



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 696 33 901 T2** 2005.11.24

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 768 425 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **696 33 901.3**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **96 114 955.6**

(96) Europäischer Anmeldetag: **18.09.1996**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **16.04.1997**

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: **24.11.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **24.11.2005**

(51) Int Cl.7: **D21H 21/20**

D21H 17/71, D21F 11/14, D21H 23/26

(30) Unionspriorität:
530489 18.09.1995 US

(73) Patentinhaber:
Fort James Corp., Atlanta, Ga., US

(74) Vertreter:
**Schaumburg, Thoenes, Thurn, Landskron, 81679
München**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, NL

(72) Erfinder:
**Van Luu, Phuong, Appleton, Wisconsin 54515, US;
Worry, Gary, Appleton, Wisconsin 54914, US;
Marinack, Robert J., Oshkosh, Wisconsin 54904,
US; Ostrowski, Henry S., Appleton, Wisconsin
54915, US; Bhat, Dinesh M., Neenah, Wisconsin
54956, US**

(54) Bezeichnung: **Vorbenetzbares, sehr weiches Papierprodukt mit zeitweiliger Nassfestigkeit**

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelegt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

GEBIET DER ERFINDUNG

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft ein vor Gebrauch befeuchtbares Papierprodukt mit temporärer Nassfestigkeit. Die vorliegende Erfindung betrifft ferner ein weiches, festes, spülbares, dispergierbares und biologisch abbaubares Papierprodukt mit temporärer Nassfestigkeit, das vor Gebrauch befeuchtet werden kann und in zuvor befeuchtem Zustand keine Knötchen bildet (sog. Pilling) und nicht reißt. Genauer gesagt, betrifft die Erfindung ein sehr weiches Papierprodukt mit temporärer Nassfestigkeit, wodurch es vor Gebrauch befeuchtbar gemacht wird.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Hygienepapier muss verschiedene einander widersprechende Eigenschaften miteinander in Einklang bringen: Es muss fest, weich, spülbar, dispergierbar und abbaubar sein. Wünschenswerte Kombinationen aus diesen Eigenschaften zu wirtschaftlich akzeptablen Kosten zu erhalten, stellt eine ziemliche Herausforderung dar.

[0003] Soll den vorstehend erwähnten Eigenschaften zudem noch Nassabriebsfestigkeit als zusätzliche und widersprüchliche Eigenschaft hinzugefügt werden, steht man vor einer noch größeren technischen Herausforderung. Die Entwicklung eines Papiers, dessen Nassfestigkeit so hoch ist, dass es vor Gebrauch befeuchtet werden kann, widerspricht inhärent nicht nur der Spülbarkeit und Dispergierbarkeit, sondern auch der Forderung nach so großer Weichheit, dass es nach Belieben in vor Gebrauch befeuchtem oder in trockenem Zustand benutzt werden kann.

[0004] Ein Hygienepapier für den Hausgebrauch, das vom Verbraucher angenommen wird, muss ein weiches Papier mit ausreichender Trockenreißfestigkeit für den normalen Gebrauch sein. Zudem muss das Papier ausreichend dispergierbar sein, so dass es, in angemessenen Mengen, in normalen Haushaltstoiletten gespült werden kann, während gleichzeitig ein Papier mit ausreichender Abbaubarkeit bereitzustellen ist, das in Verrottungssystemen aufgenommen werden kann. Herkömmliches Hygienepapier hat nicht genügend Nassabriebsfestigkeit, um für die Verwendung in zuvor befeuchtem Zustand geeignet zu sein, ohne zu Pilling oder zum Reißen zu neigen.

