzung dafür ist allerdings, dass die zur Verfügung stehende Entwässerungszeit (Anformdauer) ausreichend groß gewählt wird.

**Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang:** Der Zeitraum, über den die Druckluft in dem Anformbehälter auf das angeformte Faservlies einwirkt, bestimmt dessen Feuchtigkeitsgehalt, mit dem es an die nächste Bearbeitungsstation übergeben wird. Je größer der Zeitraum ist, desto mehr direkte Wasserstoffbindungen bilden sich zwischen den Fibrillen benachbarter Fasern aus.

**Anformdruck:** Die Höhe des Druckes, mit dem die Fasersuspension über dem Sieb des Anformwerkzeuges entwässert wird, beeinflusst die Dichte des angeformten Faservlieses. Je höher der Druck ist, desto näher werden die OH-Gruppen der Fasern und die Wassermoleküle aneinander gedrückt und desto mehr Wasserstoffbrücken können sich bilden.

**Presskraft:** Die Verdichtung des angeformten Faservlieses mit Hilfe einer Presse ruft in weitaus größerem Maße denselben Effekt hervor, den ein hoher Anformdruck bewirkt.

**Temperatur und Zeitdauer im Trocknungsofen:** Eine hohe Trocknungstemperatur sorgt für eine schnelle Ausbildung direkter Wasserstoffbindungen zwischen den Cellulosefibrillen benachbarter Fasern. Wird eine niedrigere Temperatur gewählt, muss zur Erzielung desselben Effektes eine größere Zeitdauer im Trocknungsofen vorgesehen werden. Da die Faserformprodukte im Ofen auf eine Restfeuchte von 5 - 10 Gew.-% getrocknet werden, ist dieser Prozessschritt für die Erzielung der Endfestigkeit des Faserformproduktes um ein Vielfaches bedeutender als das Vortrocknen des angeformten Faservlieses.

**Konzentration:** Die Konzentration der Fasersuspension bestimmt die Dicke des angeformten Faservlieses. Je höher die Konzentration gewählt wird, desto größer fällt der Anteil an Fasern bezogen auf das in der Suspension enthaltene Wasser aus und desto mehr Fasern lagern sich auf dem Sieb des Anformwerkzeuges ab.

## 6.2 Grenzwerte der Prozessparameter

Die Werte der Prozessparameter, die sich in Abhängigkeit des verwendeten Rohstoffes im Rahmen der in Kapitel 5.5 erwähnten Vorversuche als geeignet erwiesen, wurden als Ausgangspunkt definiert. Unter Beachtung der physikalischen Grenzen des Faserformprozesses und der Faserformversuchsanlage ließ sich um diesen Ausgangspunkt ein Bereich festlegen, dessen Grenzen durch diejenigen Werte der Prozessparameter beschrieben werden, die für die folgenden Screening-Versuchsreihen von Bedeutung sind.

Die Höhe der Konzentration der Fasersuspension wird sowohl durch die Leistung der Tauchpumpe als auch durch die Durchlässigkeit des Anformsiebes, die von dessen Maschenweite und Drahtdurchmesser abhängt, begrenzt. Für die Presskraft, mit der die angeformten Faservliese zu flachen Werkstücken umgeformt und anschließend verdichtet werden, wurde in Kapitel 5.5.1 ein Wert von 150 kN genannt, der in den folgenden Screening-Versuchsreihen als Maximalwert unter Berücksichtigung des Potentials der Pressstation der Faserformversuchsanlage definiert wird. Die Temperatur und die Verweildauer im Trocknungsofen dürfen nicht beliebig hoch gewählt werden, da eine Verkohlung der Oberfläche der verdichteten Faservliese zu unbrauchbaren Versuchsergebnissen führen würde. Da die profilierten Spannbacken der in Bild 5.2 gezeigten Versuchseinrichtung nicht beliebig dicke Streifenproben aufnehmen können, sind obere Grenzwerte bei den Prozessparametern

tern Pulpenmenge, Anforddauer und Konzentration unumgänglich. Die Konzentration wird bereits durch die oben genannten, nicht veränderbaren Anlagenparameter begrenzt. Die maximale Pulpenmenge ist durch das Fassungsvermögen des Anformbehälters von 34 l ebenfalls vorgegeben. Tabelle 6.1 zeigt in Abhängigkeit des verwendeten Rohstoffes die Grenzwerte der Prozessparameter, die den Niveaus -1 und 1 entsprechen, die in dem in Kapitel 5.2.2 aufgestellten Versuchsplan aufgeführt sind.

**Tabelle 6.1:** Grenzwerte der Prozessparameter

Niveau	Sekundärfaserstoff		Zellstoff		Holzstoff	
	-1	1	-1	1	-1	1
$V_P$ [l]	25	34	25	34	25	34
$p_A$ [bar]	1	3	1	3	1	3
$t_A$ [s]	80	280	80	280	30	150
$t_{Tr.}$ [s]	40	140	40	140	30	150
$F_P$ [kN]	0	150	0	150	0	150
$T_{Ofen}$ [°C]	100	300	100	300	100	300
$t_{Ofen}$ [min]	5	15	5	15	5	15
$c$ [%]	0,35	0,85	0,25	0,75	0,75	1,25

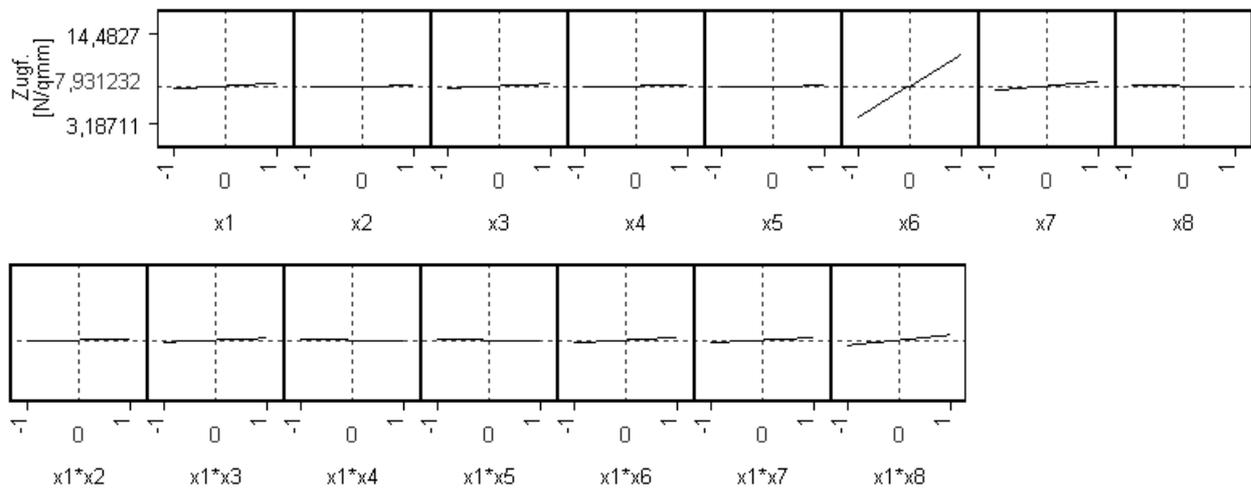
Beim Aufbringen einer maximalen Presskraft von 150 kN mit der in Bild 5.3 dargestellten Hydraulikpresse werden die angeformten Faservliese mit einer Flächenpressung von 5 N/mm<sup>2</sup> verdichtet. Aufgrund rohstoffspezifischer Eigenschaften weisen die Niveaus einiger Prozessparameter unterschiedliche Werte auf.

### 6.3 Versuchsergebnisse und deren Auswertung mit der Statistiksoftware JMP

Ziel der in diesem Kapitel behandelten Screening-Versuchsreihen soll die Klärung der Frage sein, ob eine Veränderung der Prozessparameter zu einer Steigerung der Zugfestigkeiten derjenigen Streifenproben führt, die unter Verwendung chemischer Additive, aber unter konstanten Prozessparametern hergestellt wurden. Von besonderem Interesse ist es herauszufinden, ob sich eine Erhöhung der Werte einzelner Prozessparameter lohnt oder ob es eventuell möglich ist, den Wert eines Parameters aus wirtschaftlichen Gründen zu verkleinern, da er keinen Einfluss auf die Festigkeit eines Faserformproduktes nimmt.

Die Auswertung der im Rahmen dieser Screening-Versuchsreihen erhaltenen Ergebnisse erfolgte in Analogie zu der, die in den Kapiteln 5.7.1.3, 5.7.2.3 und 5.7.3.3 ausführlich erläutert wurde. Zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen den Versuchsparametern und den Messwerten kam, wie auch bei den vorangegangenen Screening-Versuchsreihen, die Methode der kleinsten Quadrate zum Einsatz, die in allen in diesem Kapitel behandelten Versuchen, die sich durch eine Ausgeglichenheit und Orthogonalität auszeichneten, für eine perfekte Modellbildung sorgte (RSquare = 1). Die Parameterschätzungen korrelierten dabei nicht und besaßen identische Varianzen. Zur Detektierung von Wechselwirkungseffekten wurde die erste Spalte der Tabelle 5.10 zusätzlich zu den Einflussgrößen (x 1 bis x 8) als Parameter aufgenommen. Eine abschließende Untersuchung der Verteilung der Residuen, die in Analogie zu derjenigen erfolgte, die in den Kapiteln 5.7.1.3, 5.7.2.3 bzw. 5.7.3.3 beschrieben wurde, brachte die Erkenntnis, dass die Residuen als normalverteilt angesehen werden können.

Als wichtigstes Versuchsergebnis ist die grundsätzliche Möglichkeit zur Erhöhung der Zugfestigkeit einer Streifenprobe infolge einer Variation der Prozessparameter zu nennen. Es ist davon auszugehen, dass damit auch eine positive Beeinflussung der Steifigkeit einhergeht. Auf eine entsprechende Darstellung in Analogie zu den Bildern 5.6, 5.7, 5.13, 5.14 sowie 5.18 und 5.19 soll an dieser Stelle allerdings verzichtet werden.



mit:

x 1 = Konzentration

x 2 = Pulpenmenge

x 3 = Anformdruck

x 4 = Anformdauer

x 5 = Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang

x 6 = Presskraft

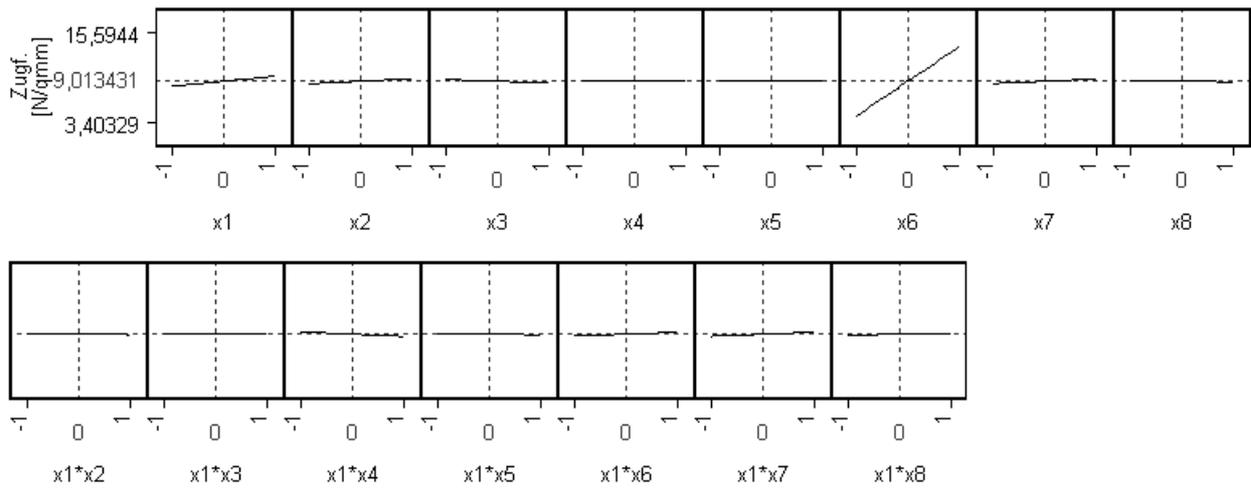
x 7 = Temperatur im Trocknungsofen

x 8 = Zeitdauer im Trocknungsofen

**Bild 6.1:** Prediction Profiler für Sekundärfaserstoff

**Tabelle 6.2:** Parameter Estimate Population für Sekundärfaserstoff

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	7,93123	25,6344	7,93123	25,6344	<,0001
x1	0,36918	1,1932	0,36918	1,1932	0,2513
x2	0,01256	0,0406	0,01256	0,0406	0,9681
x3	0,26752	0,8646	0,26752	0,8646	0,4009
x4	0,09668	0,3125	0,09668	0,3125	0,7590
x5	0,01201	0,0388	0,01201	0,0388	0,9696
x6	3,80830	12,3088	3,80830	12,3088	<,0001
x7	0,52469	1,6958	0,52469	1,6958	0,1106
x8	-0,08826	-0,2853	-0,08826	-0,2853	0,7793
x1*x2	0,16083	0,5198	0,16083	0,5198	0,6108
x1*x3	0,25170	0,8135	0,25170	0,8135	0,4286
x1*x4	-0,08275	-0,2675	-0,08275	-0,2675	0,7928
x1*x5	-0,05102	-0,1649	-0,05102	-0,1649	0,8712
x1*x6	0,32172	1,0398	0,32172	1,0398	0,3149
x1*x7	0,30048	0,9712	0,30048	0,9712	0,3469
x1*x8	0,64784	2,0939	0,64784	2,0939	0,0537



mit:

x 1 = Konzentration

x 5 = Pulpenmenge

x 2 = Anformdruck

x 6 = Presskraft

x 3 = Anformdauer

x 7 = Temperatur im Trocknungssofen

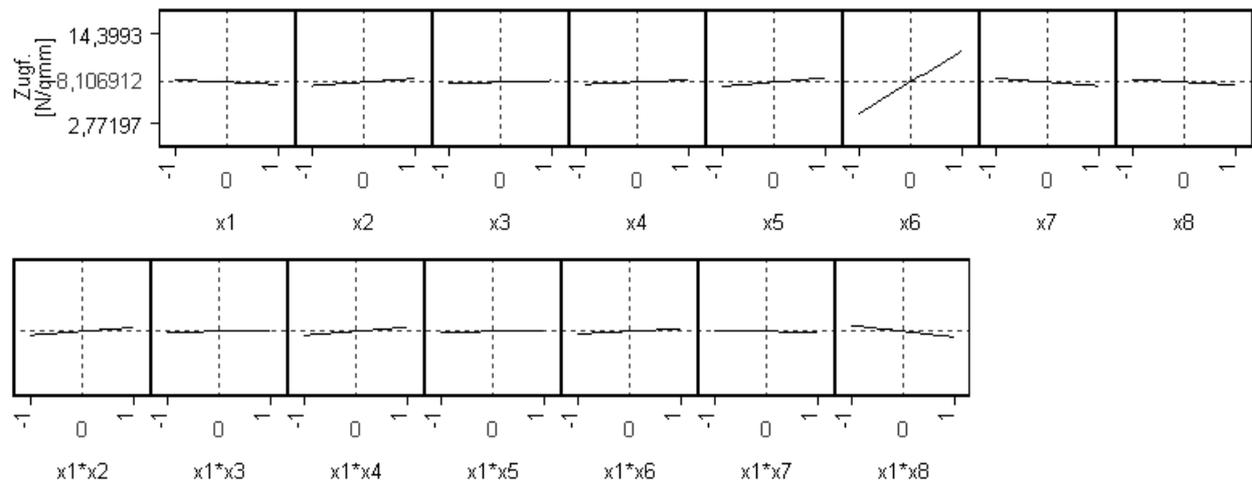
x 4 = Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang

x 8 = Zeitdauer im Trocknungssofen

**Bild 6.2:** Prediction Profiler für Zellstoff

**Tabelle 6.3:** Parameter Estimate Population für Zellstoff

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	9,01343	34,4363	9,01343	34,4363	<,0001
x1	0,68536	2,6184	0,68536	2,6184	0,0194
x2	0,34442	1,3159	0,34442	1,3159	0,2080
x3	-0,21845	-0,8346	-0,21845	-0,8346	0,4170
x4	-0,03225	-0,1232	-0,03225	-0,1232	0,9036
x5	-0,00113	-0,0043	-0,00113	-0,0043	0,9966
x6	4,61832	17,6445	4,61832	17,6445	<,0001
x7	0,31395	1,1995	0,31395	1,1995	0,2490
x8	-0,07792	-0,2977	-0,07792	-0,2977	0,7700
x1*x2	-0,05556	-0,2123	-0,05556	-0,2123	0,8347
x1*x3	-0,03262	-0,1246	-0,03262	-0,1246	0,9025
x1*x4	-0,29825	-1,1395	-0,29825	-1,1395	0,2724
x1*x5	-0,07986	-0,3051	-0,07986	-0,3051	0,7645
x1*x6	0,26181	1,0002	0,26181	1,0002	0,3331
x1*x7	0,27522	1,0515	0,27522	1,0515	0,3097
x1*x8	0,13054	0,4987	0,13054	0,4987	0,6252



mit:

x 1 = Konzentration

x 5 = Pulpenmenge

x 2 = Anformdruck

x 6 = Presskraft

x 3 = Anformdauer

x 7 = Temperatur im Trocknungssofen

x 4 = Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang

x 8 = Zeitdauer im Trocknungssofen

**Bild 6.3:** Prediction Profiler für Holzstoff

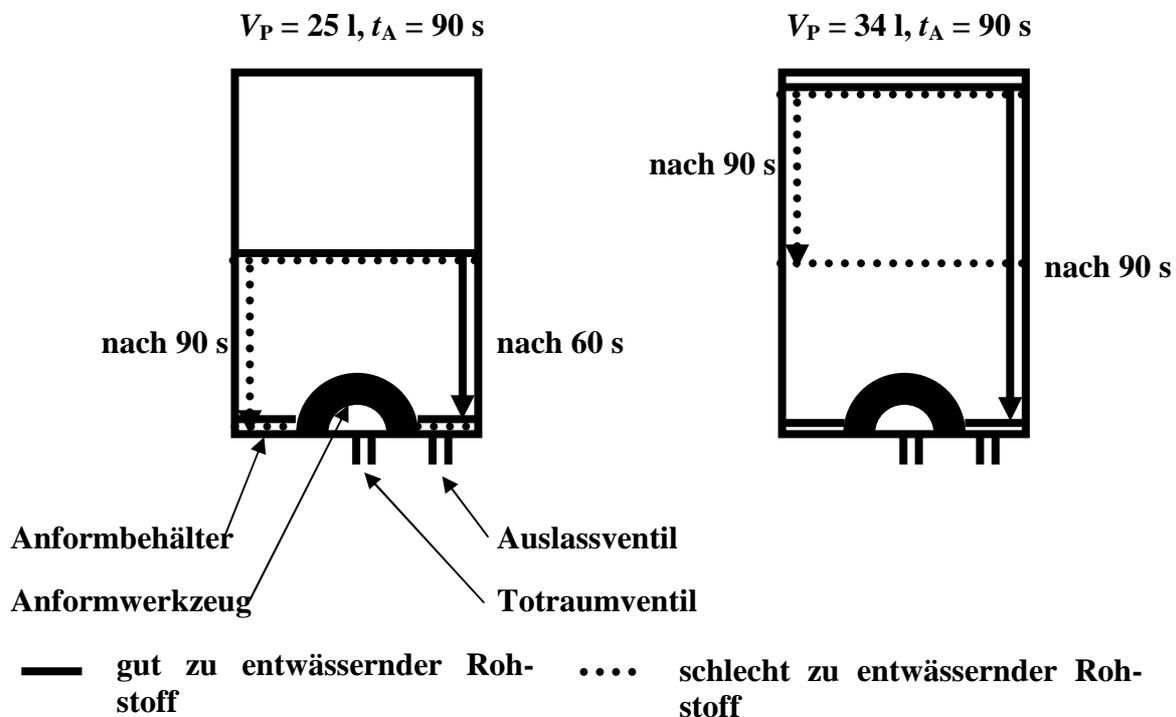
**Tabelle 6.4:** Parameter Estimate Population für Holzstoff

Term	Original	t Ratio	Orthog Coded	Orthog t Test	Prob> t
Intercept	8,10691	15,4550	8,10691	15,4550	<,0001
x1	-0,31070	-0,5923	-0,31070	-0,5923	0,5625
x2	0,46472	0,8859	0,46472	0,8859	0,3896
x3	0,17133	0,3266	0,17133	0,3266	0,7485
x4	0,28124	0,5362	0,28124	0,5362	0,5997
x5	0,54035	1,0301	0,54035	1,0301	0,3193
x6	3,96387	7,5567	3,96387	7,5567	<,0001
x7	-0,48094	-0,9169	-0,48094	-0,9169	0,3737
x8	-0,37014	-0,7056	-0,37014	-0,7056	0,4912
x1*x2	0,49265	0,9392	0,49265	0,9392	0,3625
x1*x3	0,11952	0,2279	0,11952	0,2279	0,8228
x1*x4	0,51118	0,9745	0,51118	0,9745	0,3453
x1*x5	0,15718	0,2996	0,15718	0,2996	0,7686
x1*x6	0,32926	0,6277	0,32926	0,6277	0,5396
x1*x7	-0,14355	-0,2737	-0,14355	-0,2737	0,7881
x1*x8	-0,74373	-1,4178	-0,74373	-1,4178	0,1767

Die Bilder 6.1, 6.2 und 6.3 veranschaulichen in Abhängigkeit des jeweiligen Rohstoffes, inwiefern sich eine Veränderung der Werte der Prozessparameter auf die Zugfestigkeiten der hergestellten Streifenproben auswirkt. Zur Beurteilung eines beobachteten Effektes, also zur Entscheidung, ob es sich um einen wirklichen Effekt oder um eine zufällige Beobachtung bei fehlendem Effekt handelt, werden die Bilder 6.1, 6.2 und 6.3 durch die Tabellen 6.2, 6.3 und 6.4 ergänzt, die die zur Klärung des Sachverhaltes relevanten p-Werte enthalten.

Eine Veränderung der Anformdauer und der Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang scheinen unabhängig vom verwendeten Rohstoff keinen nennenswerten Einfluss auf die Ergebnisgröße zu

nehmen. Das Gleiche lässt sich von der Pulpenmenge bei Verwendung von Sekundärfaserstoff oder Zellstoff behaupten. Bei einer Betrachtung der Vorhersagelinien für den Parameter Pulpenmenge in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 fällt die im Vergleich zu Sekundärfaserstoff und Zellstoff größere Steigung der Vorhersagelinie bei Holzstoff auf. Diese Beobachtung deutet auf einen höheren Wert der Ergebnisgröße hin, wenn eine Veränderung der Einstellung des Parameters Pulpenmenge in Richtung des Niveaus 1 vorgenommen wird. Dieser Umstand muss allerdings auf einen Versuchs- oder Auswertefehler und auf eine dadurch verursachte Fehlinterpretation der Statistiksoftware zurückgeführt werden. Durch Versuche bestätigt ist die Tatsache, dass eine Erhöhung der Pulpenmenge unter der Voraussetzung, dass ein gut zu entwässernder Rohstoff vorliegt, zu einem Anstieg der Dicke eines Faserformproduktes führt. Aus der Papierindustrie ist bekannt, dass stärkere Mahlung die Entwässerung eines Faserstoffes verschlechtert /GRU08/. Folglich weist Holzstoff das schlechteste, Sekundärfaserstoff das beste Entwässerungsverhalten auf. Bild 6.4 soll den Zusammenhang zwischen der Entwässerungsfähigkeit eines Faserstoffes, der Pulpenmenge und der Dicke eines entstehenden Faserformproduktes unter Verwendung fiktiver Werte relevanter Prozessparameter schematisch darstellen.



**Bild 6.4:** Schematische Darstellung des Zusammenhangs zwischen der Entwässerungsfähigkeit eines Faserstoffes, der Pulpenmenge und der Dicke eines entstehenden Faserformproduktes

Es ist ersichtlich, dass die Verwendung einer geringen Pulpenmenge bei Vorhandensein eines gut zu entwässernden Rohstoffes dazu führt, dass nach einer relativ kurzen Zeit sämtliche wässrigen Bestandteile der Pulpe durch das Totraumventil entwichen sind. Nach einer in beiden Bildern konstant angenommenen Anformzeit  $t_A = 90 \text{ s}$  würden dann weder wässrige noch faserige Bestandteile das Auslassventil passieren. Die Anformzeit von 90 s wäre also zu lang gewählt. Sie würde aber die Möglichkeit bieten, einen höher gemahlten und damit höher festeren Rohstoff mit einem entsprechend schlechteren Entwässerungsverhalten einzusetzen /PAP/. In beiden Fällen würde sich auf dem Anformwerkzeug ein gleich dickes Flies bilden. Beim Einsatz eines gut entwässerbaren Rohstoffes ließe sich bei gleicher Anformzeit allerdings die Pulpenmenge erhöhen mit dem Erfolg, ein dickeres Flies auf dem Anformwerkzeug zu erzeugen. Bei der Verwendung eines schlechter zu

entwässernden Rohstoffes würde eine Vergrößerung der Pulpenmenge keinen Vorteil bringen. Die wässrigen Bestandteile der Pulpe könnten bei der konstant angenommenen Anformzeit von 90 s nicht vollständig durch das Totraumventil entweichen. Das Auslassventil würden sowohl faserige als auch wässrige Bestandteile der Pulpe passieren mit der Konsequenz, dass sich kein dickeres Flies auf dem Anformwerkzeug bildet.

Der Effekt einer Dickenzunahme eines Faserformproduktes aufgrund einer Erhöhung der Pulpenmenge lässt sich nennenswert folglich nur bei niedrig gemahlten Rohstoffen, in dem hier vorliegenden Fall also bei Sekundärfaserstoff, beobachten. Eine Analyse des entsprechenden Versuchsplanes, auf dessen explizite Darstellung an dieser Stelle verzichtet werden soll, da sie für das weitere Verständnis der Arbeit nicht erforderlich ist, zeigt, dass jeweils zwei Versuche (einmal  $V_P = 25$  l und einmal  $V_P = 34$  l) existieren, bei denen weitere, die Dicke direkt bzw. indirekt beeinflussende Parameter ( $c$ ,  $p_A$ ,  $t_A$ ,  $F_P$ ) identisch sind. Unterschiede lassen sich lediglich bei den nicht die Dicke beeinflussenden Parametern ( $t_{Tr}$ ,  $T_{Ofen}$ ,  $t_{Ofen}$ ) verzeichnen. Als Ergebnis kann festgehalten werden, dass aus sämtlichen Versuchen, die mit einer größeren Pulpenmenge durchgeführt werden, dickere Streifenproben hervorgehen. Ein Zusammenhang zwischen der Dicke und der Zugfestigkeit der jeweiligen Streifenproben lässt sich allerdings nicht bestätigen (siehe Tabelle 6.5).