[0005] Gewöhnlich wird zum Reinigen des Perineums und angrenzender Bereiche des menschlichen Körpers Hygienepapier in trockenem Zustand verwendet. Trockenes Papier reinigt diese Bereiche nicht immer so gründlich, wie es wünschenswert wäre. Manche Benutzer würden zum Reinigen dieser Regionen lieber ein Bidet benutzen, um ein Gefühl zusätzlicher Sauberkeit zu erlangen. Wenn man jedoch herkömmliches Hygienepapier verwendet, wenn Perineum und angrenzende Körperbereiche richtig nass sind, oder wenn man das Papier vor Gebrauch befeuchtet, neigen bekannte Hygienepapiere zu Pilling, und zwar selbst die wenigen Marken, deren Nassfestigkeit höher ist, so dass sie eine annehmbare Struktur beibehalten.

[0006] Pilling ist ein Phänomen, das während des Gebrauchs auftritt, wobei kleine Papierkügelchen entweder an der Papieroberfläche oder an dem Benutzer haften, was dazu führen kann, dass das Papier reißt, bevor das Reinigen beendet ist. Dies ist für die meisten Benutzer nicht wünschenswert. Ein Ziel der vorliegenden Erfindung ist es, ein spülbares, für Abwassersysteme und Verrottungssysteme gleichermaßen geeignetes Papierprodukt anzugeben, das vor Gebrauch befeuchtet werden kann und dennoch genügend Weichheit, Festigkeit und Widerstand gegen Pilling behält, um zum Reinigen verwendbar zu sein.

[0007] Eine Art und Weise, einem Produkt Nassfestigkeit zu verleihen, besteht darin, "dauerhafte" Nassfestigkeit zuzufügen. Dauerhafte Nassreißfestigkeit verträgt sich jedoch normalerweise weder mit der Dispergierbarkeit noch mit der Abbaubarkeit des Produkts und führt somit dazu, dass das Papier nicht mit einem Verrottungssystem kompatibel ist. Zudem behindert die dauerhafte Nassreißfestigkeit häufig auch das Spülen des Papiers in einer normalen Haushaltstoilette, indem es die Schüssel verstopft oder in dem Rohr festgehalten wird, das das Haus mit dem Abwassersystem verbindet, wodurch eine Verstopfung verursacht wird, wie es gerade bei älteren Häusern häufig der Fall ist, wenn Wurzeln vorhanden sind.

[0008] Nassreißfestigkeit bei einem Papierprodukt erhält man herkömmlicherweise, indem der Papiercharge ein Harz oder ein Mittel zum Einstellen von dauerhafter Nassfestigkeit zugefügt wird, wie beispielsweise die Polyamid-Epichlorhydrinharze, die unter den Markennamen KYMENE® von Hercules im Handel erhältlich sind. Es wurden zumindest zwei Mechanismen postuliert, durch die Nassfestigkeitsharze wirken. Gemäß dem einen

bilden die Nassfestigkeitsharze kovalente Bindungen zwischen benachbarten Fasern, während gemäß dem anderen die Nassfestigkeitsharze ein wasserfestes Netz über den zwischen benachbarten Papierfasern gebildeten Wasserstoffbindungen bildet, wodurch verhindert wird, dass Wasser die Wasserstoffbindungen aufbricht. Bei einem Produkt mit dauerhafter Nassfestigkeit, lässt die festigende Wirkung nicht mit der Zeit nach. Folglich sind Papierprodukte, die mit Harzen zum Einstellen von permanenter Nassfestigkeit hergestellt wurden, normalerweise weder für die Verwendung in herkömmlichen Haushaltstoiletten noch für die Verwendung in Verrottungssystemen akzeptabel.

[0009] Eine Alternative zum Verleihen von dauerhafter Nassfestigkeit ist das Verleihen von temporärer Nassfestigkeit. Dazu werden spezielle Harze zum Einstellen von temporärer Nassfestigkeit in eine Cellulose-Bahn inkorporiert. Welches Harz genau gewählt wird, scheint nicht wichtig sein, vorausgesetzt es enthält Aldehydkomponenten und liefert die hier beschriebenen Nassfestigkeitseigenschaften. Geeignete Produkte sind normalerweise eine Aldehydkomponente enthaltende wasserlösliche Polyole, Monomere, und zyklische Harnstoffe und Mischungen daraus. Typischerweise sind diese chemische Komponenten Dialdehyde oder wasserlösliche organische Polyole, die Aldehydeinheiten enthalten. Zwar wäre es wünschenswert, nicht an eine Theorie gebunden zu sein, doch ist man der Meinung, dass diese Polymere oder aliphatischen Dialdehyde Hemiacetalbindungen mit Cellulose bilden und dass diese Hemiacetalbindungen beim Eintauchen in Wasser mit moderater Geschwindigkeit hydrolysieren, so dass Papierprodukte mit diesen Harzen eine beträchtliche anfängliche Nassfestigkeit haben, nach nur wenigen Minuten jedoch die Nassfestigkeit auf einen so niedrigen Wert fällt, dass das Papier spülbar wird.

[0010] In der Praxis neigt die anfängliche Nassfestigkeit von Papierprodukten, die unter Verwendung dieser Nassfestmittel hergestellt worden sind, dazu, während der ersten paar Tage nach der Herstellung leicht zu steigen. Gemäß unserer Erfahrung ist die Nassfestigkeit normalerweise innerhalb einer Woche nach Herstellung des Papierprodukts recht gut abgeglichen, so dass wir in dieser Spezifikation und diesen Ansprüchen mit Nassfestigkeit immer die Nassfestigkeit ansprechen, die nach ungefähr einer Woche Alterung erreicht wird, soweit der Kontext nicht ausdrücklich etwas anderes angibt.

[0011] Die US-Patente 3,096,228 und 2,622,960 offenbaren die Verwendung von Glyoxal zum Verbessern der Nassfestigkeit von Papierprodukten. Die Bedingungen, unter denen Glyoxal gemäß diesen relativ alten Referenzen auf die Bahn angewendet wird, ergeben tendenziell Produkte, die nicht den oben erwähnten fünf Eigenschaften entsprechen, die das Papierprodukt der vorliegenden Erfindung haben soll.

[0012] In dem US-Patent 2,622,960 (Woods et al.) wird Papier hergestellt, indem ein vorgeformtes und getrocknetes Blatt durch Eintauchen in oder Besprühen mit einer wässrigen Glyoxallösung gesättigt wird und das behandelte Blatt danach bei einer Temperatur von mindestens 100°C (212°F) erhitzt wird. Dieses Verfahren hat Nachteile, wenn es bei der Herstellung von Toilettenpapier, Gesichtstüchern und leichten einlagigen Tüchern angewandt wird, da es dazu neigt, diese leichten Papierprodukte spröde werden zu lassen, was zu einer Verminderung der Reißfestigkeit der Bahn führt. Diese Nachteile werden in dem Stand der Technik gemäß US-Patent 3,096,288 (Day et al.) besprochen.

[0013] Um die Mängel bei Woods et al. zu beheben, offenbart Day et al. ein Verfahren zum Zugeben von Glyoxal zu einer trockenen saugfähigen Papierbahn mit einem Feuchtigkeitsgehalt von ungefähr 3 bis 7 Gew.-% basierend auf dem Gewicht von völlig trockenem Papier, so dass der endgültige Feuchtigkeitsgehalt der Bahn über 4 Gew.-% und nicht über 20 Gew.-% liegt. Durch Lagern des Papiers mit diesem Feuchtigkeitsgehalt bei Raumtemperatur wird Nassreißfestigkeit in der Bahn entwickelt, indem das Glyoxal durch die Bahn wandert. Folglich müssen Papierrollen vor dem Umformen für mindestens einen Tag gelagert werden, um ausreichende Nassreißfestigkeit des Produkts zu entwickeln. Alternativ müssen die Papierrollen unter Fabrikbedingungen in Produktform umgeformt werden, so dass der anfängliche Feuchtigkeitsgehalt der Bahn in dem umgeformten Produktpaket für mindestens 24 Stunden beibehalten wird. In beiden Fällen entstehen in der Papiertabrik logistische und/oder umwelttechnische Probleme. Zudem neigen die gemäß US-Patent 3,096,228 (Day et al.) erforderlichen hohen Feuchtigkeitspegel von gewöhnlich größer oder gleich 8–10% dazu, die Spannung in einer gekreppten Bahn zu lockern (d. h. zu Spannungsabbau zu führen) und die Bahn zu schwächen, wodurch das Umformen auf modernern Endloswickelvorrichtungen schwierig oder unmöglich wird.