**Tabelle 6.5:** Dicken und Zugfestigkeiten von mit unterschiedlich großer Pulpenmenge hergestellten Streifenproben aus Sekundärfaserstoff

Dicke $d$ gemittelt [mm]		Zugfestigkeit $\sigma_z$ [N/mm <sup>2</sup> ]	
$V_P = 25$ l	$V_P = 34$ l	$V_P = 25$ l	$V_P = 34$ l
1,61	1,82	10,14	11,63
1,57	2,17	12,38	10,04
5,50	6,11	3,19	4,14
4,81	5,05	4,73	4,62
3,00	3,86	4,48	3,28
3,18	3,90	11,44	14,48
2,06	2,54	13,15	10,65
3,13	4,31	3,84	4,70
		<b>durchschn. Standardabw.</b>	
		<b><math>s</math> [N/mm<sup>2</sup>]</b>	
		<b>1,104</b>	

Die in den jeweils zwei Versuchen ermittelten Werte der Zugfestigkeiten streuen durchschnittlich mit einer Standardabweichung von nur ca. 1,1 N/mm<sup>2</sup> und weisen somit keine größere Abweichung auf als diejenigen aus den in Kapitel 5.5 durchgeführten Vorversuchen, die unter vollständig identischen Bedingungen durchgeführt wurden ( $s = 1$  N/mm<sup>2</sup>). Eine Erklärung dafür ist die Tatsache, dass eine größere Pulpenmenge nicht bedeutet, dass mehr Fasern bezogen auf die Wassermenge existieren. Das Verhältnis von Fasern zu Wasser bleibt unverändert, so dass sich die Struktur des Fasernetzwerkes nicht ändert. Es wird bei einer größeren Pulpenmenge lediglich in Dickenrichtung erweitert. Dies führt zwar dazu, dass eine größere Kraft aufgenommen, nicht aber eine bezogen auf die Querschnittsfläche größere Spannung ertragen werden kann. Die Vorhersagelinie für den Parameter Pulpenmenge in Bild 6.3 muss folglich als falsch bezeichnet werden. Vielmehr müsste sie einen ähnlich flachen Verlauf in Analogie zu den Vorhersagelinien in den Bildern 6.1 und 6.2 aufweisen.

Der anhand von Tabelle 6.5 dargelegte, nicht existierende Zusammenhang zwischen der Dicke und der Zugfestigkeit eines Faserformproduktes lässt sich zudem zur Bestätigung der Vorhersagelinien

für den Parameter Anformdauer in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 heranziehen. Aufgrund der in Kapitel 6.1 dargelegten Ausführungen bzgl. der Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang hätte vermutet werden können, dass eine Veränderung der Einstellung dieses Parameters in Richtung des Niveaus 1 zu einem höheren Wert der Ergebnisgröße führen könnte. Schließlich ist aus der Papierindustrie bekannt, dass eine feuchte Papierbahn nur eine geringe Festigkeit aufweist und dass das Trocknen ein relevanter Prozessschritt zur Erzielung eines festen Papiers ist. Folglich müsste die Drucklufttrocknung des angeformten Faservlieses auch zu einer Festigkeitssteigerung beitragen. Die Vorhersagelinien in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 widerlegen diese Schlussfolgerung jedoch eindeutig. Es ist plausibel, dass die für die Trocknungsdauer gewählten Zeiten (siehe Tabelle 6.1) deutlich zu gering ausfallen, um mit der zur Verfügung stehenden kühlen Druckluft ein festes Faservlies erzeugen zu können. Beliebig hohe Werte darf die Trocknungszeit allerdings nicht annehmen, da das angeformte Faservlies sonst so stark auf dem Sieb des Anformwerkzeuges haftet, dass der vom Transferwerkzeug erzeugte Unterdruck nicht mehr ausreicht, um das Faservlies vom Sieb des Anformwerkzeuges lösen zu können.

Einen leichten Einfluss auf die Ergebnisgröße scheint dagegen der Anformdruck zu nehmen. Unabhängig vom eingesetzten Rohstoff deuten die entsprechenden Vorhersagelinien auf einen größeren Wert der Ergebnisgröße hin, wenn der Anformdruck erhöht wird. Während eines Anformvorganges werden mehrere Faserschichten übereinander auf dem Anformwerkzeug erzeugt. Je größer der Anformdruck ausfällt, desto stärker werden die einzelnen Faserschichten zusammengedrückt, was dazu führt, dass der in Kapitel 6.1 beschriebene Effekt auftritt. Als Folge der verbesserten Bindungsmechanismen steigt die Festigkeit des Faservlieses. Für das zufällige Zustandekommen dieses Resultates offenbaren die Tabellen 6.2, 6.3 und 6.4 p-Werte von 0,4009, 0,2080 und 0,3896, die als statistisch nicht-signifikant gelten. Dass es sich bei der Beobachtung einer steigenden Zugfestigkeit aufgrund eines größer werdenden Anformdruckes um einen wirklichen Effekt handelt, muss folglich abgelehnt werden. Grund dafür ist der Umstand, dass das Zusammendrücken der einzelnen Faserschichten in wässriger Umgebung erfolgt. Wasser führt dazu, dass sich der Abstand der OH-Gruppen der Fasern und der Wassermoleküle vergrößert und sich die Bindung zu lösen beginnt. Die Festigkeit des Faservlieses leidet folglich unter dem beim Anformvorgang vorhandenen Wasser.

Bei einer Betrachtung der Vorhersagelinien für den Parameter Presskraft in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 fallen unmittelbar deren große Steigungen auf, die signalisieren, dass es sich um einen sehr wichtigen Parameter handelt. Die Presskraft scheint also einen starken Einfluss bei einer Veränderung innerhalb des vorgegebenen Wertebereichs auszuüben. Beim Pressen werden die einzelnen Faserschichten in ähnlicher Weise wie beim Anformvorgang infolge des wirkenden Anformdruckes zusammengedrückt mit dem Unterschied, dass das Faservlies beim Pressen einer Flächenpressung von maximal  $5 \text{ N/mm}^2$ , beim Anformvorgang dagegen von nur maximal  $0,3 \text{ N/mm}^2$  ausgesetzt wird. Im Falle des Anformdruckes kann die Null-Hypothese bereits mit einer Wahrscheinlichkeit von 59,91 % bei Sekundärfaserstoff, von 79,2 % bei Zellstoff und von 61,04 % bei Holzstoff abgelehnt werden. Bei einer stärkeren Verpressung der einzelnen Faserschichten und aufgrund der Tatsache, dass die Pressung ohne umgebendes Wasser erfolgt, ist folglich mit größeren Wahrscheinlichkeiten zu rechnen. Aus den Tabellen 6.2, 6.3 und 6.4 lassen sich unabhängig vom Rohstoff Wahrscheinlichkeiten von mehr als 99,99 % entnehmen. Da p-Werte unter 0,005 oder 0,001 als hochsignifikant gelten, kann die Beobachtung einer steigenden Zugfestigkeit infolge einer größeren Presskraft definitiv nicht als zufällig bezeichnet werden.

Eine Veränderung der Temperatur im Trocknungs-ofen innerhalb des in Tabelle 6.1 angegebenen Wertebereichs scheint bei der Verwendung von Zellstoff keinen nennenswerten Einfluss auf die Ergebnisgröße zu nehmen. Beim Einsatz von Sekundärfaserstoff scheinen höhere Temperaturen, bei der Verwendung von Holzstoff dagegen tiefere Temperaturen zu einem Anstieg der Zugfestigkeit

von Faserformprodukten zu führen. In Anbetracht der Tatsache, dass die Ofentemperatur in einem Bereich zwischen 100 °C und 300 °C variiert wird, muss das Zustandekommen der Vorhersagelinien in den Bildern 6.1 (Sekundärfaserstoff) und 6.2 (Zellstoff) auf Fehler bei der Versuchsdurchführung zurückgeführt werden. Aus der Papierindustrie ist bekannt, dass bei zu intensiver Trocknung ein deutlicher Festigkeitsverlust entsteht. Besonders wenn zu Beginn des Trocknungsvorgangs die Temperatur zu hoch gewählt wird, werden Festigkeiten im Blattgefüge zerstört. Bei der Papierherstellung wird während des Trocknungsprozesses die Temperatur gesteigert. Üblich sind Werte von 80 °C zu Beginn und 120 °C zum Ende hin, so die Aussage eines Experten der Norske Skog Walsum GmbH. Ein Vergleich dieser Temperaturen mit den in Tabelle 6.1 aufgeführten Werten zeigt, dass eine maximale Temperatur von 300 °C eindeutig zu hoch für das Trocknen von Papierfaserstoffen ist. Eine Abnahme der Zugfestigkeit bei einer Veränderung der Einstellung des Parameters Ofentemperatur in Richtung des Niveaus 1 scheint demnach plausibel zu sein. Zumindest spiegelt die Vorhersagelinie in Bild 6.3 (Holzstoff) diesen Zusammenhang wider. Für einen Anstieg der Zugfestigkeit aufgrund einer Temperaturerhöhung bei der Verwendung von Sekundärfaserstoff gibt es dagegen keine plausible Erklärung. Ebenfalls schwierig zu deuten ist die Unabhängigkeit der Festigkeit von der Trocknungstemperatur beim Einsatz von Zellstoff. Die Wahrscheinlichkeit für das zufällige Zustandekommen der beobachteten Resultate wird mit 11,06 % (Sekundärfaserstoff), 24,90 % (Zellstoff) und 37,37 % (Holzstoff) beziffert. Der Parameter Temperatur im Trocknungs-ofen lässt sich folglich unabhängig des verwendeten Rohstoffes nicht als signifikante Einflussgröße bezeichnen. Grund dafür könnte die Tatsache sein, dass die Zeitdauer im Trocknungs-ofen höchstwahrscheinlich in einer Größenordnung liegt, in der Gefügeschäden kein genügend großes Ausmaß annehmen, um die Festigkeit in eindeutig identifizierbarer Weise zu beeinflussen. Als gut geeignet zur Bestätigung dieser Annahme erweisen sich die Verläufe der Vorhersagelinien für den Parameter Zeitdauer im Trocknungs-ofen in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3. Wie die p-Werte in den Tabellen 6.2, 6.3 und 6.4 zeigen, muss die Behauptung, eine Variation der Zeitdauer im Trocknungs-ofen innerhalb des in Tabelle 6.1 angegebenen Wertebereichs nehme signifikanten Einfluss auf die Ergebnisgröße, abgelehnt werden (Wahrscheinlichkeit der Nullhypothese bei Sekundärfaserstoff 77,93 %, bei Zellstoff 77,00 % und bei Holzstoff 49,12 %).

Eine Analyse der Vorhersagelinien für den Parameter Konzentration in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 offenbart einen Anstieg der Zugfestigkeit, wenn die Rohstoffkonzentration von Sekundärfaserstoff oder Zellstoff erhöht wird. Bei zunehmender Rohstoffkonzentration von Holzstoff ist dagegen mit einer Abnahme der Zugfestigkeit zu rechnen. Informationen eines Experten der Norske Skog Walsum GmbH zufolge lässt sich dieser Effekt anhand der Formation bzw. Durchsicht von Papier erklären. Wird ein Papierblatt gegen Licht gehalten, lässt sich eine Formation bzw. Wolkigkeit feststellen. An einigen Stellen ist das Blattgefüge durchsichtiger, an anderen undurchsichtiger (opaker). Bei der Papierherstellung wird die Blattqualität im Wesentlichen mit dem Stoffauflauf beeinflusst, indem die Parameter Strahlgeschwindigkeit (Staudruck), Strahlauftreffpunkt, Strahlkonsistenz und Lippeneinstellung variiert werden. Bei einem laufenden Nasssieb in der Papiermaschine lässt sich der Suspensionsstrahl schneller oder langsamer als das laufende Sieb einstellen, wodurch die Faserausrichtung im Blatt beeinflusst wird (Über- oder Unterstau). Mit dem Strahlauftreffpunkt kann Einfluss auf die Entwässerung bzw. den Entwässerungsort genommen werden. Unverzichtbar in der Papierindustrie ist die Möglichkeit, die Wasserführung zu ändern. Denn nur dadurch lässt sich die Entstehung einer starken Wolkigkeit verhindern. Eine Wolkigkeit im Blatt bringt sowohl optische als auch mechanische Nachteile mit sich. An einer hellen Stelle können die Festigkeiten nicht so hoch sein wie an einer dunklen mit einem höheren Faseranteil.

Grundsätzlich kann mit einem Festigkeitsanstieg aufgrund einer Erhöhung der Rohstoffkonzentration gerechnet werden, da mehr Fasern mehr Wasserstoffbindungen und damit eine größere Festig-

keit mit sich bringen. Voraussetzung dafür ist allerdings eine Wasserführung, die für eine homogene Verteilung der Fasern während des Anformvorganges sorgt. Da eine Einstellung der Parameter Strahlgeschwindigkeit, Strahlaufreffpunkt und Lippeneinstellung an der Faserformversuchsanlage nicht möglich ist und insbesondere die Wasserführung nicht verändert werden kann, dürfen die Rohstoffkonzentrationen nicht beliebig hohe Werte annehmen, da ansonsten die Gefahr einer Wolkigkeit besteht. Solange das Wasser bei steigender Rohstoffkonzentration die Fasern noch homogen verteilen kann, ist mit zunehmender Festigkeit eines Faserformproduktes zu rechnen. Ab einer bestimmten Grenzkonzentration, die aufgrund rohstoffspezifischer Eigenschaften vom verwendeten Papierfaserstoff abhängt, kann infolge der konstruktionsbedingt nicht änderbaren Wasserführung das angeformte Faservlies Bereiche mit geringen Faserdichten, aber auch solche mit starken Faseranhäufungen aufweisen. Eine aus einem derartigen Faservlies hergestellte Streifenprobe wird dann während des Zugversuchs an einer Stelle reißen, die sich durch einen Fasermangel auszeichnet. Die Zugfestigkeit wird dann trotz hoher für den Anformvorgang verwendeter Rohstoffkonzentration gering ausfallen. Die Vorhersagelinien in den Bildern 6.1, 6.2 und 6.3 spiegeln den beschriebenen Effekt sehr gut wider. Eine Erhöhung der Rohstoffkonzentration scheint bei der Verwendung von Zellstoff die Ergebnisgröße am stärksten positiv zu beeinflussen. Erkennbar ist dies an der größten Steigung der Vorhersagelinie und an dem größten Wert von 0,68536 für den Parameterschätzer in dem angepassten linearen Modell (siehe Tabelle 6.3). Grund dafür ist die Tatsache, dass die Ausgangskonzentration (Niveau -1) bei Zellstoff mit 0,25 % am geringsten ausfällt. Eine Erhöhung auf 0,75 % führt scheinbar nicht zum Entstehen einer Wolkigkeit. Für das zufällige Zustandekommen eines Festigkeitsanstiegs infolge einer Konzentrationserhöhung lässt sich Tabelle 6.3 eine Wahrscheinlichkeit von 1,94 % entnehmen, so dass der Parameter Konzentration als signifikante Einflussgröße bezeichnet werden darf. Unterstützt wird die Zunahme der Zugfestigkeit aufgrund einer steigenden Rohstoffkonzentration durch die im Vergleich zu Sekundärfaserstoff und Holzstoff längeren Fasern. Da bei der Bildung des Faservlieses während des Anformvorganges auch eine Verfilzung in Form eines mechanischen Kontakts zwischen den Fasern stattfindet, der für ein Zusammenhalten des Vlieses sorgt, begünstigen mehr Fasern, insbesondere dann, wenn es sich um lange Fasern handelt, die Verfilzung und wirken sich somit positiv auf die Festigkeit aus.

Für Sekundärfaserstoff lassen sich bzgl. des Verlaufs der Vorhersagelinie ähnliche Aussagen treffen, jedoch deuten deren geringere Steigung und ein kleinerer Wert von 0,36918 für den Parameterschätzer in dem angepassten linearen Modell (siehe Tabelle 6.2) auf eine weniger starke positive Beeinflussung der Ergebnisgröße durch eine Konzentrationserhöhung hin. Für das zufällige Auftreten dieses Effektes offenbart Tabelle 6.2 eine Wahrscheinlichkeit von 25,13 %. D. h., mit dieser Wahrscheinlichkeit kann keine Festigkeitszunahme infolge einer Konzentrationserhöhung erwartet werden. Es liegt folglich die Vermutung nahe, dass eine Rohstoffkonzentration von 0,85 % Probleme bzgl. einer homogenen Verteilung der Fasern beim Anformvorgang mit sich bringen kann und in einen Bereich einzuordnen ist, der den Übergang zur Wolkigkeit markiert. Der Parameter Konzentration ist folglich als statistisch nicht-signifikant zu deklarieren.

Im Vergleich zu Zellstoff und Sekundärfaserstoff signalisieren bei Holzstoff ein negativer Wert mit einem Betrag von 0,31070 für den Parameterschätzer in dem angepassten linearen Modell (siehe Tabelle 6.4) und eine negative Steigung der Vorhersagelinie eine negative Beeinflussung der Zugfestigkeit durch einen Anstieg der Rohstoffkonzentration. Wie sich Tabelle 6.4 entnehmen lässt, tritt dieser Effekt mit einer Wahrscheinlichkeit von 43,75 % auch tatsächlich auf. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass bei Sekundärfaserstoff mit einer Wahrscheinlichkeit von 25,13 % kein Festigkeitszuwachs aufgrund einer Zunahme der Konzentration erwartet werden kann, bei Holzstoff dagegen mit einer Wahrscheinlichkeit von 43,75 % sogar mit einem definitiven Festigkeitsabfall bei steigender Rohstoffkonzentration zu rechnen ist, scheint die Schlussfolgerung, dass eine Konzentra-

tion von 1,25 % nochmals in deutlich stärkerem Maße zu einer inhomogenen Faserverteilung während des Anformvorganges führen kann, plausibel zu sein. Da sich eine Festigkeitsminderung infolge eines Konzentrationsanstiegs laut Tabelle 6.4 allerdings auch mit einer Wahrscheinlichkeit von 56,25 % rein zufällig beobachten lässt, kann bei dem Parameter Konzentration nicht von einer signifikanten Einflussgröße gesprochen werden. Insbesondere die Vorhersagelinie für Holzstoff zeigt, dass der im Rahmen der erwähnten Vorversuche gefundene und als geeignet angesehene Wert des Prozessparameters Konzentration, auf dem die in Tabelle 6.1 angegebenen Grenzwerte letztendlich basieren, im Nachhinein als optimierungsbedürftig anzusehen ist.

Der Auswertung mit der Statistiksoftware JMP lässt sich abschließend entnehmen, dass der Prozessparameter Presskraft unabhängig vom verwendeten Rohstoff als hochsignifikante Einflussgröße bezeichnet werden kann, da die jeweiligen in den Tabellen 6.2, 6.3 und 6.4 angegebenen p-Werte kleiner als 0,0001 sind. Nimmt die Presskraft einen dem Niveau 1 entsprechenden Wert gemäß Tabelle 6.1 an, kann mit einer Wahrscheinlichkeit von mehr als 99,99 % eine Erhöhung der Zugfestigkeit erwartet werden. Der Parameter Konzentration stellt im Zusammenhang mit der Verwendung von Zellstoff zusätzlich eine signifikante Einflussgröße dar. Der entsprechende p-Wert von 0,0194 aus Tabelle 6.3 zeigt, dass eine Erhöhung des Wertes der Konzentration innerhalb des in Tabelle 6.1 angegebenen Bereichs die Ergebnisgröße mit einer Wahrscheinlichkeit von 98,06 % positiv beeinflusst. Folglich müssen der Parameter Presskraft für alle untersuchten Rohstoffe und der Parameter Konzentration zusätzlich für den Rohstoff Zellstoff in weiteren Versuchsreihen Berücksichtigung finden.

## 7 Regression

Unter dem Begriff Regression ist die Anpassung eines mathematischen Modells, welches den Zusammenhang zwischen Einflussgröße(n) und Zielgröße beschreibt, an gegebene Daten zu verstehen /GRA87/, /BOX78/. Bei Vorhandensein einer Zielgröße und nur einer Einflussgröße lässt sich unter Zuhilfenahme der sog. einfachen linearen Regression eine Gleichung derjenigen Geraden finden, die die Abhängigkeit der Zielgröße von der Einflussgröße am besten beschreibt. In Analogie dazu wird zur Beschreibung der Abhängigkeit einer Zielgröße von mehr als einer Einflussgröße die sog. mehrfache lineare Regression verwendet (vgl. Kapitel 5.7.1.3, 5.7.2.3 und 5.7.3.3). Werden, wie in der vorliegenden Arbeit, nur diejenigen Einflussgrößen in das Modell aufgenommen, von denen die Zielgröße signifikant abhängt, so wird von einer schrittweisen Regression gesprochen, die das Ziel verfolgt, ein möglichst einfaches Modell zu erhalten. Ist es, wie auch im folgenden Verlauf dieser Arbeit erwünscht, eine quantitative Abhängigkeit einer oder mehrerer Zielgröße(n) von einer geringen Anzahl an Faktoren detailliert zu erschließen, führt eine lineare Näherung nicht zu zufriedenstellenden Ergebnissen. Besteht Interesse, die Lage eines Maximums, z. B. der Ausbeute, oder eines Minimums, z. B. der Fehleranzahl, zu bestimmen, müssen Nichtlinearitäten berücksichtigt werden /KLE03b/. Da zum primären Ziel dieser Arbeit die Festigkeitssteigerung von Faserformprodukten erklärt wurde, wird der Fragestellung nach derjenigen Additivzugabe und denjenigen Prozessparametereinstellungen, die eine Maximierung des deklarierten Versuchsergebnisses hervorbringen, mit besonderem Interesse nachgegangen werden müssen. Aus diesem Grund ist es zwangsläufig erforderlich, auch nichtlineare Zusammenhänge zu betrachten.

Die Literatur schlägt in einem solchen Falle den Einsatz eines quadratischen Modells zur empirischen Beschreibung der Abhängigkeit der Zielgröße  $y$  von den einzelnen Faktoren vor /KLE03b/. In /WEI99/ wird erwähnt, dass oftmals kein komplizierteres Modell erforderlich ist, als ein solches mit Termen der Ordnung 2, um eine zufriedenstellende Datenanpassung zu gewährleisten. Die Anpas-

sung des quadratischen Modells erfolgt in gleicher Weise wie bei den Screening-Modellen in den Kapiteln 5.7.1.3, 5.7.2.3 und 5.7.3.3 durch „least squares fit“ /ORT/.

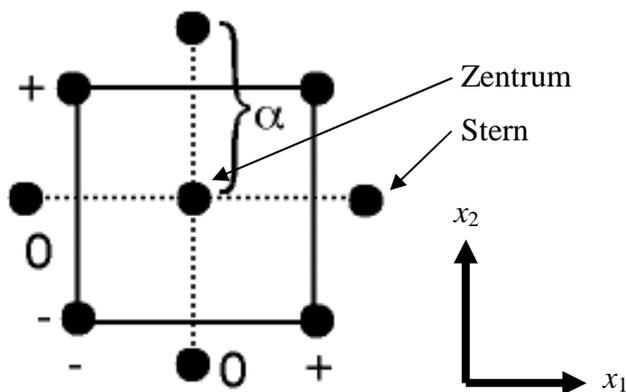
Ein quadratisches Regressionsmodell für beispielsweise zwei Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  besitzt die folgende allgemeingültige Form /KLE03b/:

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_{1i} + \beta_2 \cdot x_{2i} + \beta_{11} \cdot x_{1i}^2 + \beta_{12} \cdot x_{1i} \cdot x_{2i} + \beta_{22} \cdot x_{2i}^2 + \varepsilon_i \quad \text{Formel 7.1}$$

In Formel 7.1 werden die Koeffizienten des Regressionsmodells mit  $\beta$  bezeichnet.  $\varepsilon$  steht für den Betrag, um den die Messwerte nur zufällig von dem durch das Modell ausgedrückten Zusammenhang zwischen Ziel- und Einflussgrößen abweichen. Neben den Koeffizienten  $\beta$  der linearen Terme  $x_1$  und  $x_2$ , die die Effekte der Faktoren darstellen, existieren sowohl ein Koeffizient von  $x_1 \cdot x_2$ , der den Effekt der Wechselwirkung beschreibt, als auch Koeffizienten von  $x_1^2$  und  $x_2^2$ , die quadratische Effekte der Faktoren widerspiegeln. Zur Bestimmung dieser quadratischen Effekte sind Versuchspläne mit mehr als zwei Faktorstufen notwendig /KLE03b/. Im folgenden Kapitel soll kurz auf die wichtigsten, zur Erlangung des beschriebenen Ziels einsetzbaren Versuchspläne eingegangen werden.

## 7.1 Geeignete Versuchspläne zur Erstellung von nichtlinearen Regressionsmodellen

Neben  $3^k$ - und  $3^{k-p}$ -Plänen, Box-Behnken-Plänen, kleinen zusammengesetzten Plänen und optimalen Plänen, auf die hier nicht weiter eingegangen werden soll, empfiehlt die Literatur an vorderster Stelle die Verwendung sog. zentral zusammengesetzter Versuchspläne, die aus einem vollständigen oder fraktionellen faktoriellen Versuchsplan  $2^{k-p}$  mit einer minimalen Auflösung von V bestehen, die durch einen sog. Stern und ein sog. Zentrum ergänzt werden /KLE03b/. In Bild 7.1 ist die Anordnung der Einzelversuche für zwei Faktoren grafisch dargestellt.



**Bild 7.1:** Grafische Darstellung eines zentral zusammengesetzter Versuchsplans für 2 Faktoren /VER/

Aus den Screening-Versuchsplänen ist die Bezeichnung der Faktorstufen mit den normierten Werten  $\pm 1$  bekannt. Ein zentral zusammengesetzter Versuchsplan besitzt zusätzlich die normierten Werte 0, die das Zentrum darstellen und  $\pm \alpha$ , die den Stern repräsentieren. Je nach mit einem zentral zusammengesetzter Versuchsplan verfolgten Ziel können  $\alpha$  und  $n_0$ , von denen letzteres die Anzahl der Einzelversuche im Zentrum angibt, verschiedene Werte aufweisen. In der Literatur wird weiterhin die Empfehlung ausgesprochen, nach Möglichkeit orthogonale Versuchspläne einzusetzen. Ein zentral zusammengesetzter Versuchsplan kann als orthogonal bzgl. aller Terme in dem durch Formel 7.1 ausgedrückten Modell bezeichnet werden, wenn die folgende Gleichung erfüllt ist /KLE03b/:

$$\alpha^2 = \frac{1}{2} \cdot \left( \sqrt{N \cdot N_w} - N_w \right)$$

**Formel 7.2**

$N_w$  steht dabei für die Anzahl der Einzelversuche in dem Quadrat, welches in Bild 7.1 exemplarisch durch die beiden Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  aufgespannt wird.  $N$  bezeichnet die Gesamtzahl der Einzelversuche /KLE03b/.

Ein orthogonaler Versuchsplan bietet zwei Vorteile. Zum einen besteht eine Unabhängigkeit der Schätzwerte für die Koeffizienten  $\beta$  voneinander, die in das durch Formel 7.1 ausgedrückte Modell einfließen, d. h. eine gegenseitige Beeinflussung ist ausgeschlossen, zum anderen ist das Erhalten möglichst schmaler Vertrauensbereiche für die Koeffizienten  $\beta$  sichergestellt, wenn die Stufenwerte für -1 und 1 sowie die Anzahl der Einzelversuche festgelegt sind /KLE03b/.

## 7.2 Modellbildung für Sekundärfaserstoff

Wie aus den Kapiteln 5.7.1.3 und 6.3 hervorgeht, haben sich das nicht ionogene Neutralleimungsmittel Baysize I 18 E (chemisches Additiv x 4), welches mit der anionischen Kartoffelstärke Empre KPE emulgiert wurde, als signifikante und der Prozessparameter Presskraft als hochsignifikante Einflussgröße herausgestellt. Diese beiden Größen fließen somit als Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  in den aufzustellenden zentral zusammengesetzten Versuchsplan ein.

### 7.2.1 Orthogonaler, zentral zusammengesetzter Versuchsplan

Der Versuchsplan lässt sich mit Hilfe der Statistiksoftware JMP automatisch generieren, indem Werte für die kontinuierlichen Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  von -1 und 1 vorgegeben werden, im Dialogfeld zur Wahl eines Versuchstyps der CCD-Orthogonal-Plan (**C**entral **C**omposite **D**esign) mit einer Anzahl von 16 Einzelversuchen ausgewählt wird sowie eine Aktivierung des Buttons „Orthogonal“ im Dialogfeld zur Darstellung und Modifizierung des Versuchsplans erfolgt. Eine Berechnung der Werte für  $\alpha$  und  $n_0$  wird nach Abschluss der Eingaben automatisch durchgeführt.

Da für die Zugabe des chemischen Additivs x 4 vom Hersteller eine obere Grenzkonzentration von 0,3 % bez. auf otro Stoff angegeben wird /BAY05a/ und diese Konzentration bereits der Faktorstufe +1 in den Screening-Versuchsreihen zugeordnet wurde, um möglichst aussagekräftige Ergebnisse zu erhalten, darf die Konzentration für die Faktorstufe + $\alpha$  nicht weiter erhöht werden. Ähnliches gilt für die Presskraft. Auch hier wurde der Faktorstufe +1 in den Screening-Versuchsreihen ein unter Berücksichtigung des Potentials der Pressstation der Faserformversuchsanlage maximaler Wert von 150 kN zugewiesen, so dass eine Erhöhung dieses Wertes zur Realisierung der Faktorstufe + $\alpha$  ebenfalls nicht zulässig ist. Die Literatur hält für solche Fälle, beispielsweise bei der Existenz von technischen oder anderen Grenzen für die Stufenwerte der Faktoren, der Möglichkeit, nur gewisse Stufenwerte realisieren zu können /KLE03b/ oder der Tatsache, dass eine dem Wert + $\alpha$  entsprechende Faktorstufe praktisch nicht erreichbar ist /JMP02a/, die Lösung bereit, dem zunächst erstellten Versuchsplan ein sog. Rescaling zu unterziehen. Dabei werden den Faktorstufen  $\pm \alpha$  automatisch die ursprünglichen Werte der Faktorstufen  $\pm 1$  zugeordnet. Für die neuen, nach dem Rescaling für den zentral zusammengesetzten Versuchsplan relevanten Faktorstufen 0 und  $\pm 1$  wird eine entsprechende Anpassung vorgenommen /JMP02a/. Durch Aktivierung des Buttons „Inscribe“ im Dialogfeld zur Darstellung und Modifizierung des Versuchsplans lässt sich die beschriebene Änderung problemlos mit der verwendeten Statistiksoftware durchführen. Tabelle 7.1 zeigt den modifizierten, orthogonalen, zentral zusammengesetzten Versuchsplan für Sekundärfaserstoff, in dem die beiden Einflussgrößen auf jeweils 5 Stufen variiert werden und in dem die ermittelten Zugfestigkeiten der Streifenproben als Versuchsergebnisse in der letzten Spalte eingetragen sind. Da die

aufzubringende Presskraft in einen äquivalenten Hydrauliköldruck umgerechnet werden muss, der sich mit Hilfe des an der handbetätigten Hydraulikpresse montierten Manometers einstellen lässt, ist es für die Versuchsdurchführung praktischer, den Druck in bar anstelle der Kraft in kN anzugeben.

**Tabelle 7.1:** Orthogonal, zentral zusammengesetzter Versuchsplan für Sekundärfaserstoff mit Versuchsergebnissen

Nr.	Konzentration Baysize I 18 E [Faktorstufe]	Konzentration Baysize I 18 E [%]	Presskraft bzw. Pressendruck [Faktorstufe]	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	1	0,256	1	396,902	11,596
2	0	0,15	-1,414	0	4,384
3	0	0,15	1,414	465	13,778
4	0	0,15	0	232,5	11,460
5	1,414	0,3	0	232,5	10,927
6	0	0,15	0	232,5	10,140
7	-1	0,044	-1	68,098	6,430
8	0	0,15	0	232,5	9,863
9	0	0,15	0	232,5	9,262
10	1	0,256	-1	68,098	6,738
11	0	0,15	0	232,5	9,213
12	-1,414	0	0	232,5	7,569
13	-1	0,044	1	396,902	9,771
14	0	0,15	0	232,5	10,609
15	0	0,15	0	232,5	9,293
16	0	0,15	0	232,5	10,956

Wie aus dem Versuchsplan ersichtlich wird, wurde er auf der Basis eines Wertes von 1,414 für  $\alpha$  und eines Wertes von 8 für  $n_0$  erstellt. Dem Versuchsplan, der aus  $N = 16$  Einzelversuchen besteht, lässt sich weiterhin entnehmen, dass die Anzahl  $N_W$  der Einzelversuche in der durch die beiden Faktoren aufgespannten Ebene, in der die Faktoren die Stufenwerte  $\pm 1$  annehmen, mit 4 zu beziffern ist. Mit  $\alpha = 1,414$ ,  $N = 16$  und  $N_W = 4$  ergibt sich auf beiden Seiten der durch Formel 7.2 ausgedrückten Gleichung ein Wert von 2. Die Orthogonalität des Versuchsplans ist somit nachgewiesen.

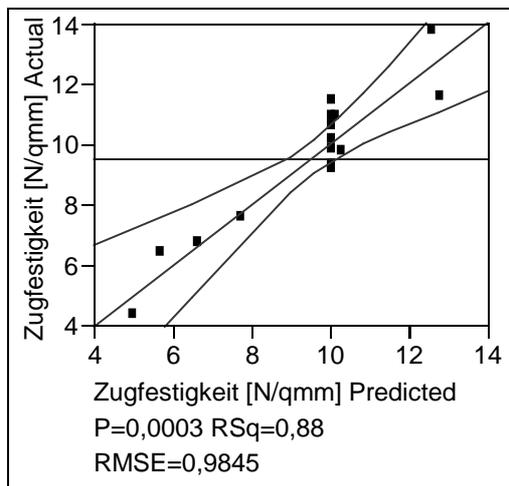
Diejenigen Prozessparameter, die sich im Rahmen der in Kapitel 6.3 durchgeführten Screening-Versuche als nicht-signifikant erwiesen haben, werden als Konstanten für die in diesem Kapitel durchzuführenden Versuche betrachtet, die in der Literatur als sog. Response Surface Designs (Wirkflächen-Versuchspläne) bezeichnet werden /SAL05/. Die Konstanten besitzen dabei Werte, die Mittelwerte derjenigen Werte darstellen, die den Faktorstufen  $\pm 1$  in den Screening-Versuchen zugeordnet wurden. Die Versuchsobjekte und der Versuchsablauf sind in Analogie zu den durchgeführten Screening-Versuchsreihen zu betrachten.

In Kapitel 5.6 wurde erwähnt, dass die Messwerte für die Zugfestigkeiten unter der Voraussetzung einer Herstellung der Streifenproben unter gleichen Bedingungen mit einer Standardabweichung von ca.  $1 \text{ N/mm}^2$  streuten. Diese Behauptung kann durch die insgesamt acht durchgeführten Einzelversuche im Zentrum bestätigt werden. Eine Berechnung der Standardabweichung der dort gemessenen Zugfestigkeiten ergibt einen Wert von  $0,848 \text{ N/mm}^2$ .

## 7.2.2 Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP

Wie bereits in Kapitel 7 erwähnt, erfolgt die Anpassung des quadratischen Modells in gleicher Weise wie bei den Screening-Modellen durch „least squares fit“. Im Dialogfeld der Statistiksoftware zur Anpassung des Modells lassen sich Schwerpunkte bzgl. der Auswertung setzen, die von dem gewählten mathematischen Verfahren zur Modellanpassung entsprechend berücksichtigt werden. Zur Wahl stehen die Optionen „Effect Screening“ und „Effect Leverage“. Eine Auswertung unter Verwendung des Schwerpunktes „Effect Screening“ bietet sich an, wenn die Untersuchung vieler Effekte im Vordergrund steht. Details sind zunächst unwichtig, solange nicht bekannt ist, welche Effekte stärker und welche schwächer sind. Das „Effect Screening“ kommt typischerweise bei der Auswertung von Screening-Versuchen zum Einsatz, in die viele Effekte, aber nur wenige Beobachtungen einfließen und in denen das vordergründige Interesse mehr in dem Finden starker Effekte als in dem Testen von Signifikanzen liegt. Sind allerdings Detailinformationen bzgl. der Signifikanz eines jeden einzelnen Effekts erwünscht, sollte, wie auch in dem hier vorliegenden Fall, die Auswertung unter Verwendung der Betonung „Effect Leverage“ durchgeführt werden /JMP02b/.

Eine gute Möglichkeit zur grafischen Betrachtung der vollständigen Modell-Hypothese bietet die Auftragung der Werte der echten Versuchsergebnisse gegen die der vorhergesagten in einem Streudiagramm. Der in Bild 7.2 gezeigte Actual by Predicted Plot stellt ein solches Diagramm dar.



**Bild 7.2:** Actual by Predicted Plot

Liegen Punkte auf der eingezeichneten 45°-Linie, sind die tatsächlichen und die vorhergesagten Versuchsergebnisse identisch. Der vertikale Abstand eines Punktes zu der 45°-Linie markiert den Unterschied zwischen den echten und den prognostizierten Werten und stellt den Restfehler (residual error) dar. Die horizontale gestrichelte Linie repräsentiert den Mittelwert. Der Abstand eines Punktes zu dieser horizontalen Linie verdeutlicht die Größe des Residuums, die es nach dem Entfernen aller Effekte aus dem Modell annehmen würde. Zusätzlich in das Streudiagramm eingezeichnet sind die Kurven, die den 95%-Vertrauensbereich der vollständigen Modell-Hypothese eingrenzen. Für den Fall, dass die Kurven nicht die horizontale Linie beinhalten, kann von einem signifikanten F-Test für das ganze Modell gesprochen werden /SAL05/.

Ein F-Test vergleicht die Anpassung an die gegebenen Daten durch das erstellte Modell und durch ein einfaches Durchschnittsmodell, welches lediglich aus einem Schätzwert des Mittelwertes der Daten besteht. Der Vergleich beruht dabei auf einer Berechnung der Quadratsummen der Residuen. Resultiert aus der Verwendung des erstellten Modells anstelle des einfachen Durchschnittsmodells keine Verbesserung bzgl. der Anpassung an die gegebenen Daten, liegt der Wert des F-Tests, die F Ratio, auf deren Berechnung und Bedeutung bereits in Kapitel 5.7.1.3 eingegangen wurde, in der

Nähe von 1. Je besser die Anpassung an die Daten durch das erstellte Modell im Vergleich zu dem einfachen Durchschnittsmodell wird, desto stärker steigt der Wert für den F-Test an /SAL05/.

In Bild 7.2 ist das Signifikanzniveau bzw. der p-Wert der F Ratio mit 0,0003 angegeben. Tabelle 7.3 lässt sich für die F-Ratio ein Wert von 14,439 entnehmen. Da sich dieser Wert deutlich von 1 abhebt und als hochsignifikant ( $p = 0,0003$ ) zu bezeichnen ist, kann behauptet werden, dass das erstellte Modell für eine bessere Datenanpassung sorgt als das einfache Durchschnittsmodell. Das erstellte Modell als Ganzes ist folglich als hochsignifikant anzusehen /SAL05/. Der ebenfalls in Bild 7.2 dargestellte Wert des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$ , welches bereits in Kapitel 5.7.1.3 anhand von Formel 5.4 erläutert wurde, lässt auf eine gute Genauigkeit des Modells schließen ( $RSq = 0,88$ ). In der Literatur sind Werte für  $R^2$  von mehr als 0,8 erwünscht /ORT/. Der kleine Wert der Standardabweichung der Störung ( $RMSE = \text{Root Mean Square Error}$ ) von 0,985 stellt einen eindeutigen Beweis dafür dar, dass das Modell eine gute Vorhersagefähigkeit besitzt /JMP02a/. Die Standardabweichung der Störung, auf deren Idealwert in Kapitel 5.7.1.3 hingewiesen wurde, lässt sich wie folgt berechnen /JMP02b/:

$$\text{Root Mean Square Error} = (\text{Mean Square for Error})^{0,5} \quad \text{Formel 7.3}$$

Bis auf die Größe RSquare Adj (RSquare Adjusted oder Korrekturmaß  $R^2_{\text{adj}}$  /ORT/) ist der Inhalt der Summary of Fit Tabelle (siehe Tabelle 7.2) ausführlich in Kapitel 5.7.1.3 behandelt worden. Das Korrekturmaß  $R^2_{\text{adj}}$  nimmt eine Anpassung des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  vor, um Modelle mit einer unterschiedlichen Anzahl an Parametern besser miteinander vergleichen zu können, indem Freiheitsgrade bei der Berechnung Berücksichtigung finden /JMP02b/.  $R^2_{\text{adj}}$  anstelle von  $R^2$  findet aber auch dann Verwendung, wenn Modelle mit vielen Koeffizienten vorliegen, wobei gilt /JMP02b/:

$$\text{RSquare Adj} = 1 - \frac{\text{Mean Square for Error}}{\text{Mean Square for C. Total}} \quad \text{mit } R^2_{\text{adj}} < R^2 < 1 \text{ /ORT/} \quad \text{Formel 7.4}$$

Der Wert für Mean Square for C. Total lässt sich erhalten, indem der Wert des Ausdrucks Sum of Squares for C. Total durch den entsprechenden Freiheitsgrad dividiert wird /JMP02b/.

**Tabelle 7.2:** Summary of Fit

RSquare	0,878341
RSquare Adj	0,817511
Root Mean Square Error	0,984531
Mean of Response	9,499293
Observations (or Sum Wgts)	16

Eine Erklärung der Analysis of Variance Tabelle (siehe Tabelle 7.3) erfolgte sowohl in Kapitel 5.7.1.3 als auch im Zusammenhang mit den Erläuterungen zu Bild 7.2.

**Tabelle 7.3:** Analysis of Variance

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	5	69,980257	13,9961	14,4393
Error	10	9,693007	0,9693	Prob > F
C. Total	15	79,673264		0,0003

Wichtig für die Beurteilung eines Modells ist die Durchführung eines sog. Lack of Fit Tests. Ein Lack of Fit Test stellt das Gegenteil des o. g. F-Tests dar. Während mit einem F-Test überprüft wird, ob sämtliche Effekte in dem erstellten Modell als signifikant zu bezeichnen sind, untersucht der Lack of Fit Test, ob ein signifikanter Effekt existiert, der nicht in das Modell eingeflossen ist.

Dazu wird das angepasste Modell mit einem gesättigten Modell verglichen, welches dieselben Terme verwendet. Unter einem gesättigten Modell ist in diesem Zusammenhang ein Modell zu verstehen, welches einen Parameter für jede Kombination der Faktorwerte besitzt. Im Gegensatz zu allen anderen Tests sind nicht-signifikante Lack of Fit Tests erwünscht. Ein signifikanter Lack of Fit Test ist als Hinweis zu verstehen, dem Modell weitere Effekte hinzuzufügen, indem Terme höherer Ordnung als bisher oder Wechselwirkungen zwischen den Faktoren in dem Modell verwendet werden. Neben der zur Durchführung eines Lack of Fit Tests erforderlichen Voraussetzung eines nicht gesättigten Modells muss die Bedingung einer exakten Wiederholung von Faktorkombinationen im Versuchsplan erfüllt sein. Mit Hilfe dieser exakten Wiederholungen lässt sich die Fehlervarianz abschätzen, die als echter Fehler (pure error) bezeichnet wird, welcher unabhängig davon ist, ob das Modell richtig oder falsch ist /SAL05/.

Tabelle 7.4 stellt die Ergebnisse des Lack of Fit Tests in übersichtlicher Form dar. Der Freiheitsgrad des Gesamtfehlers des angepassten Modells (Total Error DF) entspricht dem Error-Freiheitsgrad in Tabelle 7.3 und lässt sich in die beiden anderen, in Tabelle 7.4 aufgeführten Freiheitsgrade aufteilen. Der Freiheitsgrad des echten Fehlers (Pure Error DF) kann laut Definition aus der Anzahl der exakten Wiederholungen einer Faktorkombination abzüglich des Wertes 1 berechnet werden /JMP02b/. In dem hier vorliegenden Fall ergibt sich somit bei einer achtmaligen Wiederholung der Faktorkombination, die aus einer Additivkonzentration von 0,15 % und einem Pressendruck von 232,5 bar besteht, ein Freiheitsgrad von 7. Der Ausdruck Lack of Fit DF ist schließlich als Differenz aus dem Freiheitsgrad des Gesamtfehlers und dem des echten Fehlers anzusehen /JMP02b/.

Bei einer Betrachtung der Quadratsummen wird zunächst deutlich, dass die Summe der Quadrate des Gesamtfehlers derjenigen des Fehlers aus Tabelle 7.3 entspricht. Die in Tabelle 7.4 angegebene Summe der Quadrate des echten Fehlers stellt eine Abschätzung des Anteils des wahren Zufallsfehlers dar, der nicht durch Modelleffekte erklärt wird. Eine für die Beurteilung des Modells wichtige Größe, der Ausdruck Lack of Fit Sum of Squares, lässt sich aus der Differenz der Quadratsummen des Gesamtfehlers und des echten Fehlers gewinnen. Nimmt dieser Ausdruck große Werte an, muss davon ausgegangen werden, dass das Modell nicht adäquat bzgl. der Daten ist /JMP02b/. In dem hier vorliegenden Fall muss ein Wert von 4,654 als klein bezeichnet werden, insbesondere deshalb, weil er unterhalb des Wertes von 5,039 für die Summe der Quadrate des echten Fehlers liegt.

Der Quotient aus Mean Square for Lack of Fit und Mean Square for Pure Error ergibt schließlich die F Ratio des Lack of Fit Tests, der die Hypothese testet, dass die Differenz aus dem Restfehler des Modells und dem echten Fehler, die lack of fit error genannt wird, Null ist /JMP02b/. In dem hier vorliegenden Fall erweist sich diese Größe als nicht-signifikant ( $p = 0,1815$ ). Aus diesem Ergebnis geht hervor, dass das Modell als adäquat bzgl. der enthaltenen Terme anzusehen ist /SAL05/.

Unter dem Begriff Max RSq ist abschließend ein maximales Bestimmtheitsmaß  $R^2$  zu verstehen, welches durch ein Modell erreichbar ist, das lediglich die in dem Modell enthaltenen Variablen benutzt. Da der echte Fehler als invariant bzgl. der Form des Modells bezeichnet werden kann und das minimal mögliche mittlere Fehlerquadrat darstellt, berechnet sich die Größe Max RSq wie folgt /JMP02b/:

$$\text{Max RSq} = 1 - \frac{\text{Sum of Squares (Pure Error)}}{\text{Sum of Squares (C. Total)}} \quad \text{Formel 7.5}$$

**Tabelle 7.4:** Lack Of Fit

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Lack Of Fit	3	4,6540506	1,55135	2,1551
Pure Error	7	5,0389562	0,71985	Prob > F
Total Error	10	9,6930069		0,1815
				Max RSq
				0,9368

Eine Erläuterung der Bedeutung der in Tabelle 7.5 aufgeführten Größen erfolgte bereits in Kapitel 5.7.1.3. Im Dialogfeld der Statistiksoftware zur Spezifikation des Modells lassen sich durch Aufruf des Makros „Response Surface“ die zur Erstellung eines Wirkflächenmodells notwendigen linearen und quadratischen Terme sowie solche, die unterschiedliche Faktoren enthalten, automatisch konstruieren /JMP02b/. Zuvor ist es allerdings erforderlich, die Haupteffekte zu identifizieren. Nach Aufruf des o. g. Makros wird ihnen von der Software automatisch das Kürzel „&RS“ angehängt, welches auf das Wirkflächenmodell (Response Surface Model) hinweist /SAL05/. In der zweiten Spalte der Tabelle 7.5 sind die Abschätzungen der linearen Terme, der quadratischen Terme jedes einzelnen Faktors und des Terms, der beide Faktoren berücksichtigt, dargestellt. Mit Hilfe dieser Koeffizienten lässt sich die Modellgleichung in der folgenden Form ausdrücken:

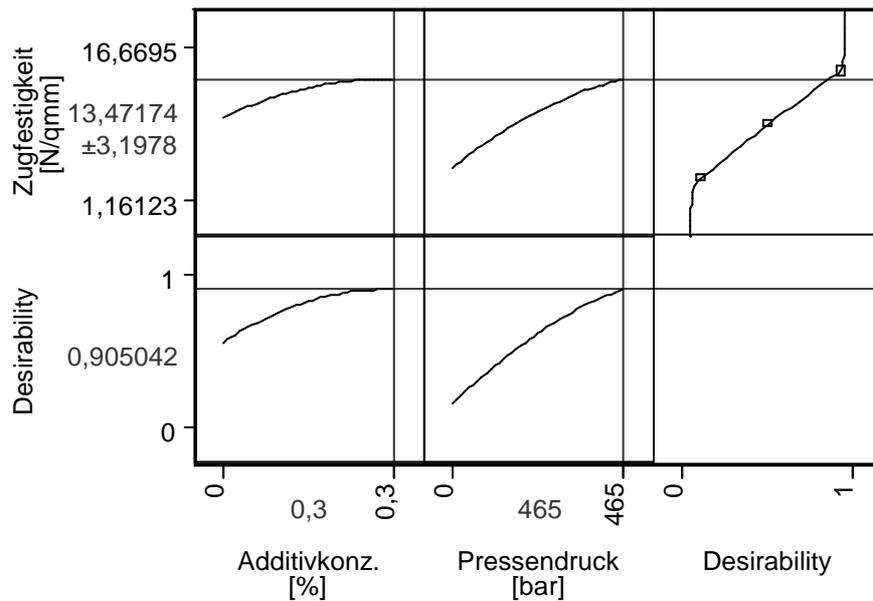
$$\sigma_z \text{ [N/mm}^2\text{]} = 5,085 + 8,110 \cdot c \text{ [%]} - 49,638 \cdot (c \text{ [%]} - 0,15)^2 + 0,0163 \cdot p \text{ [bar]} - 0,0000237 \cdot (p \text{ [bar]} - 232,500)^2 + 0,0217 \cdot (c \text{ [%]} - 0,15) \cdot (p \text{ [bar]} - 232,500) \quad \text{Formel 7.5}$$

Werden in obenstehender Modellgleichung für  $c$  Konzentrationen des chemischen Additivs Baysize I 18 E in einem Bereich zwischen 0 und 0,3 % und für  $p$  Hydrauliköldrücke in einem Bereich zwischen 0 und 465 bar eingesetzt, die Presskräften zwischen 0 und 150 kN bzw. Flächenpressungen der Faservliese zwischen 0 und 5 N/mm<sup>2</sup> gleichzusetzen sind, so können entsprechende Vorhersagewerte der Zugfestigkeiten einer aus Sekundärfaserstoff hergestellten Streifenprobe berechnet werden.

**Tabelle 7.5:** Parameter Estimates

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	5,0850756	0,77834	6,53	<,0001
Konzentration&RS	8,1095467	3,281769	2,47	0,0330
(Konzentration-0,15)*(Konzentration-0,15)	-49,63766	30,94081	-1,60	0,1397
Pressdruck&RS	0,0163351	0,002117	7,72	<,0001
(Pressdruck-232,5)*(Pressdruck-232,5)	-0,000024	0,000013	-1,84	0,0950
(Konzentration-0,15)*(Pressdruck-232,5)	0,0217479	0,02823	0,77	0,4589

In Kapitel 7 wurde erwähnt, dass Interesse an derjenigen Einstellung der Einflussfaktoren besteht, die zu einer Maximierung des Versuchsergebnisses führt. Unter Zuhilfenahme sog. Wünschbarkeitsfunktionen, die sich maximieren, minimieren oder hinsichtlich eines bestimmten Ziels optimieren lassen /JMP02b/, können für jeden Einflussfaktor sog. Wünschbarkeitslinien erzeugt werden. Die Wünschbarkeit wird dabei auf einer Skala von Null bis Eins angegeben /JMP02a/. Wie aus der Darstellung rechts im oberen Bereich des Bildes 7.3 ersichtlich ist, wurde eine Maximierung der Wünschbarkeitsfunktion vorgenommen.