[0014] Die vorliegende Erfindung unterscheidet sich deutlich von diesen früheren bekannten Quellen durch die Anwendung von ungeladenen Mitteln zum Einstellen von Nassfestigkeit vor oder nach der Yankee-Presswalze (16) auf eine nasse Faserbahn und nachfolgendes Trocknen und Krepfen dieser Bahn. Dieses Verfahren führt zu einem unerwarteten Produkt mit verbesserter temporärer Nassfestigkeit ohne den negativen Aspekt der Notwendigkeit von chemischer Migration durch Lagern bei hohen Feuchtigkeitspegeln. Ohne durch

die Theorie gebunden zu sein, sind wird der Meinung, dass das Zugeben von ungeladenen chemischen Mitteln zum Einstellen der Nassfestigkeit zu einer Bahn vor und/oder hinter der Yankee-Presswalze einer Papiermaschine chemische Migration innerhalb des Blattes ermöglicht – und letztendlich die Nassreißfestigkeit verbessert.

[0015] Wenn die in dem US-Patent 3,096,228 verwendeten hydraulischen Sprüheinheiten auf ein trockenes Blatt nach dem in diesem früheren Patent offenbarten Verfahren angewendet werden, erzeugen sie ungleichmäßige Papierprodukte, insbesondere wenn Glyoxal vor dem Prägen gesprüht wird. Dieses Verfahren führt meist zu Glyoxalablagerung auf den fertigen Rollen, was zusätzliche Verarbeitungsprobleme erzeugt.

[0016] Zwar besitzt zumindest eine Marke von handelsüblichem Hygienepapier eine gewisse temporäre Nassfestigkeit, doch scheint das Ziel des Herstellers beim Einschließen von temporärer Nassfestigkeit in diese Produkte darin zu liegen, den Auswirkungen des Befeuchtens bei normalem Gebrauch entgegen zu wirken. Das bloße Hinzufügen eines Mittels zum Einstellen von temporärer Nassfestigkeit zu diesem Papierprodukt macht es nicht für den Gebrauch in zuvor befeuchtetem Zustand geeignet. Versucht man, dieses Papierprodukt nach vorherigem Befeuchten zu benutzen, „reißt“ und „pillt“ das Papier recht stark. Der Versuch, diese Produkte in vor Gebrauch befeuchtetem Zustand zu benutzen, bietet also keine verbesserte Reinigung, sondern hinterlässt häufig viel Abfall aus Papierfetzen und -kügelchen auf dem Bereich, der eigentlich gereinigt werden sollte. Wenn der zu reinigende Bereich mit diesem Abfall aus Papierfetzen und -kügelchen bedeckt ist, wurde das Ziel des vorherigen Befeuchtens des Papiers weitgehend verfehlt.

[0017] Anders als Papiertücher nach dem Stand der Technik liefert die vorliegende Erfindung ein Papiertuch, das (i) so hohe Nassfestigkeit und Nassabriebsfestigkeit hat, dass es in vor Gebrauch befeuchtetem Zustand benutzt werden kann; (ii) spülbar ist; (iii) dispergierbar und biologisch abbaubar ist; (iv) eine mit Hygienepapier der Premiumqualität vergleichbare Trockenfestigkeit hat; und (v) eine mit modernem Hygienepapier der Premiumqualität vergleichbare Weichheit hat.