**Bild 7.3:** Prediction Profiler mit vorhergesagtem Versuchsergebnis bei begehrtester Einstellung der Einflussgrößen und maximierter Wünschbarkeitsfunktion (oben) sowie Desirability Profiler mit Wünschbarkeitslinien und maximal erzielbarer Wünschbarkeit (unten)

Bild 7.3 lässt sich entnehmen, dass die maximale Wünschbarkeit mit einem Wert von 0,905 beziffert werden kann, wenn beide Einflussgrößen ihre Maximalwerte von 0,3 % bzw. 465 bar annehmen. Der Vorhersagewert der Zugfestigkeit besitzt dann bei dieser maximal erstrebenswerten Einstellung der Einflussfaktoren einen Wert von  $13,472 \text{ N/mm}^2$ , dessen Berechnung unter Berücksichtigung des 95 %-Konfidenzintervalls durchgeführt wird /JMP02b/.

Tabelle 7.6 verdeutlicht abschließend die gute Vorhersagefähigkeit des Modells, indem die tatsächlichen den vorhergesagten Versuchsergebnissen gegenübergestellt werden. Es sollte allerdings nicht über den untersuchten Bereich der Einflussgrößen hinaus extrapoliert werden /STA00/.

**Tabelle 7.6:** Vergleich zwischen wahrer und prognostizierter Zugfestigkeit

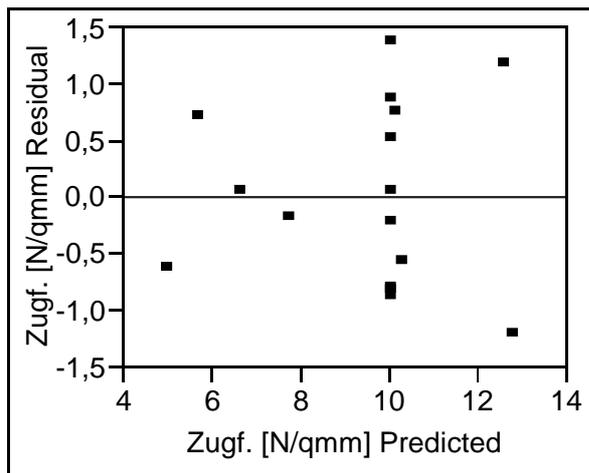
Nr.	Konzentration Baysize I 18 E [%]	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	Durch das Modell vor- hergesagte Zugfestig- keit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	0,256	396,902	11,596	12,824
2	0,15	0	4,384	5,018
3	0,15	465	13,778	12,614
4	0,15	232,5	11,460	10,099
5	0,3	232,5	10,927	10,199
6	0,15	232,5	10,140	10,099
7	0,044	68,098	6,430	5,733
8	0,15	232,5	9,863	10,099
9	0,15	232,5	9,262	10,099
10	0,256	68,098	6,738	6,695
11	0,15	232,5	9,213	10,099
12	0	232,5	7,569	7,766
13	0,044	396,902	9,771	10,345
14	0,15	232,5	10,609	10,099
15	0,15	232,5	9,293	10,099
16	0,15	232,5	10,956	10,099

### 7.2.3 Überprüfung des Regressionsmodells

Um von einem realitätsnahen Regressionsmodell sprechen zu können, ist zu überprüfen, ob sich die im Folgenden genannten Annahmen bestätigen lassen, die eine Grundvoraussetzung für die Durchführung einer Regressionsanalyse darstellen /STA00/, /SNE94/, /KLE03b/.

1. Die Residuen besitzen eine identische Varianz.
2. Die Verteilung der Residuen kann als Normalverteilung angesehen werden.
3. Die Residuen weisen einen Mittelwert von Null auf.
4. Die Residuen zeichnen sich durch eine Unkorreliertheit aus, d. h. sie sind unabhängig voneinander.

Auch wenn in der Literatur der Hinweis zu finden ist, dass ein Modell bereits als optimal bezeichnet werden darf, wenn nur die Voraussetzungen (1.), (3.) und (4.) als erfüllt gelten /COO92/, wird empfohlen, zu überprüfen, ob ein Trend des Versuchsergebnisses über der Versuchsnummer zu erkennen ist /KLE03b/. Darüber hinaus sollte gewährleistet sein, dass keine Korrelation der Einflussfaktoren vorliegt /SNE94/ und dass die Residuen, die keine Ausreißer besitzen dürfen, als klein zu bezeichnen sind /ORT/. Zur Überprüfung einer konstanten Varianz der Residuen wird ein sog. Tukey-Anscombe Plot erstellt, in dem die Residuen über den vorhergesagten Ergebnisgrößen aufgetragen werden /STA00/.

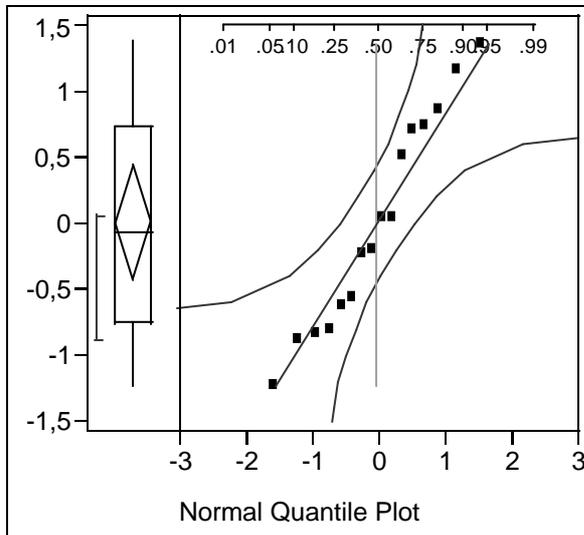


*Bild 7.4: Residual by Predicted Plot, auch Tukey-Anscombe Plot genannt*

Zur einfacheren Beurteilung der Verteilung der Residuen ist in Bild 7.4 eine waagerechte Linie eingezeichnet, die den Wert kennzeichnet, den der Mittelwert der Residuen annehmen sollte (s. o.). In der Literatur lässt sich der Hinweis finden, dass nicht von einer konstanten Varianz der Residuen gesprochen werden kann, wenn diese einen Trichter bilden. D. h. ihre Standardabweichung und somit auch ihre Varianz nehmen mit zunehmendem Wert der Ergebnisgröße zu. In einem solchen Falle führt eine Transformation der Ergebnisgröße häufig zu einer Verbesserung /KLE03b/. Eine Trichterform, wie sie in /KLE03b/ sowohl beschrieben als auch grafisch dargestellt wird, ist in Bild 7.4 nicht auszumachen, da die Streuung der Residuen mit wachsenden Werten der durch das Modell vorhergesagten Zugfestigkeiten nicht kontinuierlich zunimmt, sondern zunächst sogar abnimmt. Zwar ist danach wieder eine größer werdende Streuung zu erkennen, jedoch nimmt sie für weiter anwachsende Werte der Ergebnisgröße nicht mehr zu. Aufgrund dieser Tatsache und des Umstandes, dass die Residuen gleichmäßig um den Mittelwert von Null angeordnet sind, kann die Varianz der Residuen als konstant angenommen werden.

In einem nächsten Schritt gilt es zu überprüfen, ob sich bei der Verteilung der Residuen von einer Normalverteilung sprechen lässt. In Bild 7.5, dessen rechter Bereich einen Q-Q-plot darstellt, sind

die Residuen gegen die theoretischen Quantile der Normalverteilung aufgetragen. Auf Grund der Tatsache, dass in dem hier vorliegenden Fall die Punkte im Bereich der 45°-Geraden liegen und da in den Randbereichen rechts und links im Diagramm keine Abweichungen zu erkennen sind, ist von einer Normalverteilung der Residuen auszugehen.



**Bild 7.5:** Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot), der um einen outlier box plot (links) ergänzt ist

— Normal(-1e-15,0,80387)

Da der Quotient  $W$  des Shapiro-Wilk-Tests nahe bei 1 liegt (0,948) und der p-Wert als Wahrscheinlichkeitsaussage zum Zutreffen der Hypothese, dass eine Normalverteilung vorliegt, genügend groß ist (0,459), bestätigt dieser zusätzliche Test das mit Hilfe des Q-Q-plots gewonnene Ergebnis /SHA09/. Tabelle 7.7 zeigt die Ergebnisse des mit der Statistiksoftware JMP durchgeführten Shapiro-Wilk-Tests.

**Tabelle 7.7:** Goodness-of-Fit Test

Shapiro-Wilk W Test

W	Prob<W
0,947989	0,4585

In einem weiteren Schritt muss nachgewiesen werden, dass die Residuen einen Mittelwert von Null aufweisen. Eine Erfüllung dieser eingangs als Punkt 3 definierten Annahme ist von entscheidender Bedeutung, damit eine unverzerrte Schätzung der Konstanten im Regressionsmodell gewährleistet werden kann /ASH90/.

**Tabelle 7.8:** Mittelwert der Residuen

<b>Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	-1,228; -0,634; 1,165; 1,360; 0,728; 0,041; 0,698; -0,236; -0,838; 0,043; -0,887; -0,197; -0,574; 0,509; -0,806; 0,857
<b>Mittelwert der Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	$1,25 \cdot 10^{-9}$

Wie aus Tabelle 7.8 ersichtlich wird, nimmt der Mittelwert der Residuen einen Wert von annähernd Null an, so dass die Bedingung, die zu Beginn dieses Kapitels formuliert wurde, als erfüllt angesehen werden kann.

Ein letzter notwendiger Schritt zur Rechtfertigung der Aussage, dass ein Modell als optimal angesehen werden kann, sieht die Überprüfung der Residuen auf Unabhängigkeit vor. Eine Korrelation der Residuen tritt häufig bei ungeplanten Versuchsreihen auf. Aufgrund der Tatsache, dass in der vorliegenden Arbeit die durchzuführenden Versuche und die Einflussgrößen exakt geplant sind und die Einstellung letzterer durch den Versuchsplan vorgeschrieben wird, ist die Gefahr einer Verletzung der eingangs unter Punkt 4 formulierten Annahme als sehr gering einzuschätzen /LAN07/.

Auch wenn das vorliegende Regressionsmodell somit als optimal zu bezeichnen ist, sollen dennoch die zu Beginn dieses Kapitels in /KLE03b/, /SNE94/ und /ORT/ ausgesprochenen Empfehlungen weiter verfolgt werden. Da Fehler bei der Versuchsdurchführung aufgrund der Tatsache, dass die Werte der Einflussgrößen entweder von der CNC-Maschinensteuerung der Faserformversuchsanlage überwacht und geregelt oder einmal manuell eingestellt und dann nicht mehr verändert werden, auszuschließen sind, ist nicht damit zu rechnen, dass sich ein Trend des Versuchsergebnisses über der Versuchsnummer abzeichnet (vgl. /LAN07/).

Die Gewährleistung einer nicht vorhandenen Korrelation der Einflussfaktoren wird in /REG09/ als sehr wichtig erachtet, da anderenfalls alle wesentlichen auf der Regressionsanalyse basierenden Schlüsse mit extremer Vorsicht gezogen werden müssen. Eine Korrelationsprüfung lässt sich durch eine Bestimmung der sog. Condition Number durchführen, die in der Literatur auch Varianzinflationswert genannt wird /RIN05/. Die Condition Number, die den Condition Index der einzelnen unabhängigen, d. h. unkorrelierten Variablen mit dem größten Wert wiedergibt, repräsentiert die Kollinearität von Kombinationen von Variablen /HOP08/. Bei Vorliegen von Multikollinearität bzw. Kollinearität /MUL09/, also bei Vorhandensein einer sehr großen Korrelation der Variablen /REG09/, steigen die einzelnen Condition Indices. Werte für die Condition Number von 15 signalisieren ein Multikollinearitätsproblem. Liegen die Werte für die geschätzten Regressionen deutlich darunter, sind die Regressionen nicht durch Korrelationen der einzelnen Variablen untereinander verzerrt /HOP08/. Laut /STA09b/ besitzt ein orthogonaler Plan eine Condition Number von 1. Nach /RIN05/ bedeutet ein Varianzinflationswert von 1 wiederum, dass alle Variablen orthogonal zueinander, d. h. unkorreliert sind /STA00/. Da die Orthogonalität des Versuchsplans in Kapitel 7.2.1 nachgewiesen wurde, kann davon ausgegangen werden, dass keine Korrelation der Einflussfaktoren vorliegt.

Um das Regressionsmodell auch unter Berücksichtigung des letzten empfohlenen Prüfkriteriums als optimal bezeichnen zu können, gilt es, den Nachweis zu erbringen, dass die Residuen klein sind und keine Ausreißer besitzen. Der Beweis, dass es sich um kleine Residuen handelt, ist unmittelbar durch Tabelle 7.8 erbracht. Zur Detektierung von Ausreißern kann der im rechten Bereich des Bildes 7.5 dargestellte Q-Q-plot sinnvoll eingesetzt werden. Liegen Punkte weit von der 45°-Geraden entfernt, also an den Rändern, so sind sie nach /STA00/ als Ausreißer zu bezeichnen. Unter Ausreißern sind dabei Ergebnisse zu verstehen, die offensichtlich nicht zu den anderen Ergebnissen passen. Sie können durch

- einen falsch eingestellten Faktor,
- falsches Ablesen eines Messgeräts,
- einen Übertragungsfehler o. ä.

verursacht werden, d. h. durch Fehler beim Versuch. Da Ausreißer das Ergebnis der Auswertung verfälschen würden, dürfen sie in der weiteren Analyse nicht berücksichtigt werden. Wenn möglich, sollte die Ursache für die Abweichung gesucht und das Ergebnis korrigiert oder der betroffene Einzelversuch wiederholt werden. Ist eine Wiederholung des Einzelversuchs nicht möglich, wird dieser Wert gestrichen. Dabei ist jedoch sehr vorsichtig vorzugehen. Insbesondere wenn die

Faktorstufenkombination nur einmal realisiert wurde, kann ein Ausreißer die berechneten Effekte unbemerkt verfälschen. Umgekehrt kann ein scheinbarer Ausreißer auch auf bisher unbekannte, wichtige Einflüsse hinweisen /KLE03b/. Zur Unterstützung der Detektierung potentieller Ausreißer wird dem Q-Q-plot häufig ein sog. outlier box plot hinzugefügt (siehe linker Bereich des Bildes 7.5). Kernelement dieses Plots ist ein Rechteck, dessen untere kurze Seite das untere Quartil (25 %-Quantil) und dessen obere kurze Seite das obere Quartil (75%-Quantil) markieren. Die Differenz der beiden Quartile heißt interquartiler Bereich. Die in dem Rechteck angeordnete, horizontal verlaufende Linie kennzeichnet den Median der Residuen. Die in das Rechteck eingezeichnete Raute stellt den 95%-Vertrauensbereich dar, wobei die Mitte der Raute den Mittelwert der Residuen anzeigt. Die beiden vertikal verlaufenden Linien (Whiskers), die von der oberen bzw. von der unteren kurzen Seite des Rechtecks ausgehen, deuten auf die am weitesten entfernt liegenden Werte hin, die in den Bereich einer festgelegten Verteilung fallen. Die links neben dem Rechteck angeordnete Klammer grenzt die dichtesten 50 % der Residuen ein /STA00/. Befinden sich ober- oder unterhalb der Whiskers Punkte, so lassen sie sich nicht der o. g. festgelegten Verteilung zuordnen und können deshalb als mögliche Ausreißer angesehen werden /JMP02b/.

Im Zusammenhang mit den Erläuterungen zu dem outlier box plot soll an dieser Stelle kurz auf die Begriffe Quantil und Median eingegangen werden. Ein Stichprobenquantil lässt sich für jeden Prozentsatz zwischen 0 % und 100 % definieren, wobei das 100 %-Quantil den Maximalwert darstellt. Folglich besitzen 100 % der Daten Werte, die kleiner oder gleich dem 100 %-Quantil sind. Das 75 %-Quantil stellt beispielsweise den Wert dar, unterhalb dessen 75 % der Datenwerte liegen oder dem 75 % der Datenwerte entsprechen. Der Stichprobenmedian schätzt schließlich das 50. Quantil einer Verteilung ab. Die eine Hälfte der Anzahl der Datenwerte liegt oberhalb, die andere Hälfte unterhalb des Stichprobenmedians /SAL05/.

Zusammenfassend lässt sich also festhalten, dass die Residuen keine Ausreißer besitzen, da zum einen im Q-Q-plot keine Punkte auszumachen sind, die einen großen Abstand zu der 45°-Geraden aufweisen und sich zum anderen im outlier box plot ober- oder unterhalb der Whiskers ebenfalls keine Punkte finden lassen. Insgesamt kann das erstellte Regressionsmodell folglich als realitätsnah bezeichnet werden, da sämtliche Beweise zur Aufrechterhaltung dieser Behauptung erbracht sind.

## 7.3 Modellbildung für Zellstoff

Aus den Kapiteln 5.7.2.3 und 6.3 wird ersichtlich, dass der Parameter Konzentration als signifikante und der Prozessparameter Presskraft als hochsignifikante Einflussgröße zu bezeichnen sind. Das Aufstellen des zentral zusammengesetzten Versuchsplans erfolgt also auf der Basis dieser beiden Größen, die die Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  darstellen. Aufgrund der Tatsache, dass umfassende Erläuterungen zu diesem Thema in Kapitel 7.2 ff. gegeben wurden, soll sich in den folgenden Kapiteln bewusst auf die wichtigsten Aussagen bzw. auf erwähnenswerte Änderungen im Vergleich zu Kapitel 7.2 ff. beschränkt werden.

### 7.3.1 Orthogonaler, zentral zusammengesetzter Versuchsplan

In Kapitel 6.2 wurde erklärt, warum die Höhe der Konzentration der Fasersuspension auf 0,75 % begrenzt werden muss. Da dieser Wert bereits der Faktorstufe +1 in den Screening-Versuchsreihen entspricht, um möglichst eindeutige Ergebnisse gewährleisten zu können, kann eine höhere Konzentration für die Faktorstufe + $\alpha$  nicht realisiert werden. Der modifizierte, orthogonale, zentral zusammengesetzte Versuchsplan für Zellstoff mit einer Variation der Einflussgrößen auf je 5 Stufen und den Zugfestigkeiten der Streifenproben ist in Tabelle 7.9 dargestellt.

**Tabelle 7.9:** Orthogonaler, zentral zusammengesetzter Versuchsplan für Zellstoff mit Versuchsergebnissen

Nr.	Konzentration Fasersuspension [Faktorstufe]	Konzentration Fasersuspension [%]	Presskraft bzw. Pressendruck [Faktorstufe]	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	0	0,5	1,414	465	18,305
2	0	0,5	0	232,5	12,734
3	0	0,5	0	232,5	12,364
4	0	0,5	0	232,5	12,722
5	0	0,5	-1,414	0	5,656
6	0	0,5	0	232,5	12,810
7	1	0,677	-1	68,098	7,778
8	1	0,677	1	396,902	19,145
9	0	0,5	0	232,5	10,674
10	-1	0,323	-1	68,098	9,165
11	0	0,5	0	232,5	13,536
12	-1	0,323	1	396,902	13,291
13	0	0,5	0	232,5	12,520
14	-1,414	0,25	0	232,5	7,226
15	0	0,5	0	232,5	14,352
16	1,414	0,75	0	232,5	11,843

Wie aus obigem Versuchsplan ersichtlich wird, nehmen  $\alpha$ ,  $N$  und  $N_w$  Werte von 1,414, 16 bzw. 4 an, mit denen sich auf beiden Seiten der durch Formel 7.2 ausgedrückten Gleichung ein Wert von 2 erhalten lässt. Der Versuchsplan ist somit als orthogonal zu bezeichnen. In Analogie zu Kapitel 7.2.1 soll auch hier die Standardabweichung der im Zentrum gemessenen Zugfestigkeiten berechnet werden. Sie nimmt einen Wert von 1,048 N/mm<sup>2</sup> an und bekräftigt damit den in Kapitel 5.6 genannten Wert.

### 7.3.2 Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP

Der in Bild 7.6 dargestellte Actual by Predicted Plot gibt für das Signifikanzniveau der F Ratio, für die sich aus Tabelle 7.10 ein Wert von 25,598 ablesen lässt, einen hochsignifikanten Wert von  $< 0,0001$  an. Das generierte Modell ist somit gegenüber dem einfachen Durchschnittsmodell als deutlich besser anzusehen und kann als hochsignifikant bezeichnet werden /SAL05/.

Durch den sehr hohen Wert des Bestimmtheitsmaßes von 0,93 wird deutlich, dass das Modell einen großen Genauigkeitsgrad besitzt. Die mit einem Wert von 1,182 als klein zu beziffernde Standardabweichung der Störung zeigt, dass sich das Modell zusätzlich durch eine gute Vorhersagefähigkeit auszeichnet /JMP02a/.

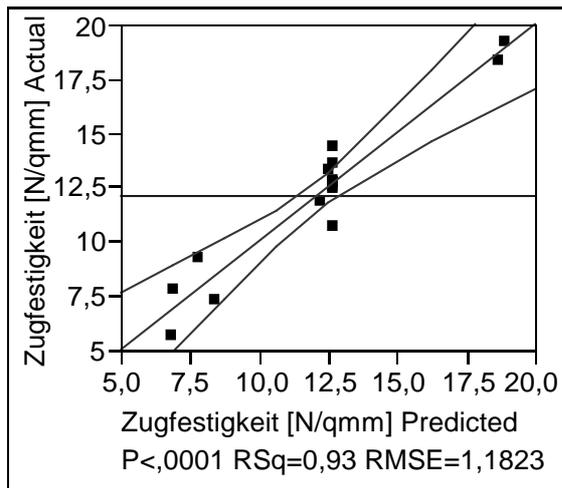


Bild 7.6: Actual by Predicted Plot

Tabelle 7.10: Analysis of Variance

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	5	178,90432	35,7809	25,5984
Error	10	13,97777	1,3978	Prob > F
C. Total	15	192,88209		<,0001

Aus Tabelle 7.11, die die Ergebnisse des Lack of Fit Tests enthält, wird deutlich, dass das Modell als adäquat bzgl. der Daten angesehen werden kann, da der Wert von 6,286 für den Ausdruck Lack of Fit Sum of Squares kleiner ist als der der Summe der Quadrate des echten Fehlers (7,691) /JMP02b/. Aufgrund der Tatsache, dass die Größe F Ratio als nicht-signifikant zu bezeichnen ist ( $p = 0,2169$ ), lässt sich das Modell zusätzlich durch eine Adäquatheit bzgl. der enthaltenen Terme charakterisieren /SAL05/.

Tabelle 7.11: Lack Of Fit

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Lack Of Fit	3	6,286424	2,09547	1,9071
Pure Error	7	7,691342	1,09876	Prob > F
Total Error	10	13,977767		0,2169
				Max RSq
				0,9601

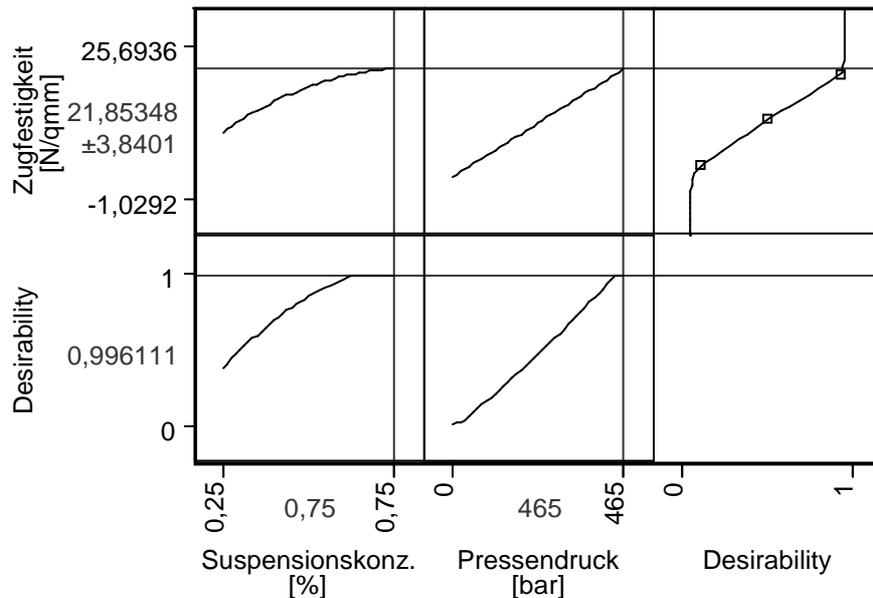
Mit Hilfe der in der zweiten Spalte der Tabelle 7.12 aufgeführten Abschätzungen der Koeffizienten der einzelnen Terme kann die Modellgleichung wie folgt formuliert werden:

$$\sigma_z \text{ [N/mm}^2\text{]} = 2,925 + 7,776 \cdot c \text{ [\%]} - 38,177 \cdot (c \text{ [\%]} - 0,5)^2 + 0,0254 \cdot p \text{ [bar]} + 0,00000111 \cdot (p \text{ [bar]} - 232,500)^2 + 0,0623 \cdot (c \text{ [\%]} - 0,5) \cdot (p \text{ [bar]} - 232,500) \quad \text{Formel 7.6}$$

Die o. g. Modellgleichung gestattet es, für die Konzentration der Fasersuspension  $c$  Werte zwischen 0,25 und 0,75 %, für den Hydrauliköldruck  $p$  Werte zwischen 0 und 465 bar (Presskraft zwischen 0 und 150 kN bzw. Flächenpressung des Faservlieses zwischen 0 und 5 N/mm<sup>2</sup>) einsetzen zu können. Als Ergebnis lassen sich dann Zugfestigkeiten einer aus Zellstoff gefertigten Streifenprobe vorher-sagen.

**Tabelle 7.12: Parameter Estimates**

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	2,9251443	1,386342	2,11	0,0610
Konzentration&RS	7,7759371	2,364552	3,29	0,0082
(Konzentration-0,5)*(Konzentration-0,5)	-38,17661	13,37593	-2,85	0,0171
Pressdruck&RS	0,0253807	0,002543	9,98	<,0001
(Pressdruck-232,5)*(Pressdruck-232,5)	0,0000011	0,000015	0,07	0,9441
(Konzentration-0,5)*(Pressdruck-232,5)	0,0622845	0,02034	3,06	0,0120



**Bild 7.7:** Prediction Profiler mit vorhergesagtem Versuchsergebnis bei begehrenswertester Einstellung der Einflussgrößen und maximierter Wünschbarkeitsfunktion (oben) sowie Desirability Profiler mit Wünschbarkeitslinien und maximal erzielbarer Wünschbarkeit (unten)

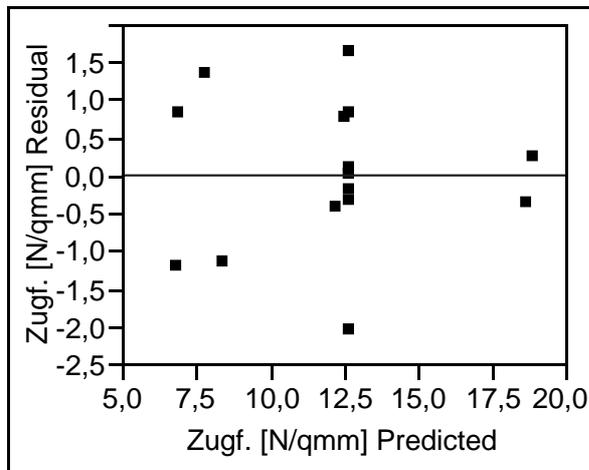
**Tabelle 7.13: Vergleich zwischen wahrer und prognostizierter Zugfestigkeit**

Nr.	Konzentration Fasersuspension [%]	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	Durch das Modell vorhergesagte Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	0,5	465	18,305	18,675
2	0,5	232,5	12,734	12,714
3	0,5	232,5	12,364	12,714
4	0,5	232,5	12,722	12,714
5	0,5	0	5,656	6,873
6	0,5	232,5	12,810	12,714
7	0,677	68,098	7,778	6,943
8	0,677	396,902	19,145	18,909
9	0,5	232,5	10,674	12,714
10	0,323	68,098	9,165	7,814
11	0,5	232,5	13,536	12,714
12	0,323	396,902	13,291	12,539
13	0,5	232,5	12,520	12,714
14	0,25	232,5	7,226	8,384
15	0,5	232,5	14,352	12,714
16	0,75	232,5	11,843	12,272

Wie bei der Modellbildung für Sekundärfaserstoff soll zur Auffindung optimaler Einstellungen der in das Regressionsmodell für Zellstoff eingeflossenen Einflussgrößen ebenfalls von einer zu maximierenden Wünschbarkeitsfunktion Gebrauch gemacht werden. Wie aus Bild 7.7 ersichtlich wird, kann die maximale Wünschbarkeit mit einem Wert von 0,996 beziffert werden. Voraussetzung dafür ist eine Wahl des Maximalwertes für beide Einflussgrößen, mit der der Vorhersagewert der Zugfestigkeit einen Wert unter Berücksichtigung des 95 %-Konfidenzintervalls von 21,853 N/mm<sup>2</sup> erreicht. Zur Demonstration der guten Vorhersagefähigkeit des Modells sind abschließend in Tabelle 7.13 sowohl die tatsächlichen als auch die vorhergesagten Versuchsergebnisse dargestellt.

### 7.3.3 Überprüfung des Regressionsmodells

Zur Rechtfertigung der Behauptung, es handele sich um ein realitätsnahes Regressionsmodell, ist in Analogie zu Kapitel 7.2.3 in einem ersten Schritt eine konstante Varianz der Residuen nachzuweisen. Bild 7.8 zeigt den für diese Überprüfung geeigneten Tukey-Anscombe Plot.



**Bild 7.8:** Residual by Predicted Plot, auch Tukey-Anscombe Plot genannt

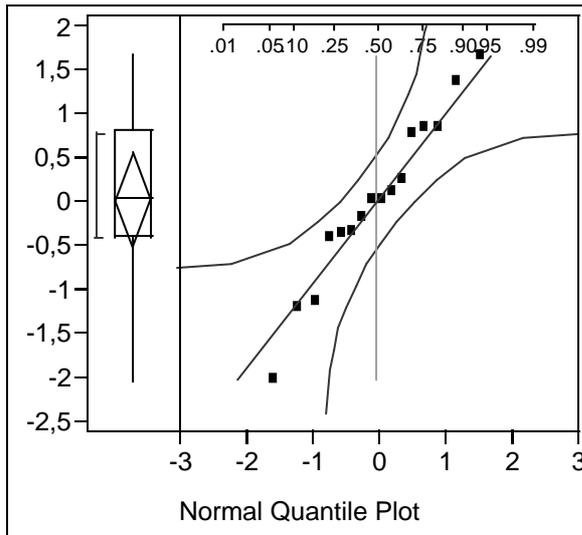
Bild 7.8 lässt den Schluss zu, die Varianz der Residuen als konstant annehmen zu können. Zum einen ist eine Trichterform, also eine kontinuierliche Zunahme der Streuung mit größer werdenden Werten der vorhergesagten Zugfestigkeiten, nicht erkennbar, zum anderen kann die Verteilung der Residuen als gleichmäßige Anordnung um den Mittelwert von Null bezeichnet werden.

In einem weiteren wichtigen Schritt ist die Normalverteilung der Residuen zu beweisen. Aus dem in Bild 7.9 dargestellten Q-Q-plot geht hervor, dass sich sämtliche Punkte in der Nähe der 45°-Geraden ohne große Abweichungen vor allem in den Randbereichen rechts und links im Diagramm wiederfinden lassen. Bei der Verteilung der Residuen ist somit von einer Normalverteilung auszugehen. Die Durchführung des Shapiro-Wilk-Tests zur Bestätigung dieser Aussage liefert einen Quotienten  $W$  von 0,973 und einen  $p$ -Wert als Wahrscheinlichkeitsaussage zum Zutreffen der Hypothese, dass eine Normalverteilung vorliegt, von 0,889. Das in Tabelle 7.14 gezeigte Ergebnis des Shapiro-Wilk-Tests steht folglich im Einklang mit dem des Q-Q-plots.

**Tabelle 7.14:** Goodness-of-Fit Test

Shapiro-Wilk  $W$  Test

$W$	Prob< $W$
0,973319	0,8891



**Bild 7.9:** *Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot), der um einen outlier box plot (links) ergänzt ist*

—  $Normal(-1e-16, 0,96532)$

Als dritte zu bestätigende Annahme im Hinblick auf eine erfolgreich durchführbare Regressionsanalyse wurde in Kapitel 7.2.3 ein Mittelwert der Residuen von Null formuliert. Tabelle 7.15 verdeutlicht, dass diese Annahme als erfüllt anzusehen ist.

**Tabelle 7.15:** *Mittelwert der Residuen*

<b>Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	-0,370; 0,020; -0,350; 0,008; -1,217; 0,096; 0,835; 0,237; -2,040; 1,351; 0,822; 0,752; -0,194; -1,158; 1,638; -0,429
<b>Mittelwert der Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	$1,041 \cdot 10^{-17}$

Auf die Überprüfung der Residuen auf Unabhängigkeit, die Untersuchung hinsichtlich eines Trends des Versuchsergebnisses über der Versuchsnummer sowie den Nachweis einer nicht existierenden Korrelation der Einflussfaktoren soll an dieser Stelle nicht ausführlich eingegangen werden, da sich die in Kapitel 7.2.3 getätigten Aussagen in analoger Weise übertragen lassen.

Um auch das für Zellstoff generierte Regressionsmodell endgültig als optimal deklarieren zu können, muss in einem letzten Schritt gezeigt werden, dass es sich um kleine Residuen handelt, die keine Ausreißer vorzuweisen haben. Aus Tabelle 7.15 wird direkt ersichtlich, dass die Residuen als klein betrachtet werden können. Da keine Punkte vorzufinden sind, die im Q-Q-plot weit von der 45°-Geraden entfernt und im outlier box plot ober- bzw. unterhalb der Whiskers liegen, ist davon auszugehen, dass die Residuen keine Ausreißer besitzen. Das erstellte Regressionsmodell ist insgesamt also als realitätsnah einzustufen.

## 7.4 Modellbildung für Holzstoff

Die Ergebnisse aus den Kapiteln 5.7.3.3 und 6.3 haben gezeigt, dass der Prozessparameter Presskraft eine hochsignifikante Einflussgröße darstellt. Da zur Aufstellung eines zentral zusammengesetzten Versuchsplanes mindestens zwei Faktoren  $x_1$  und  $x_2$  erforderlich sind, muss auf einen alternativen Versuchsplan ausgewichen werden. Die Wahl fällt hier auf einen sog. vollfaktoriellen Versuchsplan (Full Factorial Design), der alle Kombinationen der Stufen der Faktoren beinhaltet. Der Versuchsumfang lässt sich folglich aus dem Produkt der Stufen der Faktoren berechnen. Eine Ab-

schätzung der Wechselwirkungen ist bis zu der Ordnung möglich, die der Anzahl der Faktoren entspricht /JMP02a/. Im Vergleich zu den in Kapitel 7.1 neben dem zentral zusammengesetzten Versuchsplan aufgeführten anderen Versuchsplänen besitzen vollfaktorielle Versuchspläne bis auf den hohen Versuchsumfang bereits ab einer Anzahl von vier Faktoren keine Nachteile und erfüllen das Orthogonalitätskriterium /VER09/, /KLE03b/. Zur Erkennung nichtlinearer Abhängigkeiten ist es erforderlich, mindestens drei Stufen je Faktor zu realisieren ( $3^k$ -Plan) /KLE03b/. In Analogie zu den für die beiden anderen Rohstoffe eingesetzten zentral zusammengesetzten Versuchsplänen, in denen die Einflussgrößen auf jeweils fünf Stufen variiert werden, soll für die Untersuchung des Holzstoffes ein  $5^k$ -Plan zum Einsatz kommen.

#### 7.4.1 Vollfaktorieller Versuchsplan

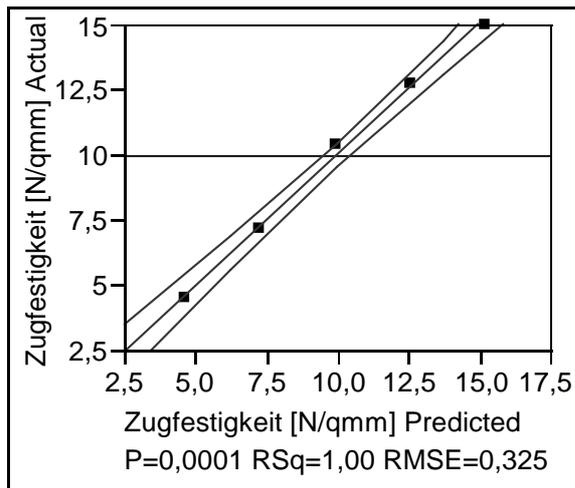
Wie auch die beiden in den Kapiteln 7.2.1 und 7.3.1 vorgestellten zentral zusammengesetzten Versuchspläne kann in ähnlicher Weise ein vollfaktorieller Versuchsplan unter Zuhilfenahme der Statistiksoftware JMP erstellt werden. Dazu ist zunächst im Dialogfeld zur Wahl eines Versuchstyps das Full Factorial Design auszuwählen. In einem nächsten Schritt gilt es, eine Spezifikation der Faktoren vorzunehmen, indem die sog. Levels festgelegt werden, die der Anzahl der Stufen der Faktoren entsprechen. In dem hier vorliegenden Fall ist für den kontinuierlichen Faktor  $x_1$  folglich der Level 5 zu definieren. Im Gegensatz zu einem zentral zusammengesetzten Versuchsplan werden die fünf Faktorstufen mit den Werten 1 bis 5 beziffert, so dass dem Wert 5 unter Berücksichtigung des Potentials der Pressstation der Faserformversuchsanlage der maximale Wert von 150 kN bzw. der äquivalente Wert von 465 bar zugeordnet werden kann. Der Bereich von 0 bis 465 bar ist folglich linear auf die fünf Faktorstufen aufzuteilen. Nach Abschluss dieser Eingaben wird der Versuchsplan mit allen erforderlichen Einzelversuchen automatisch generiert. Der vollfaktorielle Versuchsplan mit einer Variation der Einflussgröße auf 5 Stufen und mit den gemessenen Zugfestigkeiten der jeweiligen Streifenproben ist in Tabelle 7.16 dargestellt.

**Tabelle 7.16:** Vollfaktorieller Versuchsplan für Holzstoff mit Versuchsergebnissen

Nr.	Presskraft bzw. Pressendruck [Faktorstufe]	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	1	0	4,496
2	2	116,25	7,161
3	3	232,5	10,354
4	4	348,75	12,737
5	5	465	14,945

#### 7.4.2 Versuchsauswertung mit der Statistiksoftware JMP

Als erste Erkenntnis ist festzuhalten, dass das erstellte Modell als hochsignifikant anzusehen ist (F Ratio = 663,536, siehe Tabelle 7.18; p-Wert = 0,0001, siehe Bild 7.10) /SAL05/. Weiterhin kann dem Modell eine perfekte Genauigkeit bescheinigt werden, da das Bestimmtheitsmaß den Idealwert von 1 annimmt. Aufgrund einer sehr kleinen Standardabweichung der Störung (RMSE = 0,325) besitzt das Modell zusätzlich eine sehr gute Vorhersagefähigkeit /JMP02a/.



**Bild 7.10:** Actual by Predicted Plot

**Tabelle 7.18:** Analysis of Variance

Source	DF	Sum of Squares	Mean Square	F Ratio
Model	1	70,083755	70,0838	663,5358
Error	3	0,316865	0,1056	Prob > F
C. Total	4	70,400620		0,0001

In Kapitel 7.2.2 wurde erwähnt, dass sich mit dem Korrekturmaß  $R^2_{adj}$  eine Anpassung des Bestimmtheitsmaßes  $R^2$  vornehmen lässt, um Modelle mit einer unterschiedlichen Anzahl an Parametern besser miteinander vergleichen zu können /JMP02b/. Da das Regressionsmodell für Holzstoff nicht sechs Parameter wie die Modelle für Sekundärfaserstoff und Zellstoff, sondern zwei Parameter besitzt (vgl. Tabelle 7.5, 7.12 und 7.19), macht es Sinn, die Genauigkeit des Regressionsmodells für Holzstoff mit der der beiden anderen Modelle anhand des Korrekturmaßes zu vergleichen. Tabelle 7.17 liefert einen Überblick über die Korrekturmaße der erstellten Modelle.

**Tabelle 7.17:** Korrekturmaße der Regressionsmodelle

Regressionsmodell	Korrekturmaß $R^2_{adj}$
Sekundärfaserstoff	0,818
Zellstoff	0,891
Holzstoff	0,994

Aus Kapitel 7.2.2 geht hervor, dass zur Durchführung eines Lack of Fit Tests ein nicht gesättigtes Modell vorliegen und der Versuchsplan eine exakte Wiederholung von Faktorkombinationen aufweisen muss. Der Versuchsplan für Holzstoff lässt erkennen, dass eine Wiederholung von Faktorkombinationen nicht vorgesehen ist. Infolgedessen existieren keine Freiheitsgrade für den echten Fehler (pure error) /JMP02b/. Darüber hinaus ist ein vollfaktorieller Versuchsplan, der für Holzstoff zum Einsatz kommt, als gesättigt zu bezeichnen /SAL05/. Ein Lack of Fit Test kann für das hier vorliegende Regressionsmodell folglich nicht durchgeführt werden.

In Analogie zu den beiden bereits erstellten Regressionsmodellen für Sekundärfaserstoff und Zellstoff lassen sich mit Hilfe der Statistiksoftware auch für ein vollfaktorielles Modell alle erforderlichen Terme automatisch konstruieren. Dazu müssen im Dialogfeld der Software zur Spezifikation des Modells die Haupteffekte definiert und das Makro „Full Factorial“ aktiviert werden /JMP02b/. Die berechneten Abschätzungen der Koeffizienten der einzelnen Terme sind in der zweiten Spalte

der Tabelle 7.19 aufgeführt, mit denen sich die Modellgleichung in der folgenden Form angeben lässt:

$$\sigma_z \text{ [N/mm}^2\text{]} = 4,644 + 0,0228 \cdot p \text{ [bar]} \quad \textit{Formel 7.7}$$

Werden für den Hydraulikölldruck  $p$  Werte zwischen 0 und 465 bar (Presskraft zwischen 0 und 150 kN bzw. Flächenpressung des Faservlieses zwischen 0 und 5 N/mm<sup>2</sup>) eingesetzt, so ist es möglich, eine Prognose für die entsprechende Zugfestigkeit einer aus Holzstoff gefertigten Streifenprobe zu tätigen.

**Tabelle 7.19:** *Parameter Estimates*

Term	Estimate	Std Error	t Ratio	Prob> t
Intercept	4,6438993	0,25174	18,45	0,0003
Pressendruck [bar]	0,0227728	0,000884	25,76	0,0001

Da die durch Formel 7.7 beschriebene Modellgleichung eine Gerade beschreibt, kann die zu einer Maximierung des Versuchsergebnisses führende Einstellung des in das Regressionsmodell eingeflossenen Faktors auch ohne Anwendung einer Wünschbarkeitsfunktion unmittelbar aus den in Tabelle 7.16 angegebenen Versuchsergebnissen abgelesen werden. Bei einer Wahl des Pressendrucks zu 465 bar lässt sich mit Hilfe der o. g. Regressionsgleichung ein Vorhersagewert für die Zugfestigkeit von 15,233 N/mm<sup>2</sup> ermitteln.

Um abschließend die sehr gute Vorhersagefähigkeit des Regressionsmodells veranschaulichen zu können, sind in Tabelle 7.20 die tatsächlichen den prognostizierten Versuchsergebnissen gegenübergestellt.

**Tabelle 7.20:** *Vergleich zwischen wahrer und prognostizierter Zugfestigkeit*

Nr.	Presskraft bzw. Pressendruck [bar]	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]	Durch das Modell vorhergesagte Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
1	0	4,496	4,644
2	116,25	7,161	7,291
3	232,5	10,354	9,939
4	348,75	12,737	12,586
5	465	14,945	15,233

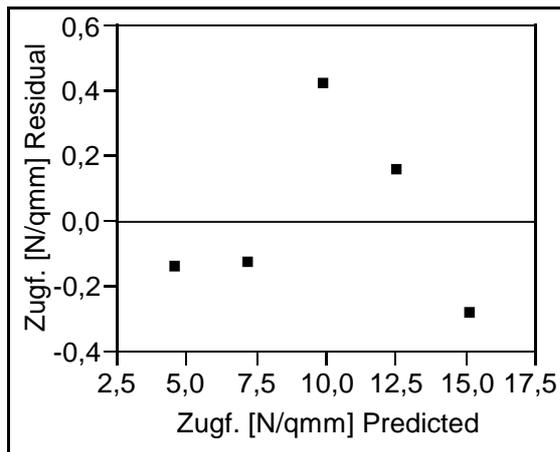
### 7.4.3 Überprüfung des Regressionsmodells

Wie aus Bild 7.11 ersichtlich wird, bilden die Residuen keinen Trichter und ordnen sich gleichmäßig um den Mittelwert von Null an. Die Varianz der Residuen ist folglich als konstant zu bezeichnen. Der in Bild 7.12 dargestellte Q-Q-plot zeigt, dass die Residuen als normalverteilt angenommen werden können. Zum einen orientiert sich die Verteilung der Residuen an dem Verlauf der 45°-Geraden, zum anderen rechtfertigt der durchgeführte Shapiro-Wilk-Test mit einem Quotienten  $W$  von 0,919 und einem p-Wert von 0,520 in eindeutiger Weise die Annahme einer Normalverteilung.

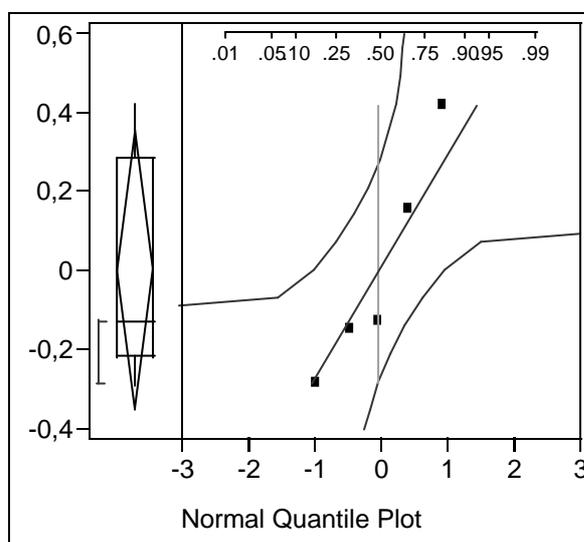
**Tabelle 7.21:** *Goodness-of-Fit Test*

Shapiro-Wilk  $W$  Test

W	Prob<W
0,918504	0,5203



**Bild 7.11:** Residual by Predicted Plot, auch Tukey-Anscombe Plot genannt



**Bild 7.12:** Q-Q-plot der Residuen über theoretische Quantile der Normalverteilung (normal plot), der um einen outlier box plot (links) ergänzt ist

Die einzelnen Residuen sind in Tabelle 7.22 explizit aufgelistet. Es wird deutlich, dass diese als klein anzusehen sind und der Mittelwert der Residuen mit Null zu beziffern ist.

**Tabelle 7.22:** Mittelwert der Residuen

<b>Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	-0,148; -0,130; 0,415; 0,151; -0,288
<b>Mittelwert der Residuen [N/mm<sup>2</sup>]</b>	$-2 \cdot 10^{-9}$

Die Residuen lassen sich zudem als frei von Ausreißern bezeichnen, da sowohl im Q-Q-plot als auch im outlier box plot keine Punkte existieren, die weit von der 45°-Geraden entfernt bzw. ober- oder unterhalb der eingezeichneten Whiskers liegen. Auf eine Überprüfung der restlichen, in Kapitel 7.2.3 genannten Bedingungen soll an dieser Stelle nicht weiter eingegangen werden, da die in diesem Kapitel getätigten Aussagen uneingeschränkt auf das hier behandelte Modell übertragbar sind. Das für Holzstoff generierte Regressionsmodell darf also wie auch die beiden anderen Modelle als realitätsnah angesehen werden.

## 7.5 Modellverbesserung durch Transformation der Ergebnisgröße

Der Literatur lässt sich entnehmen, dass mit Hilfe der sog. Box-Cox-Transformation eine Ergebnisgröße so transformiert werden kann, dass insgesamt eine Verbesserung des Regressionsmodells herbeigeführt wird /JMP02b/. Anstelle der Versuchsergebnisse kommt bei einer Transformation eine Größe zum Einsatz, die sich mittels einer Umrechnung aus den Versuchsergebnissen erhalten lässt /KLE03b/. Für eine durchzuführende Regressionsanalyse sind dann nur die umgerechneten Werte relevant. Bei der Box-Cox-Transformation, die in /BOX78/ als varianzstabilisierende Transformation bezeichnet wird, findet statt des Versuchsergebnisses  $y$  die transformierte Variable  $Y = y^\lambda$  (**Formel 7.8**) Verwendung, wobei  $\lambda$  eine reelle Zahl darstellt /KLE03b/. Um den besten Wert für  $\lambda$  finden zu können, werden die Residuen mit Hilfe einer geeigneten Normierung für unterschiedliche  $\lambda$ -Werte vergleichbar gemacht und anschließend minimiert /BOX78/.

Neben der Box-Cox-Transformation existieren weitere varianzstabilisierende Transformationen, wie die logarithmische Transformation

$$Y = \ln y \quad \text{/KLE03b/} \quad \text{Formel 7.9,}$$

die Wurzeltransformation

$$Y = \sqrt{y} \quad \text{/KLE03b/} \quad \text{Formel 7.10,}$$

die Transformation

$$Y = \arcsin \cdot \sqrt{y} \quad \text{/GRA87/} \quad \text{Formel 7.11}$$

und die weniger gut geeignete  $\omega$ -Transformation

$$\omega = 10 \cdot \log \frac{y}{1-y} \quad \text{/TAG85/} \quad \text{Formel 7.12.}$$

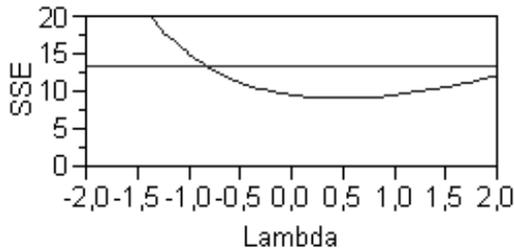
Laut /KLE03b/ ist es sinnvoll, die logarithmische Transformation einzusetzen, wenn es sich bei den Versuchsergebnissen um Lebensdauerdaten handelt. Die Wurzeltransformation sollte zum Einsatz kommen, wenn die Versuchsergebnisse Zählergebnisse darstellen. /GRA87/ bzw. /TAG85/ empfehlen eine Verwendung der letzten beiden Transformationen, wenn als Versuchsergebnis der Anteil einer Gesamtmenge, der eine bestimmte Eigenschaft aufweist, definiert wird. Da in /KLE03b/ bzw. /JMP02b/ keine Einschränkungen bzgl. des Charakters des Versuchsergebnisses beim Einsatz der Box-Cox-Transformation genannt werden, ist es sinnvoll, diese auf die in dieser Arbeit definierte Ergebnisgröße anzuwenden.

### 7.5.1 Box-Cox-Transformation der für Sekundärfaserstoff ermittelten Versuchsergebnisse

Mit Hilfe der Statistiksoftware JMP ist es möglich, eine Box-Cox-Transformation nach Abschluss der Regression durchzuführen. Um kein Problem beim Einsetzen des Wertes  $\lambda = 0$  in Formel 7.8 entstehen zu lassen, bietet JMP eine im Vergleich zu /KLE03b/ abgewandelte Definition der Transformationsformel an, in der das geometrische Mittel  $\dot{y}$  sowie weitere Terme einfließen und die einen Vergleich der Summen der Quadrate der Fehler, auf die bereits in Kapitel 5.7.1.3 eingegangen wurde, ermöglicht. Die abgewandelte transformierte Variable  $Y^{(\lambda)}$  lässt sich wie folgt darstellen /JMP02b/:

$$Y^{(\lambda)} = \begin{cases} \frac{y^\lambda - 1}{\lambda \cdot \dot{y}^{\lambda-1}} & \text{für } \lambda \neq 0 \\ \dot{y} \cdot \ln(y) & \text{für } \lambda = 0 \end{cases} \quad \text{mit } \dot{y} = \left( \prod_{i=1}^n y_i \right)^{\frac{1}{n}} = \sqrt[n]{y_1 \cdot y_2 \cdot \dots \cdot y_n} \quad \text{/GEO09/} \quad \text{Formel 7.13}$$

Um den besten Wert für  $\lambda$  festlegen zu können, wird in einem Diagramm die Summe der Quadrate des Fehlers (Sum of Squares Error – SSE) über  $\lambda$ -Werten in einem Bereich zwischen -2 und 2 aufgetragen. Aus dem in Bild 7.13 gezeigten Diagramm ergibt sich die beste Anpassung des Modells an die Versuchsergebnisse, wenn  $\lambda$  Werte zwischen ungefähr -0,8 und etwa 2,0 bzw. leicht darüber annimmt /JMP02b/. Ein optimaler Wert für  $\lambda$  lässt sich jedoch erzielen, wenn die Summe der Quadrate des Fehlers ihr Minimum erreicht /KLE03b/. Dieser Fall tritt, wie aus Bild 7.13 ersichtlich ist, für  $\lambda = 0,4$  ein.



**Bild 7.13:** Box-Cox-Transformation der dem in Kapitel 7.2.2 erstellten Regressionsmodell zugrundeliegenden Daten

Beim Einsetzen dieses Wertes und eines errechneten Wertes von 9,190 für  $\hat{y}$  in die durch Formel 7.13 beschriebene Gleichung ist für die Erstellung eines Regressionsmodells dann nicht mehr das Versuchsergebnis  $y$ , sondern das transformierte Ergebnis

$$\frac{y^{0,4} - 1}{0,106}$$

relevant. Nach einer entsprechenden Umrechnung der Versuchsergebnisse aus Tabelle 7.1 und einer erneut durchgeführten Regression lässt sich dann anstelle der durch Formel 7.5 ausgedrückten Gleichung die Modellgleichung in der folgenden Form wiedergeben, die zu keiner Veränderung der zur Maximierung des Versuchsergebnisses erforderlichen Einstellung der Einflussfaktoren führt:

$$\frac{(\sigma_z [\text{N/mm}^2])^{0,4} - 1}{0,106} = 9,185 + 8,015 \cdot c [\%] + 0,0172 \cdot p [\text{bar}] - 45,664 \cdot (c [\%] - 0,15)^2 +$$

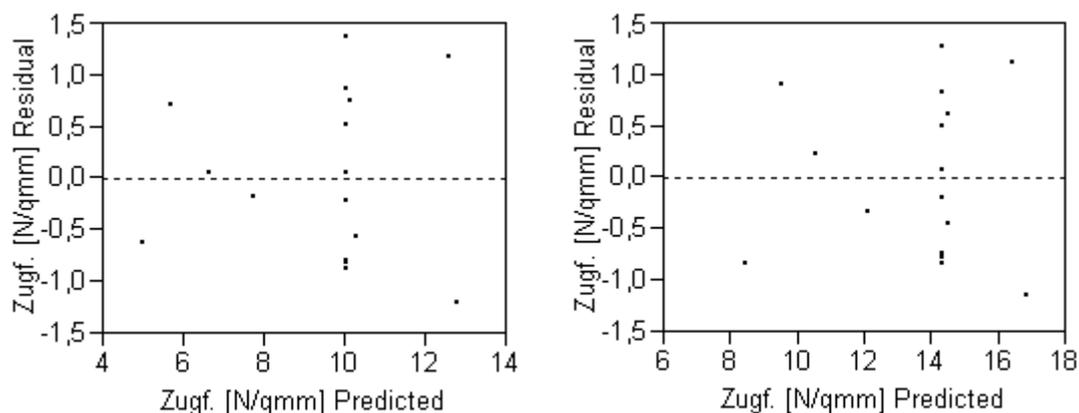
$$0,0185 \cdot (c [\%] - 0,15) \cdot (p [\text{bar}] - 232,500) - 0,0000355 \cdot (p [\text{bar}] - 232,500)^2 \quad \textbf{Formel 7.14}$$

Um beurteilen zu können, ob die Transformation der Ergebnisgröße zu einer Verbesserung des Modells geführt hat, sind in der folgenden Tabelle die wichtigsten Kenngrößen einer Regression sowohl für das Modell mit nicht transformierter als auch für das mit transformierter Datenbasis dargestellt. Die Residuen sind auch für das transformierte Modell als ausreißerfrei und als klein anzusehen. Sie besitzen einen Mittelwert von Null und sind unabhängig. Darüber hinaus ist ein Trend des Versuchsergebnisses über der Versuchsnummer ebenso auszuschließen wie eine Korrelation der Einflussfaktoren.

Tabelle 7.23 zeigt, dass durch die Transformation der Ergebnisgröße teilweise eine Modellverbesserung erzielt werden konnte. Bei einem Vergleich der beiden in Bild 7.14 dargestellten Tukey-Anscombe Plots wird ersichtlich, dass die Transformation auch zu einer gewissen Varianzstabilisierung führt, die in Kapitel 7.5 angesprochen wurde. Nach der Transformation bilden die Residuen in verbessertem Maße eine Punktwolke bzw. liegen deutlicher in einem waagerechten Band, so wie es in /KLE03b/ als optimal erachtet wird.

**Tabelle 7.23:** Vergleich wichtiger Regressionsgrößen des nicht transformierten und des transformierten Modells

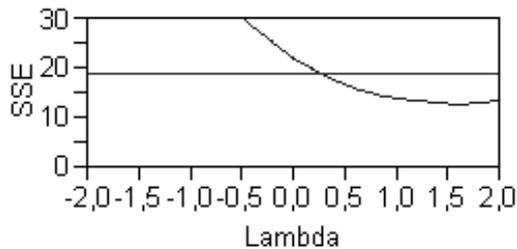
Regressionsgröße	Untransf. Modell	Transf. Modell	Bedingung
<i>Summary of Fit</i>			
$R^2$	0,878	0,896	> 0,8
$R^2_{\text{adj.}}$	0,818	0,844	möglichst groß
RMSE	0,985	0,962	möglichst klein
<i>Analysis of Variance</i>			
F Ratio	14,439	17,171	> 1
p-Wert der F Ratio	0,0003	0,0001	muss signifikant sein
<i>Lack of Fit</i>			
Lack of Fit Sum of Squares (*)	4,654	4,815	möglichst klein
Pure Error Sum of Squares (**)	5,039	4,439	(*) sollte nicht signifikant größer als (**) sein
p-Wert der F Ratio	0,1815	0,1406	muss nicht-signifikant sein
<i>Normalverteilung der Residuen (Shapiro-Wilk-Test)</i>			
Quotient W	0,948	0,934	sollte in der Nähe von 1 liegen
p-Wert	0,459	0,279	$\geq 0,05$



**Bild 7.14:** Tukey-Anscombe Plot des untransformierten (links) und des transformierten Modells (rechts)

### 7.5.2 Box-Cox-Transformation der für Zellstoff ermittelten Versuchsergebnisse

In Analogie zu der für Sekundärfaserstoff durchgeführten Transformation muss zunächst ein Idealwert für  $\lambda$  ermittelt werden, der laut Bild 7.15 mit 1,6 zu beziffern ist. Eine grundsätzlich gute Anpassung des Modells an die Versuchsdaten lässt sich erzielen, wenn  $\lambda$  in einem Bereich zwischen ungefähr 0,3 und deutlich über 2,0 liegt.



**Bild 7.15:** Box-Cox-Transformation der dem in Kapitel 7.3.2 erstellten Regressionsmodell zugrundeliegenden Daten

Mit  $\lambda = 1,6$  und einem ermittelten Wert von 11,597 für  $\hat{y}$  ergibt sich mit Hilfe der durch Formel 7.13 ausgedrückten Gleichung als transformiertes Versuchsergebnis der Ausdruck

$$\frac{y^{1,6} - 1}{6,962},$$

mittels dessen die in Tabelle 7.9 angegebenen Versuchsergebnisse umzurechnen sind. Nach durchgeführter Regression auf Basis dieser Daten kann die Modellgleichung dann anstelle der durch Formel 7.6 beschriebenen Gleichung wie folgt angegeben werden, die ebenfalls zu keiner Veränderung der zur Maximierung des Versuchsergebnisses erforderlichen Einstellung der Einflussfaktoren führt:

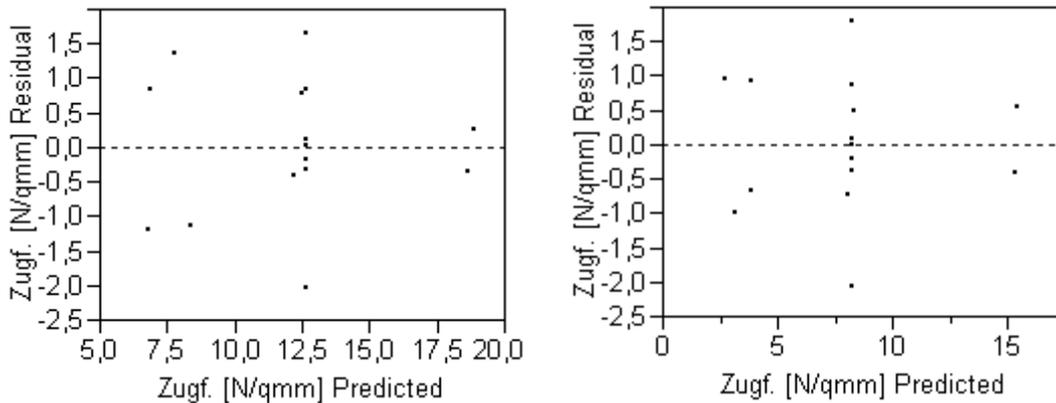
$$\frac{(\sigma_z [\text{N/mm}^2])^{1,6} - 1}{6,962} = 1,974 \cdot (-1) + 8,339 \cdot c [\%] + 0,0262 \cdot p [\text{bar}] - 36,093 \cdot (c [\%] - 0,5)^2 + 0,0714 \cdot (c [\%] - 0,5) \cdot (p [\text{bar}] - 232,500) + 0,0000179 \cdot (p [\text{bar}] - 232,500)^2 \quad \text{Formel 7.15}$$

Um eine Abschätzung zu ermöglichen, inwieweit durch die Transformation der Ergebnisgröße eine Steigerung der Modellgüte erzielt wurde, werden in Analogie zu Kapitel 7.5.1 die wichtigsten Regressionsgrößen des untransformierten den des transformierten Modells tabellarisch gegenübergestellt. Die eingangs zu Tabelle 7.23 formulierten Aussagen lassen sich in uneingeschränkter Weise auf das transformierte Regressionsmodell für Zellstoff übertragen.

**Tabelle 7.24:** Vergleich wichtiger Regressionsgrößen des nicht transformierten und des transformierten Modells

Regressionsgröße	Untransf. Modell	Transf. Modell	Bedingung
<i>Summary of Fit</i>			
$R^2$	0,928	0,938	> 0,8
$R^2_{\text{adj.}}$	0,891	0,907	möglichst groß
RMSE	1,182	1,134	möglichst klein
<i>Analysis of Variance</i>			
F Ratio	25,598	30,270	> 1
p-Wert der F Ratio	< 0,0001	< 0,0001	muss signifikant sein
<i>Lack of Fit</i>			
Lack of Fit Sum of Squares (*)	6,286	4,463	möglichst klein
Pure Error Sum of Squares (**)	7,691	8,397	(*) sollte nicht signifikant größer als (**) sein
p-Wert der F Ratio	0,217	0,365	muss nicht-signifikant sein
<i>Normalverteilung der Residuen (Shapiro-Wilk-Test)</i>			
Quotient W	0,973	0,980	sollte in der Nähe von 1 liegen
p-Wert	0,889	0,966	$\geq 0,05$

Wie sich Tabelle 7.24 entnehmen lässt, führt die Transformation der Ergebnisgröße zu einer deutlichen Steigerung der Modellgüte. Im Vergleich zu dem transformierten Regressionsmodell für Sekundärfaserstoff zeichnet sich dasjenige für Zellstoff dadurch aus, dass es verglichen mit dem untransformierten Modell eine Verbesserung sämtlicher Regressionsgrößen bewirkt. Um eine Aussage hinsichtlich einer durch die Transformation hervorgerufenen Varianzstabilisierung tätigen zu können, sollen in Analogie zu Kapitel 7.5.1 die Tukey-Anscombe Plots des untransformierten und des transformierten Modells miteinander verglichen werden. Bild 7.16 zeigt, dass die Residuen nach der Transformation deutlicher in einem in gewissem Maße eingrenzbaeren waagerechten Band liegen als vorher.



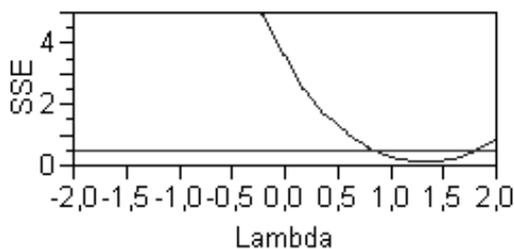
**Bild 7.16:** Tukey-Anscombe Plot des untransformierten (links) und des transformierten Modells (rechts)

**7.5.3 Box-Cox-Transformation der für Holzstoff ermittelten Versuchsergebnisse**

Wie aus Bild 7.17 ersichtlich ist, kann eine auf das erstellte Regressionsmodell für Holzstoff anzuwendende Box-Cox-Transformation als effizient angesehen werden, wenn für  $\lambda$  Werte zwischen ungefähr 0,8 und etwa 1,8 gewählt werden. Mit dem Idealwert für  $\lambda$  von 1,4 und einem berechneten Wert von 9,131 für  $\hat{y}$  lässt sich das transformierte Versuchsergebnis

$$\frac{y^{1,4} - 1}{3,391}$$

erhalten.



**Bild 7.17:** Box-Cox-Transformation der dem in Kapitel 7.4.2 erstellten Regressionsmodell zugrundeliegenden Daten

Als Ergebnis einer auf der Grundlage der transformierten Versuchsdaten durchgeführten Regression geht die Modellgleichung dann anstelle der durch Formel 7.7 dargestellten Gleichung in der folgenden Form hervor, die, wie auch bei den beiden zuvor erstellten transformierten Modellen, zu keiner Veränderung der zur Maximierung des Versuchsergebnisses erforderlichen Einstellung des Einflussfaktors führt:

$$\frac{(\sigma_z [\text{N/mm}^2])^{1,4} - 1}{3,391} = 1,968 + 0,0232 \cdot p \text{ [bar]}$$

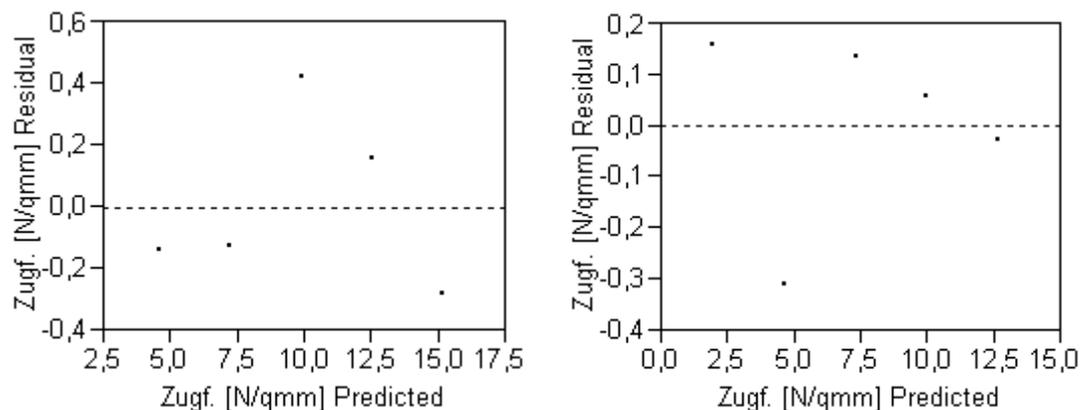
**Formel 7.16**

Um die infolge der Transformation hervorgerufene Modellverbesserung quantifizieren zu können, erfolgt wie bei den für die beiden anderen Rohstoffe bereits durchgeführten Transformationen eine Gegenüberstellung der wichtigsten Regressionsgrößen des ursprünglichen und des modifizierten Modells. Die im Zusammenhang mit Tabelle 7.23 genannten Eigenschaften der Residuen sowie die getätigten Aussagen bzgl. eines Trends des Versuchsergebnisses und einer Korrelation der Einflussfaktoren besitzen auch für das in diesem Kapitel beschriebene transformierte Regressionsmodell Gültigkeit.

**Tabelle 7.25:** Vergleich wichtiger Regressionsgrößen des nicht transformierten und des transformierten Modells

Regressionsgröße	Untransf. Modell	Transf. Modell	Bedingung
<i>Summary of Fit</i>			
$R^2$	0,995	0,998	> 0,8
$R^2_{\text{adj.}}$	0,994	0,997	möglichst groß
RMSE	0,325	0,219	möglichst klein
<i>Analysis of Variance</i>			
F Ratio	663,536	1.513,841	> 1
p-Wert der F Ratio	0,0001	< 0,0001	muss signifikant sein
<i>Normalverteilung der Residuen (Shapiro-Wilk-Test)</i>			
Quotient W	0,919	0,855	sollte in der Nähe von 1 liegen
p-Wert	0,520	0,212	$\geq 0,05$

Tabelle 7.25 zeigt, dass es dennoch möglich ist, einen Großteil der aufgeführten Regressionsgrößen mit Hilfe einer Transformation der Ergebnisgröße zu verbessern, obwohl sich das Ausgangsmodell bereits durch eine sehr hohe Güte auszeichnet. Wie durch Bild 7.18 deutlich wird, muss im Gegensatz zu den für die beiden anderen Rohstoffe erstellten Regressionsmodellen im Falle von Holzstoff die Beurteilung der Auswirkung der Transformation auf die Varianz der Residuen aufgrund der Tatsache, dass die Regressionsmodelle auf einer relativ geringen Anzahl an Datenpunkten basieren, als schwierig bezeichnet werden. Eine Aussage bzgl. einer Verbesserung der Anordnung der Residuen in dem rechts in Bild 7.18 dargestellten Tukey-Anscombe Plot ist somit kaum möglich.



**Bild 7.18:** Tukey-Anscombe Plot des untransformierten (links) und des transformierten Modells (rechts)

## 7.6 Verifikation der erstellten Regressionsmodelle

Zur Untermauerung der Glaubwürdigkeit der in den Kapiteln 7.2.2, 7.3.2, 7.4.2, 7.5.1, 7.5.2 und 7.5.3 erstellten Regressionsmodellen sollen in diesem Kapitel für jeden der untersuchten Rohstoffe jeweils zwei weitere Versuche gemäß den in den Kapiteln 7.2.1, 7.3.1 und 7.4.1 aufgestellten Versuchsplänen durchgeführt werden, bei denen die Einflussgrößen Werte annehmen, die in den Versuchsplänen nicht realisiert wurden. Ein Vergleich der erhaltenen Versuchsergebnisse mit den durch die jeweiligen Modellgleichungen prognostizierten Resultaten sollte dann Aufschluss über die Güte der erstellten Modelle geben. Tabelle 7.26 stellt die Ergebnisse in übersichtlicher Form dar.

**Tabelle 7.26:** Gegenüberstellung tatsächlicher Versuchsergebnisse und durch die jeweiligen Modellgleichungen sowohl in untransformierter als auch in transformierter Form vorhergesagter Resultate für unterschiedliche, mit verschiedenen Rohstoffen durchgeführte Versuche

Rohstoff	Realisierte Faktorstufenkombination	Erhaltene Versuchsergebnisse (Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ])	Resultate der Modellgleichungen aus 7.2.2, 7.3.2 und 7.4.2 (Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ])	Erhaltene transformierte Versuchsergebnisse (Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ])	Resultate der Modellgleichungen aus 7.5.1, 7.5.2 und 7.5.3 (Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ])
Sekundärfaserstoff	$c = 0,2 \%$ , $p = 155 \text{ bar}$	8,840	8,888	13,160	13,052
	$c = 0,1 \%$ , $p = 310 \text{ bar}$	10,061	10,609	14,362	14,912
Zellstoff	$c = 0,58 \%$ , $p = 155 \text{ bar}$	10,015	10,745	5,588	6,351
	$c = 0,42 \%$ , $p = 310 \text{ bar}$	13,092	13,435	8,656	9,072
Holzstoff	$p = 155 \text{ bar}$	8,629	8,174	5,731	5,560
	$p = 310 \text{ bar}$	11,195	11,703	8,381	9,150

Wie aus Tabelle 7.26 ersichtlich ist, entsprechen die unter Verwendung der Modellgleichungen erhaltenen prognostizierten Zugfestigkeiten in guter Näherung den tatsächlichen Versuchsergebnissen, so dass den in den vorangegangenen Kapiteln erstellten Regressionsmodellen Glauben geschenkt werden darf.

## 8 Einfluss von Dispersionen

Wie bereits erwähnt, können die in Kapitel 2.3.2 vorgestellten und teilweise auch in den Kapiteln 5.7.1.1, 5.7.2.1 und 5.7.3.1 eingesetzten Zusatzstoffe als ungeeignet angesehen werden, um die hygroskopischen Eigenschaften von Faserformprodukten nennenswert verbessern zu können. Aus diesem Grund sollen nun losgelöst von den in Kapitel 5 durchgeführten Versuchen in dem vorliegenden Kapitel die Möglichkeiten zur Reduzierung der Feuchteempfindlichkeit untersucht werden.

### 8.1 Zielsetzung und Problemstellung

Ziel soll es sein, die Faserformprodukte so zu optimieren, dass ein Wasserkontakt für eine zeitlich beschränkte Dauer nicht zur sofortigen Auflösung der Produkte führt. In Vorversuchen wurden

mehrere Proben in Wasser getaucht, um den Effekt der Feuchtigkeitseindringung beobachten zu können. Bei allen Proben zeigten sich ein überaus starkes Quellverhalten und ein relativ schnell einsetzender Verlust des Faserverbundes. Ein Versuch, eine für kurze Zeit in Wasser eingetauchte Streifenprobe in die in Bild 5.2 dargestellte Zugprüfmaschine einzuspannen, um die verbleibende Festigkeit zu bestimmen, scheiterte, da bereits das Anziehen der profilierten Spannbacken zu einem vollständigen Verlust des Faserverbundes und damit des Zusammenhaltes des Produktes führte. Eine Zugprüfung ließ sich praktisch nicht mehr durchführen.

## 8.2 Versuchsobjekte

Aufgrund der im vorangegangenen Kapitel geschilderten Problematik wurde beschlossen, anstelle des Versuchsobjektes Streifenprobe das Versuchsobjekt Orthese für derartige Versuche zu verwenden. Hintergrund ist der, dass die in Bild 5.1 gezeigten Fixierschrauben und Arretierbänder lediglich zur Aufrechterhaltung der Position der Orthese auf dem Werkzeug sowie dem Versuchstisch dienen. Ihre Funktionen sind mit denen eines Widerlagers vergleichbar. Ein festes Anziehen der Fixierschrauben sowie ein starkes Verzurren der Arretierbänder sind nicht erforderlich. Der durch die Feuchtigkeit angelöste Faserverbund wird folglich durch die Fixierschrauben und die Arretierbänder nicht weiter beschädigt. Die Einleitung der für eine Biegung der Orthese notwendigen Kraft erfolgt nicht an der Orthese selbst, sondern an dem sich unter der Orthese befindenden Werkzeug. Hierin besteht der entscheidende Vorteil gegenüber der an einer Streifenprobe durchgeführten Zugprüfung, bei der die Kraft über die Spannbacken direkt an dem Prüfling angreift. Anders als die Fixierschrauben und die Arretierbänder müssen die Spannbacken mit einer gewissen Vorspannkraft beaufschlagt werden, damit sich eine durch Reibschluss erzeugte Zugkraft auf die Streifenprobe übertragen lässt. Da, wie eingangs erwähnt, bereits geringe Vorspannkraft für eine Zerstörung des Faserverbundes sorgen, die eine Zugprüfung unmöglich macht, eignen sich Streifenproben nicht zur Untersuchung der hygroskopischen Eigenschaften.

## 8.3 Anforderungen an einzusetzende Dispersionen

Aufgrund der Tatsache, dass weitere Versuche ausschließlich an Orthesen durchgeführt werden, sollten bei der Suche nach geeigneten Mitteln zur Reduzierung der Feuchteempfindlichkeit folgende Kriterien Berücksichtigung finden:

- Umweltfreundliche Mittel, welche bzgl. ihrer Zusammensetzungen die Anforderungen der Empfehlung XXXVI des Bundesinstituts für Risikobewertung (BfR), „Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt“, erfüllen, um den Charakter des umweltfreundlichen Produktes Orthese nicht zu gefährden
- Mittel sollten wasserabweisend, aber dennoch luftdurchlässig sein, um die Atmungsaktivität, die der Rohstoff aufweist und die für ein Produkt, das mit der menschlichen Haut in Kontakt kommt, zwingend erforderlich ist, nicht zu beeinträchtigen
- Mittel müssen der Orthese eine zeitlich begrenzte Feuchtigkeitsresistenz verleihen, um einen Wasserkontakt, mit dem zu rechnen ist, wenn ein die Orthese tragender Patient seinen Unterarm aus Unachtsamkeit unter fließendes Wasser hält, gewährleisten zu können
- Mittel sollten sich auf einfache Art und Weise auf die fertigen Faserformprodukte aufbringen lassen, z. B. durch Sprühen oder Streichen

## 8.4 Auswahl einer geeigneten Dispersion

Wie bereits in Kapitel 2 erwähnt, ließen sich bei der durchgeführten Literaturrecherche keine Hinweise auf Untersuchungen zur Wasserfestmachung eines Faserformproduktes finden. Eine über die recherchierten gängigen, in der Papierindustrie eingesetzten Zusatzstoffe hinausgehende gezielte Suche nach Imprägniermöglichkeiten für Papier erbrachte das Ergebnis, dass sich Papier, Karton und Pappe mit Hilfe von Erdölprodukten, wie Paraffin und Bitumen, Kunstharzen und Kunstwachsen, Kunststoffdispersionen, Steinkohlenteer, Zellulosederivaten, Stärken und Spezialstärken, insektiziden Chemikalien, fungiziden und bakteriziden Chemikalien sowie Korrosionsschutzmitteln u. a. imprägnieren lassen. Die genannten Mittel können entweder in der Mischbütte zugegeben (Masseimprägnierung) oder auf die fertige Bahn aufgebracht werden, um von der Oberfläche her eindringen und das Material vollständig durchtränken zu können (Oberflächenimprägnierung). Die imprägnierten Produkte zeichnen sich durch Eigenschaften wie z. B. nassfest, wasserabweisend, wasserdampfundurchlässig, flammsicher, bakterizid, fungizid, insektizid, öl- und fett dicht, korrosionsverhütend, gasdicht, transparent usw. aus /OPH82/. Da es sich bei den genannten Mitteln entweder um fossile Stoffe (Paraffin, Bitumen, Steinkohlenteer), um solche auf Basis eines fossilen Energieträgers (Kunstharze, Kunstwachse, Kunststoffdispersionen), um als gesundheitlich bedenklich einzustufende Substanzen (insektizide, fungizide, bakterizide Chemikalien), um bereits erprobte und wenig erfolgversprechende Produkte (Stärke) oder um nicht weiter erläuterte Erzeugnisse (Zellulosederivate, Spezialstärken, Korrosionsschutzmittel) handelt, scheint ein Einsatz dieser Mittel unter Berücksichtigung der eingangs erwähnten Anforderungen an einzusetzende Dispersionen nicht sinnvoll zu sein. Aus diesem Grund musste direkter Kontakt mit Herstellern von Zusatz- und Hilfsstoffen für die Papierindustrie aufgenommen werden, der dazu führte, dass sich ein von der Firma Lyckeby Stärkelsen GmbH unter dem Handelsnamen nanoenergy Pappgard – oleophob vertriebenes Produkt ausfindig machen ließ, welches den o. g. Anforderungen gerecht zu werden scheint. Bei dem Produkt handelt es sich um eine wässrige Dispersion nanoskaliger Polymere, die firmengeheime, unbedenkliche, von der amerikanischen Bundesbehörde zur Überwachung von Nahrungs- und Arzneimitteln (FDA) zugelassene Basisstoffe enthält /NAN06/. Laut Aussage der Firma Lyckeby Stärkelsen GmbH führt das Produkt Staub und Wasser ähnlich dem Lotusblütenefekt ab, lässt aber dennoch eine Luftdurchlässigkeit zu. Die Dispersion kann mit Hilfe einer Sprühflasche, eines Pinsels oder eines Schwamms auf das fertige Faserformprodukt aufgetragen werden und muss anschließend entweder an der Luft oder im Trockenschrank trocknen. Das Produkt ist lebensmittelecht, nicht toxisch und zeichnet sich dadurch aus, dass keine Gefahren bei einem versehentlichen Verzehren oder Verschlucken bestehen.

## 8.5 Einschränkung des Versuchsumfangs

Um den Versuchsumfang möglichst gering zu halten, macht es Sinn, die Dispersion nicht an jedem Rohstoff zu erproben. Es wird daher festgelegt, ausschließlich Holzstofforthesen mit der Dispersion zu behandeln. Die Gründe für diese Entscheidung sollen im Folgenden aufgeführt werden:

1. Holzstoff lässt sich auf verhältnismäßig einfache Weise bzgl. seiner Festigkeit optimieren (siehe Formeln 7.7 bzw. 7.16 im Vergleich zu 7.6 bzw. 7.15 (Zellstoff) und 7.5 bzw. 7.14 (Sekundärfaserstoff)).
2. Holzstoff erreicht im Vergleich zu den anderen untersuchten Rohstoffen mit  $14,945 \text{ N/mm}^2$  (Tabelle 7.16) die zweithöchste Zugfestigkeit (vgl.  $\sigma_{z, \text{Zellstoff}} = 19,145 \text{ N/mm}^2$  (Tabelle 7.9) und  $\sigma_{z, \text{Sekundärfaserstoff}} = 13,778 \text{ N/mm}^2$  (Tabelle 7.1)). Zellstoff kann zwar als höher festerer Rohstoff bezeichnet werden, ist dafür aber mit einem Preis von  $0,575 \text{ €/kg}$  /WOC07/ auch

am teuersten (vgl. Holzstoff: 0,49 €/kg /GES04/, Sekundärfaserstoff: 0,06 – 0,14 €/kg /IND07/).

- Bei der Verwendung von Holzstoff ist nicht wie bei dem deutlich kostengünstigeren Sekundärfaserstoff mit eventuell auftretenden Pilz- und Bakterienbelastungen zu rechnen, die für ein medizinisches Produkt ein großes Problem darstellen würden.

## 8.6 Versuchsablauf

Es ist vorgesehen, sowohl unbehandelte, als auch mit der Dispersion imprägnierte Holzstofforthesen unterschiedlich lange vollständig unter Wasser zu tauchen und anschließend mit der in Bild 5.1 gezeigten Biegevorrichtung die Biegemomente der jeweiligen Orthesen bei einer mit Hilfe der Vorrichtung simulierten streckenden Bewegung der Hand zu messen. Für die Zeit, in der die Prüflinge dem Wasser ausgesetzt sind, werden Werte von 1 s, 10 s, 30 s und 60 s gewählt. Da auch ein Referenzwert des Biegemomentes einer nicht mit Wasser in Kontakt gekommenen Orthese ermittelt werden soll, müssen folglich insgesamt 10 Faserformprodukte mit der in Bild 4.2 dargestellten Faserformversuchsanlage produziert werden, von denen die Hälfte mit der Dispersion zu behandeln ist. Die Holzstofforthesen werden bzgl. ihrer Verdichtung gemäß Formel 7.7 bzw. 7.16 hergestellt, nach denen sich eine maximale Zugfestigkeit einer Streifenprobe bei einem Pressendruck von 465 bar ergibt. Wie in Kapitel 5.5.1 erläutert wurde, entspricht dieser Druck einer Presskraft, die mit der maximalen, an der Pressstation der Faserformversuchsanlage zur Verfügung stehenden Kraft gleichzusetzen ist. Bzgl. der Einstellung der sich in den in Kapitel 6.3 durchgeführten Screening-Versuchen als nicht-signifikant herausgestellten Prozessparameter gelten die in Kapitel 7.2.1 geschilderten Ausführungen.

## 8.7 Versuchsergebnisse

Die erhaltenen Versuchsergebnisse sind in übersichtlicher Form in Tabelle 8.1 dargestellt.

*Tabelle 8.1: Ertragbare Biegemomente unbehandelter und imprägnierter Holzstofforthesen*

Ertragbares Biegemoment $M_b$ [Nm]	Unbehandelte Holzstofforthese	Imprägnierte Holzstofforthese
<b>Ohne Flüssigkeitskontakt</b>	28,32	30,91
<b>1 s im Wasser</b>	7,76	26,78
<b>10 s im Wasser</b>	3,19	24,59
<b>30 s im Wasser</b>	1,55	14,58
<b>60 s im Wasser</b>	1,59	7,54

Wie Tabelle 8.1 zeigt, nimmt das ertragbare Biegemoment einer ungeschützten Orthese bereits nach einer Kontaktzeit von nur 1 s mit Wasser um fast das Vierfache des Ausgangswertes ab. Wird eine auf dem Unterarm applizierte Orthese aus Versehen für nur einen kurzen Augenblick einem laufenden Wasserhahn ausgesetzt und führt der Patient anschließend eine Streckbewegung der Hand durch, so könnte diese zu einer Zerstörung der Orthese und damit zu einem Verlust der Stützfunktion führen. Deutlich hydrophober zeigt sich eine mit der ausgewählten Dispersion behandelte Orthese. Um das ertragbare Biegemoment auf einen vergleichbaren Wert zu reduzieren, der sich für eine

1 s lang mit Wasser in Kontakt gebrachte unbehandelte Orthese ergibt, müsste ein Patient seinen Unterarm bereits für 60 s unter fließendes Wasser halten.

Um das in Tabelle 8.1 angegebene Biegemoment einer unbehandelten Orthese, die nicht mit Feuchtigkeit in Verbindung gebracht wird, besser einschätzen zu können, soll das Ergebnis der Auswertung einer in /WIL02/ beschriebenen Versuchsreihe herangezogen werden, bei der mit Hilfe einer Versuchseinrichtung Drehmomentmessungen im Handgelenk durchgeführt wurden. Bei den Versuchspersonen handelte es sich um 20 Frauen und 20 Männer im Alter von 19 bis 60 Jahren. Mit Hilfe der Versuchsanordnung ließen sich Maximalwerte von 24 Nm registrieren, die ein gesunder Mann bei der Streckung seines Handgelenks erzielen konnte. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die Orthese von Personen mit Handgelenksverletzungen getragen wird, die in Folge dessen nur einen Bruchteil ihrer maximalen Körperkräfte aufbringen können, ist von einer mehr als ausreichenden Dimensionierung des Faserformproduktes auszugehen, wenn die Orthese den in /WIL02/ ermittelten maximalen Biegemomenten standhält.

Zur Beurteilung der Wettbewerbsfähigkeit des Faserformproduktes wurden unter Zuhilfenahme der in Bild 5.1 dargestellten Biegevorrichtung die von Konkurrenzprodukten unter trockenen Bedingungen ertragbaren Biegemomente bei einer Streckbewegung der Hand ermittelt. Bei den Konkurrenzprodukten handelte es sich um Unterarmschienen aus Kunststoff und Gips eines namhaften Herstellers von Verbandmitteln und Medicalprodukten. Die Kunststoffschiene ist ein aus PU und Glasfasern bestehendes formbares, stabilisierendes Element, welches nach einer Aushärtezeit von 10 min einsatzbereit ist. Die Gipsschiene stellt ein aus 6 Lagen Gipsbinden bestehendes Produkt dar, welches von einem niedergelassenen Chirurgen eigens für die durchzuführenden Versuche angefertigt wurde. Laut Aussage des Chirurgen reagiert Gips in den ersten 10 min nach der Applikation relativ empfindlich auf Belastungen. Erst nach einer Wartezeit von ca. 60 min dürfen Patienten, denen der Gips angelegt wurde, die Arztpraxis verlassen. Während dieser Zeit sollten sie Körpersegmente, mit denen die Schiene in Verbindung steht, nach Möglichkeit nicht bewegen. Mit einer vollständigen Aushärtung des Gipses ist nach ca. 24 h zu rechnen. Es macht also Sinn, die Belastbarkeit der Gips- und auch der Kunststoffschiene nach 10 min und die der Gipsschiene zusätzlich nach 60 min und nach 24 h zu bestimmen. Derartige Untersuchungen sind im Falle der Holzstofforthese nicht erforderlich, da sie als fertiges Produkt in Arztpraxen eingelagert werden könnte und aufgrund eines nicht vorhandenen Aushärteprozesses sofort belastbar wäre. Um eine Aussage bzgl. der Belastbarkeit unter Berücksichtigung des Gewichts tätigen zu können, wurden die drei unterschiedlichen Produkte vor Durchführung der Belastungstests gewogen. Die erhaltenen Versuchsergebnisse lassen sich Tabelle 8.2 entnehmen, in der zum besseren Vergleich dem ertragbaren Biegemoment der Holzstofforthese ein Indexwert von 100 zugeordnet wird.

**Tabelle 8.2:** Belastbarkeit einer Holzstofforthese verglichen mit Konkurrenzprodukten

Produkt	Ertragbares Biegemoment als Indexwert [ ]	Gewicht [g]
<b>Holzstofforthese (unbehandelt)</b>	100	58,19
<b>Kunststoffschiene (vollständige Aushärtung)</b>	128,993	136,67
<b>Gipsschiene (unmittelbar nach Applikation)</b>	54,239	nicht ermittelt
<b>Gipsschiene (60 min Aushärtezeit)</b>	71,889	nicht ermittelt
<b>Gipsschiene (vollständige Aushärtung)</b>	124,780	167,07

Bei einer Betrachtung der in Tabelle 8.2 dargestellten Ergebnisse fällt zunächst das sehr geringe Gewicht der Holzstofforthese im Vergleich zu ihren Konkurrenzprodukten auf. Im Hinblick auf die ertragbaren Biegemomente muss festgehalten werden, dass die Holzstofforthese gegenüber dem sehr häufig eingesetzten Gips deutliche Vorteile in der ersten Stunde nach der Applikation aufweist.

## 9 Zusammenfassung

Faserformprodukte bestehen aus Faserstoffen aus natürlichen Fasern, welche in der Papierindustrie zur Herstellung von Papier und Karton genutzt werden. Aus den Faserstoffen können mit Hilfe des sog. Faserformverfahrens dreidimensional geformte Produkte hergestellt werden, die zurzeit als Transportsicherungen oder Transportverpackungen in der Verpackungsindustrie zum Einsatz kommen. Zur Entstehung eines Faserformproduktes sind zunächst die Faserstoffe, wie Holzstoff, Zellstoff und Sekundärfaserstoff (Altpapier) unter Zugabe von Wasser in eine Fasersuspension zu überführen. In einem nächsten Schritt erfolgt die sog. Formgebung der Suspension. Dazu wird beim Überdruckverfahren die Suspension in einen geschlossenen Druckbehälter geleitet, in dem sich das Anformwerkzeug befindet. Dieses besteht aus einem Siebkörper, der die Form und die Struktur des späteren Produktes aufweist, und der für Wasser durchlässig, für Fasern jedoch undurchlässig ist. Mit Hilfe von Druckluft wird die Suspension über dem Siebkörper entwässert, so dass sich die Fasern an der Sieboberfläche anlagern und einen dreidimensionalen Körper bilden. Beim Unterdruckverfahren wird der Siebkörper in einen die Fasersuspension enthaltenen Behälter getaucht. Durch Wirkung eines Unterdrucks an der Innenseite des Siebkörpers werden das Wasser durch das Sieb aus der Suspension heraus- und die Fasern an den Siebkörper herangesogen. Im Anschluss an den Anformvorgang erfolgt eine Trocknung der hergestellten Faserformprodukte. Optional kann zuvor eine Verdichtung stattfinden.

Faserformprodukte zeichnen sich durch ihre Umweltfreundlichkeit und ihre einfache Entsorgung aus. Sie lassen sich entweder über das in Deutschland vorhandene Recyclingsystem dem Rohstoffkreislauf zurückführen, kompostieren oder verbrennen. Da Faserformprodukte nur eine geringe Festigkeit und einen hydrophilen Charakter besitzen, eignen sie sich nicht für anspruchsvolle Anwendungen, die momentan z. B. Kunststoffen vorbehalten sind. Aus diesem Grund hat sich die vorliegende Arbeit eine Optimierung des Faserformverfahrens zum Ziel gesetzt, zu dessen Erlangung ein Einsatz von Zusatzstoffen und eine Veränderung relevanter Prozessparameter vorgesehen sind. Im Anschluss an die durchgeführte Optimierung sollte dann am Ende dieser Arbeit eine Antwort auf die Frage gegeben werden, inwieweit sich beispielsweise Kunststoffe durch nachwachsende Rohstoffe ersetzen lassen. Zur Realisierung des Vorhabens wurde eine CNC-gesteuerte Faserformversuchsanlage entwickelt, die nach dem Überdruckverfahren arbeitet, eine Verdichtung der hergestellten Faserformprodukte ermöglicht und eine Variation sämtlicher Prozessparameter erlaubt. Mit Hilfe der Versuchsanlage lässt sich eine Unterarmorthese produzieren, die als Demonstrator für die vorliegende Arbeit ausgewählt wurde. Eine Unterarmorthese kann auf dem menschlichen Unterarm appliziert werden, um diesen zu stützen bzw. ruhig zu stellen. Da sie bestimmte mechanische und hygroskopische Eigenschaften aufweisen muss, ist sie als technisches Funktionsbauteil zu bezeichnen. Vorteile einer nach dem Faserformverfahren hergestellten Orthese sind ein hoher Tragekomfort aufgrund eines geringen Gewichts und eine wenig zeit- und kostenintensive Anpassung an den menschlichen Körper.

Eine im Hinblick auf die definierte Zielsetzung durchgeführte, umfangreiche Recherche ergab, dass insgesamt wenig Literatur zum Thema Faserform, insbesondere jedoch keine zur Hydrophobierung und zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Faserformprodukten durch den Einsatz von Zusatzstoffen existiert. Aufgrund der vorhandenen Ähnlichkeit des Faserformverfahrens mit

dem der Papierfabrikation erfolgte zunächst eine Untersuchung der in der Papierindustrie eingesetzten Zusatzstoffe, wie Füllstoffe bzw. Pigmente, Farben und optische Aufheller, Leimungsmittel, Trockenfestmittel (meistens Stärke), Nassfestmittel, Entwässerungsbeschleuniger und Retentionsmittel sowie Desinfektionsmittel. Dabei wurde in besonderem Maße auf die Wirkungsweisen der Zusatzstoffe unter dem Aspekt des Stoffverbundes, also des Zusammenschlusses einzelner Fasern, der auf Wasserstoffbrückenbindungen basiert, eingegangen. Um den Charakter eines umweltfreundlichen Faserformproduktes aufrecht erhalten zu können, war es zudem erforderlich, festzustellen, welche Zusatzstoffe in welchen Konzentrationen zulässig sind. Eine durchgeführte Untersuchung brachte das Ergebnis, dass Produkte, die der Richtlinie XXXVI Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt des Bundesinstituts für Risikobewertung (BfR) entsprechen, als unbedenklich anzusehen sind.

Aus der Analyse der Wirkungsweisen der Zusatzstoffe ging hervor, dass Leimungsmittel, Stärken, Nassfestmittel, Trockenfestmittel und Retentionsmittel die Festigkeit eines Faserformproduktes positiv beeinflussen können. Zur Bestimmung derjenigen Zusatzstoffe, die einen signifikanten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften eines Faserformproduktes nehmen, kam die Methodik der statistischen Versuchsplanung zum Einsatz. In dem aufgestellten Screening-Versuchsplan sind acht Zusatzstoffe auf jeweils zwei Niveaus bzgl. ihrer Zugabemengen in einem Versuchsumfang von insgesamt 16 Versuchen variiert worden. Als Versuchsergebnis wurde die Zugfestigkeit einer genormten Streifenprobe definiert, da diese zum einen einfacher herzustellen ist als der gewählte Demonstrator und da Versuche gezeigt haben, dass ein Zusammenhang zwischen der Zug-, Druck- und Biegefestigkeit eines Faserformproduktes besteht.

Zur Herstellung der Streifenproben gemäß des aufgestellten Versuchsplans konnten die Press- und die Trocknungsstation der Faserformversuchsanlage, deren Werkzeuge die Kontur der Orthese aufweisen, nicht verwendet werden. Stattdessen kamen eine manuell zu betätigende Hydraulikpresse mit ebenen Presswerkzeugen und ein externer Trocknungs-ofen, in dem die hergestellten Streifenproben in flachen Trocknungsvorrichtungen getrocknet wurden, zum Einsatz. Anschließend erfolgte eine Einlagerung der Streifenproben in einem Klimaprüfschrank, um ein Ausreifen der eingesetzten Zusatzstoffe zu ermöglichen und um klimatische Bedingungen zu realisieren, denen der Demonstrator im Extremfall widerstehen sollte (Körperwärme, Schweiß).

Mit Hilfe einer Zugprüfmaschine ließen sich nach einer Bestimmung der Querschnittsflächen der Proben deren Zugfestigkeiten errechnen. Zusätzlich wurden anhand der aufgenommenen Kraft-Weg-Diagramme die Zug-E-Moduln bestimmt. Die Auswertung der mit Sekundärfaserstoff, Zellstoff und Holzstoff durchgeführten Versuche, bei denen auch Wechselwirkungseffekte zwischen den einzelnen Zusatzstoffen Berücksichtigung fanden, erfolgte mit der Statistiksoftware JMP, wobei zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Versuchsparametern (Einflussgrößen) und Messwerten (Ergebnisgrößen) die Methode der kleinsten Quadrate zum Einsatz kam. Als Ergebnis war zu verzeichnen, dass ein Anstieg der Zugfestigkeit durch die Zugabe von Leimungsmittel zu Sekundärfaserstoff als statistisch signifikant zu bezeichnen ist. Dagegen konnte bei der Verwendung von Zellstoff bzw. Holzstoff kein Zusatzstoff ausfindig gemacht werden, der zu einer signifikanten Festigkeitserhöhung beiträgt.

Nachdem ein Überblick über sinnvoll einzusetzende Zusatzstoffe erarbeitet worden ist, wurden in einem nächsten Schritt für jeden Rohstoff ebenfalls unter Zuhilfenahme von Screening-Versuchsplänen diejenigen Prozessparameter detektiert, die einen signifikanten Einfluss auf die Zugfestigkeit einer Streifenprobe nehmen. Es stellte sich heraus, dass die Presskraft, mit der die Verdichtung eines Faserformproduktes erfolgt, unabhängig vom verwendeten Rohstoff eine hoch-

signifikante Einflussgröße darstellt. Beim Einsatz von Zellstoff erwies sich die Konzentration der Fasersuspension zusätzlich als signifikanter Prozessparameter.

In einem weiteren Schritt in Richtung Optimierung des Faserformverfahrens wurden für jeden Rohstoff mit Hilfe von Regressionsanalysen Modellgleichungen zur empirischen Beschreibung der Abhängigkeit der Zugfestigkeit einer Streifenprobe von den in den Screening-Versuchsreihen ermittelten signifikanten bzw. hochsignifikanten Einflussgrößen erstellt. Dabei kamen für Sekundärfaserstoff und Zellstoff orthogonale, zentral zusammengesetzte Versuchspläne, in denen die jeweils zwei signifikanten bzw. hochsignifikanten Einflussgrößen auf jeweils fünf Stufen in einem Versuchsumfang von je 16 Versuchen variiert worden sind, zum Einsatz. Für Holzstoff fand ein orthogonaler, vollfaktorieller Versuchsplan Verwendung, in dem eine Variation der hochsignifikanten Einflussgröße auf fünf Stufen in einem Versuchsumfang von fünf Versuchen erfolgte. Im Rahmen der durchgeführten Regressionsanalysen wurde auf sog. Wünschbarkeitsfunktionen zurückgegriffen, um diejenige Einstellung der Einflussfaktoren ermitteln zu können, die zu einer Maximierung des Versuchsergebnisses führt.

Im Anschluss an die Erstellung eines Modells für jeden der untersuchten Rohstoffe sollte unter Zuhilfenahme der sog. Box-Cox-Transformation eine Verbesserung des jeweiligen Regressionsmodells herbeigeführt werden, die in gewissem Maße auch erreicht wurde.

Durch die Durchführung jeweils zweier Versuche pro Rohstoff, die sich durch Werte der Einflussgrößen auszeichneten, die in den jeweiligen Versuchsplänen nicht realisiert worden sind, konnten die generierten Regressionsmodelle schließlich verifiziert werden.

Da sich gezeigt hat, dass die ausgewählten Zusatzstoffe als ungeeignet anzusehen sind, um die hygroskopischen Eigenschaften von Faserformprodukten nennenswert verbessern zu können, wurde losgelöst von den bereits durchgeführten Untersuchungen in einem weiteren Versuch der Einfluss von Dispersionen auf die Feuchteempfindlichkeit von Faserformprodukten beobachtet. Ziel sollte die Wasserfestmachung eines Faserformproduktes für eine zeitlich beschränkte Dauer sein, während der nach Möglichkeit kein Abfall der Festigkeit eintritt. Aufgrund technischer Probleme bei der Ermittlung der Zugfestigkeit einer in Wasser getauchten Streifenprobe mit der dazu benutzten Zugprüfmaschine fand als Versuchsobjekt der in dieser Arbeit definierte Demonstrator Verwendung, an dem in extrem feuchtem Zustand aufgrund der Beschaffenheit der zu diesem Zweck verwendeten Biegevorrichtung leichter Belastungstests durchgeführt werden können. Bei der Suche nach Mitteln zur Reduzierung der Feuchteempfindlichkeit wurde darauf geachtet, dass diese umweltfreundlich sind, die BfR-Richtlinie XXXVI erfüllen, wasserabweisend, aber dennoch luftdurchlässig sind und sich durch Sprühen oder Streichen auf die fertigen Faserformprodukte aufbringen lassen. Da die Literatur zur Auswahl eines geeigneten Mittels nicht weiterhalf, musste Kontakt zu Herstellern von Zusatz- und Hilfsstoffen für die Papierindustrie gesucht werden, mit dem Erfolg, dass sich eine wässrige Dispersion nanoskaliger Polymere ausfindig machen ließ. Aufgrund der Tatsache, dass Holzstoff am einfachsten bzgl. seiner Festigkeit zu optimieren ist, gute Festigkeitseigenschaften zu einem akzeptablen Preis aufweist und im Vergleich zu Sekundärfaserstoff keine eventuell auftretenden Pilz- und Bakterienbelastungen zu befürchten sind, fand eine Erprobung der ausgewählten Dispersion ausschließlich an Holzstofforthesen statt. Zu diesem Zweck wurden sowohl unbehandelte, als auch mit der Dispersion imprägnierte Orthesen, bei deren Herstellung die aus den vorangegangenen Versuchen gewonnenen Erkenntnisse einfließen, unterschiedlich lange vollständig unter Wasser getaucht und anschließend die ertragbaren Biegemomente bei einer Biegebeanspruchung gemessen. Als Ergebnis konnte festgehalten werden, dass die aufgetragene Dispersion zwar nicht zu einer vollständigen Wasserresistenz, aber dennoch zu einem erheblich feuchtigkeitsabweisenderen Charakter des Produktes führt.

In einem abschließenden Versuch sollte schließlich herausgefunden werden, ob die als Demonstrator ausgewählte Orthese nach eingehender Optimierung als ausreichend dimensioniert und als vergleichbar mit am Markt bestehenden Konkurrenzprodukten zu bezeichnen ist. Es stellte sich heraus, dass eine bzgl. ihrer Herstellung entsprechend verbesserte Holzstofforthese selbst den maximalen Körperkräften eines gesunden Mannes deutlich widersteht und bei einem erheblich geringeren Eigengewicht fast die Festigkeit einer Schiene aus Kunststoff bzw. Gips erreicht.

Wie bereits in der Einleitung erwähnt, soll am Ende dieser Arbeit als Fazit eine Antwort auf die Frage, inwieweit sich nach einer vorgenommenen Optimierung beispielsweise Kunststoffe durch nachwachsende Rohstoffe ersetzen lassen, gegeben werden. Dazu ist es zunächst erforderlich, sich einen Überblick über die erreichbaren Zugfestigkeiten wichtiger im Bereich der Konstruktion eingesetzter Kunststoffe zu verschaffen. Das Resultat ist übersichtlich in Tabelle 9.1 dargestellt.

**Tabelle 9.1:** Zugfestigkeiten von Kunststoffen /PAL02/

Unverstärkte, thermoplastische Kunststoffe (Konstruktionswerkstoffe)	Zugfestigkeit [N/mm <sup>2</sup> ]
Niederdruckpolyethylen (LDPE)	18...35
Hochdruckpolyethylen (HDPE)	8...23
Polypropylen (PP)	21...37
Polyvinylchlorid (PVC) weich	10...25
Acrylnitril/Butadien/Styrol-Copolymer (ABS)	32...60
Polytetrafluorethylen (PTFE)	25...36

Bei einem Vergleich der oben angegebenen Zugfestigkeiten mit denen, die in den Kapiteln 7.2.2, 7.3.2 und 7.4.2 unter Zuhilfenahme von Wünschbarkeitsfunktionen ermittelt wurden ( $\sigma_z$ , Sekundärfaserstoff = 13,472 N/mm<sup>2</sup>,  $\sigma_z$ , Zellstoff = 21,853 N/mm<sup>2</sup>,  $\sigma_z$ , Holzstoff = 15,233 N/mm<sup>2</sup>), muss festgestellt werden, dass die in dieser Arbeit untersuchten nachwachsenden Rohstoffe nach eingehender Optimierung eine Alternative zu unverstärkten, thermoplastischen Kunststoffen darstellen, wenn bei deren Einsatz nicht mit direktem Wasserkontakt zu rechnen ist. In Kapitel 8.7 wurde gezeigt, dass die Feuchteempfindlichkeit eines Faserformproduktes durch die Verwendung einer Dispersion in ganz erheblichem Maße verbessert werden konnte. Eine vollständige Hydrophobierung ließ sich allerdings nicht erzielen, so dass in diesem Bereich weiterer Forschungsbedarf besteht, um in Zukunft nachwachsende Rohstoffe ohne Einschränkung als Alternative zu Kunststoffen anbieten zu können.

## 10 Ausblick

Da in dieser Arbeit die naheliegendsten Möglichkeiten zur Verbesserung des Faserformverfahrens und damit der mit diesem Prozess herstellbaren Produkte ausgeschöpft wurden, offensichtlich aber dennoch weiterer Optimierungsbedarf besteht, soll als Vision in einem abschließenden Kapitel über eine Abwandlung bzw. Weiterentwicklung der Rohstoffe des Faserformverfahrens nachgedacht werden, die als Grundlage für zukünftige Forschungstätigkeit zu verstehen ist. Um das Faserformverfahren auch zur Herstellung anderer Medizinprodukte einsetzen zu können, die größere Anforderungen an den Werkstoff stellen, wie z. B. Schienen zur Ruhigstellung des Knie-, des Fuß- oder des Ellbogengelenks, könnte eine weitere Steigerung der Festigkeit und der Steifigkeit sinnvoll sein. Da zudem ein Trend in der Automobilindustrie zu beobachten ist, mehr und mehr Verkleidungsteile

aus Kunststoffen u. a. im Innenraum durch solche auf Basis nachwachsender Rohstoffe zu ersetzen, könnte, eine ausreichend große Warmfestigkeit und ein nochmals deutlich gesteigertes hydrophobes Werkstoffverhalten vorausgesetzt, neben der Medizintechnik ein neuer, aufgrund großer Stückzahlen vielversprechender Markt erschlossen werden.

Zur Erreichung dieser Ziele wäre eine Untersuchung der Eignung alternativer nachwachsender Rohstoffe mit größerer Faserlänge für das Faserformverfahren erforderlich. Zusätzlich müsste erforscht werden, ob und ggf. wie sich Verstärkungsfasern oder Funktionsfüllstoffe, wie z. B. anorganische Substanzen, mineralische Stoffe oder Festkörper auf Kunststoff- oder Metallbasis in den bestehenden Faserverbund integrieren lassen. Zur weiteren Steigerung der Hydrophobizität der Faserstoffe sollte versucht werden, eine Oberflächenfunktionalisierung im Sinne einer Beschichtung vorzunehmen. Im Hinblick auf einen möglichen Einsatz im Automobilbereich wird das Thema Entflammbarkeit eine große Rolle spielen. Zur Erzielung einer Feuerfestigkeit wäre es sinnvoll, das Einbinden von Pigmentstoffen in die Matrix der Fasern zu erproben. Um aus vermarktungstechnischen Gründen, insbesondere bei einem Einzug des Werkstoffes in den Automobilbau, eine qualitativ hochwertige Oberflächenstruktur anbieten zu können, müsste abschließend auf den in Kapitel 2.3.2.1 angedachten Einsatz von Füllstoffen in Kombination mit verbesserten Siebkörpern und Presswerkzeugen zurückgegriffen werden.

Unter der Annahme, dass sich die im Rahmen der Screening-Versuche maximal ermittelte Zugfestigkeit von rund  $34 \text{ N/mm}^2$  einer mit chemischen Additiven versehenen Streifenprobe aus Zellstoff bei Verwendung eines alternativen nachwachsenden Rohstoffes mit größerer Faserlänge in Kombination mit Verstärkungsfasern verdoppeln ließe, wäre ein derartig modifiziertes Faserformprodukt mit Produkten aus verstärkten Kunststoffen, wie z. B. Polysulfon mit einem 30 – 40 %igen Anteil an Mineralfüllstoff oder Polycarbonat mit einem 6 %igen Anteil an Edelstahlfasern vergleichbar, die u. a. in der Automobilindustrie zur Herstellung von Motorraumkomponenten, Instrumentengehäusen, allgemeinen Verkleidungsteilen, aber auch in der Medizintechnik für medizinische, zum Teil auch sterilisierbare Komponenten verwendet werden. Bei einem Vergleich des Rohstoffpreises für Zellstoff (0,575 €/kg /WOC07/) mit demjenigen für Polysulfon (5,613 – 6,762 €/kg /CES09/) bzw. Polycarbonat (3,725 – 4,644 €/kg /CES09/) wird deutlich, dass bzgl. der Kosten eine beachtliche Reserve besteht, um auch andere nachwachsende Rohstoffe, Verstärkungselemente und allgemeine Füllstoffe einsetzen sowie von einer Beschichtung Gebrauch machen zu können.

Weitere Forschung im Bereich der Faserformtechnologie wäre also nicht nur wirtschaftlich sinnvoll, sondern auch aus dem Grund, dass in Zeiten des Bestrebens, den  $\text{CO}_2$ -Ausstoß zu mindern, feste und hydrophobe Produkte auf Basis nachwachsender Rohstoffe als Alternative zu solchen Produkten, deren Grundlage fossile Energieträger darstellen, angeboten werden könnten. Schließlich gibt es Informationen der auf dem Gebiet der nachwachsenden Rohstoffe tätigen Industrien zufolge Hinweise, dass in den Maschinenbau eine „grüne Linie“ Einzug erhalten soll, durch die der Substitutionsgedanke noch einmal eine neue Bedeutung erhalten wird. Die vorliegende Arbeit bietet hierfür eine wertvolle Grundlage.

## 11 Literaturverzeichnis

- /ALT05/ N. N.: Altpapier Sortenliste, Verband Deutscher Papierfabriken e. V., Bonn, 2005
- /ANI04a/ N. N.: Product Specification Aniofax AP 35, Version 01, Avebe B. A. Paper, Foxhol, Niederlande, 2004

- /ANI04b/ N. N.: Safety Data Sheet Aniofax AP 35 in accordance with International Standard ISO 11014-1, Version 01, Avebe B. A. Paper, Foxhol, Niederlande, 2004
- /ASH90/ Ashish Sen, M. S.: Regression Analysis, Springer Verlag, 1990
- /BAA05/ Baar, A.: Modellierung der Bauteileigenschaften von räumlichen Produkten aus Papierfaserstoffen als Grundlage für deren konstruktive Gestaltung, Dissertationsschrift, Maschinenelemente-Verlag, Universität Dortmund, 2005
- /BAS03/ N. N.: BASF Sicherheitsdatenblatt Basoplast 2030 LC gemäß 91/155/EWG, Version 4.0, BASF Aktiengesellschaft, Regionale Geschäftseinheit Papierindustrie Europa, Ludwigshafen, 2003
- /BAS05/ N. N.: Produktbeschreibung Basoplast 2030 LC, BASF Aktiengesellschaft, RBU Paper Industry Europe, Ludwigshafen, 2005
- /BAY05a/ N. N.: Produktbeschreibung Baysize I 18 E, Lanxess Deutschland GmbH, BU PAP, Leverkusen, 2005
- /BAY05b/ N. N.: Sicherheitsdatenblatt 167839/00 Baysize I 18 E, Lanxess Deutschland GmbH, TS-HSEQ DM & I, Leverkusen, 2005
- /BER05/ Bergqvist, P.: Sicherheitsdatenblatt Perlbond 990 S, Lyckeby Industrial AB, Kristianstad, Schweden
- /BOS99/ Bos, J. H.: Das Papier Buch, 1. Auflage, ECA Pulp & Paper b. v., Houten, Niederlande, 1999
- /BOX78/ Box, G. E. P.; Hunter, W. G.; Hunter, J. S.: Statistics for Experimenters, John Wiley, New York, 1978
- /BRE09/ Bredner, B.: Beispiele für variable bzw. stetige Verteilungen, Statistische Beratung und Lösungen, Holzwickede, 2009, <http://www.bb-sbl.de/tutorial/verteilungen/beispielestetigeverteilungen.html>, Zugriff: 24.11.2009
- /BUN05a/ N. N.: Gesetz zur Neuordnung des Lebensmittel- und des Futtermittelrechts, Bundesgesetzblatt<sup>2617</sup>, Teil I, G 5702, Nr. 55, Bonn, 2005, <http://www.landtag.nrw.de/portal/WWW/dokumentenarchiv/Dokument/XBCBGI0555.pdf>, Zugriff: 14.11.2009
- /BUN05b/ N. N.: BfR-Empfehlung XXXVI. Papiere, Kartons und Pappen für den Lebensmittelkontakt, Bundesinstitut für Risikobewertung (BfR), Berlin, 2005
- /CBO05/ N. N.: Material Safety Data Sheet C-Bond HR 05949, Cargill Benelux BV, Sas van Gent, Niederlande
- /CBO06/ N. N.: Product Information C-Bond HR 05949, Cargill Benelux BV, Sas van Gent, Niederlande
- /CES09/ N. N.: CES EduPack 2009, werkstoff- und verfahrensbezogene Software, Granta Design Limited, Cambridge, UK, 2009
- /COO92/ Cook, R. D.; Weisberg, S.: Residuals and Influence in Regression, Chapman & Hall, London, 1992
- /DAM06/ Dammeier, C.; Trieb, C.; Voß, D.: Ausarbeitung zum Papierchemischen Praktikum, Ernst-Berl-Institut für Technische und Makromolekulare Chemie, Fachgebiet Nachwachsende Rohstoffe, Technische Universität Darmstadt, 2006

- /EMP05/ N. N.: EEC-Safety datasheet Empre KPE gemäß 1999/45/EU, Emsland-Stärke GmbH, Emlichheim, 2005
- /EMP99/ N. N.: Produktbeschreibung Empre KPE, Emsland-Stärke GmbH, Emlichheim, 1999
- /FRI04/ Fritsch, P.: PM4 Prüfstoffe, Norske Skog Walsum GmbH, Duisburg, 2004
- /GEO09/ N. N.: Geometrisches Mittel, wissenmedia GmbH, München, 2009, <http://www.wissen.de/wde/generator/wissen/ressorts/natur/naturwissenschaften/indexoffline.page=1108238.html>, Zugriff: 03.12.2009
- /GES04/ N. N.: Geschäftsbericht 2004, Andritz AG, Graz, <http://reports.andritz.com/2004/report-2004-de-geschaeftsbericht-final.pdf>, Zugriff: 25.05.2007
- /GOE90/ Götsching, L.: Papier in unserer Welt, 1. Auflage, Econ Verlag, Düsseldorf, 1990
- /GRA87/ Graf, U.; Henning, H.-J.; Stange, K.; Wilrich, P.-T.: Formeln und Tabellen der angewandten mathematischen Statistik, 3. Auflage, Springer Verlag, Berlin, 1987
- /GRU05/ Gruber, E.: Chemische Technologie des Zellstoffs und Papiers, Vorlesungsskriptum, Ernst-Berl-Institut für Technische und Makromolekulare Chemie, Fachgebiet Nachwachsende Rohstoffe, Technische Universität Darmstadt, 2005
- /GRU08/ Gruber, E.: Papier- und Polymerchemie, Vorlesungsskriptum zum Lehrgang „Papier-technik“ an der Berufsakademie Karlsruhe, 2008
- /GUL99/ Gullichsen, J.; Fogelholm, C.-J.: Papermaking Science and Technology – Chemical Pulping, Volume 6, Helsinki, Fapet Oy, 1999
- /HAM97/ Hamm, U.: Naßverfestiger am Beispiel Hygienepapiere, Fachzeitschrift ipw / Das Papier, dpw-Verlagsgesellschaft mbH, Heusenstamm, 1997
- /HMP03/ N. N.: BASF Sicherheitsdatenblatt HM Polymin gemäß 91/155/EWG, Version 2.1, BASF Aktiengesellschaft, Regionale Geschäftseinheit Papierindustrie Europa, Ludwigshafen, 2003
- /HMP05/ N. N.: Produktbeschreibung HM Polymin, BASF Aktiengesellschaft, RBU Paper Industry Europe, Ludwigshafen, 2005
- /HOO05/ Hoog, T.: 1. Zwischenbericht zum Forschungsprojekt Entwicklung von Unterarm-orthesen aus nachwachsenden Rohstoffen, Förderkennzeichen 22018501, gefördert durch die Fachagentur Nachwachsende Rohstoffe e. V. und das Bundesministerium für Ernährung, Landwirtschaft und Verbraucherschutz, Universität Dortmund, 2005
- /HOP08/ Hopp, C.: Strategische Erwägungen bei der Partner Selektion in Venture Capital Syndikaten, Research Paper Series No. 24 february 2008, Thurgau Institute of Economics, University of Konstanz, 2008
- /IND07/ N. N.: Industriemagazin, Industriemagazin Verlag GmbH, Wien, 2007, <http://www.industriemagazin.at>, Zugriff: 25.05.2007
- /JMP02a/ N. N.: JMP<sup>®</sup> Design of Experiments, Version 5, First Printing, SAS Institute Inc., Cary, NC, USA, 2002
- /JMP02b/ N. N.: JMP<sup>®</sup> Statistics and Graphics Guide, Version 5, First Printing, SAS Institute Inc., Cary, NC, USA, 2002

- /KAI06/ Kaiser, W.: Kunststoffchemie für Ingenieure, 1. Auflage, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 2006
- /KLE03a/ Kleemann, S.: Chemische Additive – Funktionell unentbehrlich und ökologisch nützlich, Teil 2, Fachzeitschrift ipw / Das Papier, dpw-Verlagsgesellschaft mbH, Heusenstamm, 2003
- /KLE03b/ Kleppmann, W.: Taschenbuch Versuchsplanung, Produkte und Prozesse optimieren, 3., überarbeitete Auflage, Carl Hanser Verlag, München, Wien, 2003
- /LAN07/ Langenohl, A.: Entwicklung eines Schädigungsmodells des Delaminationsprozesses von Polyurethanbandagen bei Schwerlastträgern, Dissertationsschrift, Maschinenelemente-Verlag, Universität Dortmund, 2007
- /LUR04/ N. N.: Produktbeschreibung Luredur VI, BASF Aktiengesellschaft, RBU Paper Industry Europe, Ludwigshafen, 2004
- /LUR05a/ N. N.: Produktbeschreibung Luresin PR 2201, BASF Aktiengesellschaft, RBU Paper Industry Europe, Ludwigshafen, 2005
- /LUR05b/ N. N.: BASF Sicherheitsdatenblatt Luresin PR 2201 gemäß 91/155/EWG, Version 2.2, BASF Aktiengesellschaft, Regionale Geschäftseinheit Papierindustrie Europa, Ludwigshafen, 2005
- /LUR05c/ N. N.: BASF Sicherheitsdatenblatt Luresin KS gemäß 91/155/EWG, Version 1.0, BASF Aktiengesellschaft, Regionale Geschäftseinheit Papierindustrie Europa, Ludwigshafen, 2005
- /LUR05d/ N. N.: BASF Sicherheitsdatenblatt Luredur VI gemäß 91/155/EWG, Version 3.0, BASF Aktiengesellschaft, Regionale Geschäftseinheit Papierindustrie Europa, Ludwigshafen, 2005
- /LUR06/ N. N.: Produktbeschreibung Luresin KS, BASF Aktiengesellschaft, RBU Paper Industry Europe, Ludwigshafen, 2006
- /MÜL00/ Müller, R.-J.: Biologie in unserer Zeit, 1. Auflage, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 2000
- /MUL09/ N. N.: Multikollinearität, <http://www.uibk.ac.at/econometrics/einf/07p.pdf>, Zugriff: 22.09.2009
- /NAN06/ N. N.: Sicherheitsdatenblatt nanoenergy-Pappgard-oleophob, nanoenergy GmbH, Salzburg, 2006
- /NORa/ N. N.: Willkommen bei Norske Skog Walsum, eine Information der Norske Skog Walsum GmbH, Duisburg
- /NORb/ N. N.: Faserlängenverteilungskurven verschiedener Faserstoffe, eine Information der Norske Skog Walsum GmbH, Duisburg
- /OPH82/ Opherden, A.; Blechschmidt, J.; Englert, L.; Henschel, M.; Kanzler, J.; Kunze, J.; Raab, D.; Rieche, K.; Schwenzon, H.: Zellstoff Papier, 5. Auflage, VEB Fachbuchverlag Leipzig, Leipzig, 1982
- /ORT/ Orth, A.; Wenzel, D.: Leitfaden Modellgestützte Versuchsplanung und Optimierung, Hessisches Zentrum für Qualitätssicherung und Qualitätsmanagement HZQ, Fachhochschule Frankfurt am Main

- /PAL02/ Paland, E.-G.: Technisches Taschenbuch, 7. veränderter Nachdruck, Schaeffler KG, Würzburg, 2002
- /PAP/ N. N.: Papierratgeber der Sandoz AG, Einführung in die Papierfabrikation und – veredlung, 2. Auflage, Basel, Schweiz
- /PAP05a/ N. N.: Das Papier-ABC, Verband Deutscher Papierfabriken e. V., Bonn, 2005
- /PAP05b/ N. N.: Papier total, Verband Deutscher Papierfabriken e. V., Bonn, 2005
- /PER04/ N. N.: Produktdatenblatt Perlbond 990 S, Lyckeby Industrial AB, Kristianstad, Schweden
- /REG09/ N.N.: Regressionsanalyse, Beurteilung des multiplen Regressionsmodells, Multikollinearität,  
[http://web.neuestatistik.de/inhalte\\_web/content/MOD\\_37805/html/comp\\_37853.html](http://web.neuestatistik.de/inhalte_web/content/MOD_37805/html/comp_37853.html), Zugriff: 22.09.2009
- /RIN05/ Ringle, C. M.; Hansmann, K.-W.; Boysen, N.: Erfolgswirkung einer Partizipation an virtuellen Unternehmungen, in: Zeitschrift für Planung und Unternehmenssteuerung (ZP), 16. Jahrgang (2005), Heft 2, S. 147 - 166
- /ROI97/ Roik, T.; Köcher, M.: Aufheller am Beispiel Feinpapier, Fachzeitschrift ipw / Das Papier, dpw-Verlagsgesellschaft mbH, Heusenstamm, 1997
- /SAL05/ Sall, J.; Creighton, L.; Lehmann, A.: JMP Start Statistics – A Guide to Statistics and Data Analysis Using JMP<sup>®</sup> and JMP IN<sup>®</sup> Software, Third Edition, Thomson Brooks / Cole, Australia, Canada, Mexico, Singapore, Spain, United Kingdom, United States, 2005
- /SHA09/ N. N.: Shapiro-Wilk-Test, <http://www.faes.de/Basis/Basis-Lexikon/basislexikon.html>, Zugriff: 18.02.2009
- /SNE94/ Schnell, R.: Graphisch gestützte Datenanalyse, R. Oldenbourg Verlag GmbH, München, 1994
- /STA00/ Stahel, W. A.: Statistische Datenanalyse, Vieweg Verlag, Braunschweig, Wiesbaden, 2000
- /STA09a/ N. N.: Definition von t-Test, Statista-Lexikon, Statista GmbH, Hamburg, 2009, <http://de.statista.com/statistik/lexikon/definition/133/t-test/>, Zugriff: 25.11.2009
- /STA09b/ N. N.: Statistische Versuchsplanung, [http://www.emg.tu-bs.de/pdf/QUO/07\\_StatistischeVersuchsplanung.pdf](http://www.emg.tu-bs.de/pdf/QUO/07_StatistischeVersuchsplanung.pdf), Zugriff: 22.09.2009
- /TAG85/ Taguchi, G.; Wu, Y.: Introduction to Off-line Quality Control, Central Japan Quality Control Association, Nagaya, 1985
- /VDP/ N. N.: So entsteht unser Papier, eine Information des VDP, Verband Deutscher Papierfabriken e. V., Bonn
- /VER09/ N. N.: Versuchspläne, <http://www.versuchsmethodik.de/plaene/zentral.htm>, Zugriff: 23.08.2009
- /WEI01/ Weissenbach, T.: Statistische Signifikanz, Peer-reviewed independent non-profit publications without advertising, Infomed-Verlags AG, Wil, Schweiz, 2001, <http://www.infomed.org/screen/epibox/epi35.html>, Zugriff: 26.11.2009

- /WEI99/ Weihs, C.; Jessenberger, J.; Grize, Y.-L.: Statistische Methoden zur Qualitätssicherung und -optimierung, Wiley-VCH Verlag, Weinheim, 1999
- /WIL02/ Willms, U.: Beanspruchungsgerechte Gestaltung von Faserformprodukten am Beispiel einer Unterarmorthese, Dissertationsschrift, Maschinenelemente-Verlag, Universität Dortmund, 2002
- /WOC07/ N. N.: Wochenblatt für Papierfabrikation, Ausgabe 5, Deutscher Fachverlag GmbH, Frankfurt, 2007

## Verwendete Formelzeichen

Zeichen	Einheit	Bedeutung
$A$	$\text{mm}^2$	Querschnittsfläche
$b$	mm	Breite
$c$	%	Konzentration der Fasersuspension; Konzentration eines chemischen Additivs
$d$	mm	arithmetische Dicke
$E_z$	$\text{N}/\text{mm}^2$	Zug-E-Modul
$F$	N	Kraft
$F_{\max}$	N	maximale Zugkraft
$F_p$	N	Presskraft
$k$	–	Anzahl der Einflussgrößen
$m$	–	Faktorstufenkombinationen
$M_b$	Nm	Biegemoment
$n$	–	Replikation; Stichprobenumfang
$N$	–	Gesamtzahl der Einzelversuche; Versuchszahl; Anzahl der Beobachtungen
$n_0$	–	Anzahl der Einzelversuche im Zentrum eines zentral zusammengesetzten Versuchsplans
$N_w$	–	Anzahl der Einzelversuche in der Ebene oder im Raum, die/der von den Faktoren $x_i$ , die in einen zentral zusammengesetzten Versuchsplan einfließen, aufgespannt wird
$p$	–; bar	Konstante; Signifikanzniveau bzw. p-Wert; Öl-druck
$p_A$	bar	Anformdruck
$R^2$	–	Bestimmtheitsmaß
$R^2_{\text{adj.}}$	–	Korrekturmaß
$r_{F,\text{Rohst.}}$	%	Feuchte des Rohstoffes im Ausgangszustand

$r_i$	–	Rangzahl der i-ten Beobachtung
$s$	mm; –	Weg; Standardabweichung
$s^2$	–	Varianz
$t_A$	s	Anformdauer
$T_{\text{Ofen}}$	°C	Temperatur im Trocknungsofen
$t_{\text{Ofen}}$	s	Zeitdauer im Trocknungsofen
$t_{\text{Tr.}}$	s	Trocknungsdauer nach dem Anformvorgang
$V_P$	l	Pulpenmenge
$W$	–	Quotient des Shapiro-Wilk-Tests
$W_b$	mm <sup>3</sup>	Biege widerstandsmoment
$x$	–	Einflussgröße; Beobachtung
$\bar{x}$	–	arithmetischer Mittelwert
$y$	–	Versuchsergebnis
$\dot{y}$	–	geometrisches Mittel der Versuchsergebnisse
$Y$	–	transformierte Variable der Box-Cox-Transformation
$\Phi$	–	Funktion zur Beschreibung der kumulierten Wahrscheinlichkeitsverteilung der Normalverteilung
$\Delta\mu$	–	Größe eines technologisch relevanten Effektes, der mit hoher Wahrscheinlichkeit erkannt werden soll, falls er existiert
$\alpha$	–	normierter Wert der Faktorstufe im Stern eines zentral zusammengesetzten Versuchsplans
$\alpha_i$	–	eine vom Stichprobenumfang abhängige Konstante zur Berechnung des Quotienten $W$ des Shapiro-Wilk-Tests
$\beta$	–	Koeffizient in einem Regressionsmodell
$\varepsilon$	%; –	Dehnung; Betrag, um den die Messwerte nur zufällig von dem durch das Modell ausgedrückten Zusammenhang zwischen Ziel- und Einflussgrößen abweichen
$\lambda$	–	Exponent des Versuchsergebnisses bei der Box-Cox-Transformation
$\sigma$	N/mm <sup>2</sup>	Spannung
$\sigma_b$	N/mm <sup>2</sup>	Biegefestigkeit

---

$\sigma_z$	N/mm <sup>2</sup>	Zugfestigkeit
$\omega$	–	transformierte Variable der $\omega$ -Transformation