[0018] Das Papiertuch der vorliegenden Erfindung vereinigt diese einander widersprechenden Vorgaben, indem ein Papiertuch bereitgestellt wird, das eine kahle Oberfläche gekoppelt mit einer anfänglichen normalisierten temporären Nassfestigkeit von zumindest ungefähr 10 g/cm (75 g/3 Inch), vorzugsweise ungefähr 14 g/cm (105 g/3 Inch) hat, wie durch das Finch Cup-Verfahren für ein 30 g/m² (18,5 lb/3000 Quadratfuß) Ries gemessen wird. Das Verhältnis der Nassreißfestigkeit zur Trockenreißfestigkeit in Querrichtung des Papierprodukts beträgt zumindest ungefähr 18%, vorzugsweise mehr als 20%. Temporäre Nassfestigkeit wird durch die Verwendung einer chemischen Komponente zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit geliefert, die der Bahn vor der Presswalze (16) auf der Luftseite des Blattes, hinter der Presswalze (16) oder auf der Fläche des Yankee-Trockners (26) zugegeben wird. Diese Komponente hat gewöhnlich keine Ladung und wird daher aufgebracht, nachdem die Bahn gebildet worden ist. Zu den ladungslosen chemischen Komponenten zählen: Aldehyde, Aldehyd enthaltende Polyole, Polymere, zyklische Harnstoffe und Mischungen daraus. Sie kann in Kombination mit kationischen Stärken und optional einem kationischen Weichmacher/Debonder verwendet werden, um ein äußerst weiches Papier mit den gewünschten physikalischen Parametern zu erzeugen. Ein Weichmacher/Debonder kann direkt mit den ladungslosen Aldehyden und Aldehyd enthaltenden ladungslosen Polyolen, Polymeren, zyklischen Harnstoffen und Mischungen daraus verwendet werden, oder sie können in Kombination mit den kationischen Stärken verwendet werden. Bei vorliegender Erfindung sind die hauptsächlichen Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit die ungeladenen Aldehyde und die ungeladenen Aldehyd enthaltenden Polyole, Polymere und zyklischen Harnstoffe oder Mischungen daraus. Die Stärken und Weichmacher/Debonder werden eingesetzt, um spezielle Eigenschaften für gewisse spezielle Anwendungen zu erhalten.

[0019] Bei unserem Verfahren können die Nassfestigkeit und die Trockenfestigkeit unabhängig kontrolliert werden, indem die Menge der der Bahn zugegebenen ladungslosen chemischen Komponenten mit den der Charge zugefügten kationischen Mitteln zum Verbessern der Festigkeit ausgeglichen wird. Zur weiteren Feineinstellung unseres Systems verwenden wir optional kationische Weichmacher/Debonder. Diese können der Charge beigefügt werden, nachdem die Stärke mit der Charge vermischt wurde oder vor oder nach der Presswalze auf die Bahn gesprüht werden. Bei unserem Verfahren müssen keine kationischen Weichmacher/Debonder verwendet werden, wenn der Charge keine kationischen Mittel zum Verbessern der Festigkeit, wie zum Beispiel Stärke, beigefügt wurden. In einigen Fällen verwenden wir die ladungslosen chemische Komponenten in Kombination mit kationischen Weichmachern/Debondern, wobei diese Kombination als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit dient.

[0020] Das bloße Zufügen einer Menge an Harzen zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit zu herkömmlichen Chargen garantiert nicht, dass sich das Produkt für den Gebrauch in zuvor befeuchtetem Zustand

gut eignet. Die Erfinder haben folgendes festgestellt: Wenn das Papiertuch eine kahle Oberfläche und eine normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung von mindestens ungefhr 10 g/cm (75 g/3 Inch), vorzugsweise 14 g/cm (105 g/3 Inch), wie durch den Finch Cup-Test („FCT“) gemessen wird, bei einem Grundgewicht von ungefhr 29–31 g/m² (18–19 lbs/3000 Quadratfu Ries) hat, so wird das Papier bei einem Versuch, es in zuvor befeuchtetem Zustand zu benutzen normalerweise keine Kgelchen bilden und nicht reien.

[0021] Wir haben festgestellt, dass das Blatt, sobald die absolute (nicht normalisierte) Nassreifestigkeit in Querrichtung auf ungefhr 5 g/cm (36 g/3 Inch) oder darunter fllt, gewhnlich nicht gengend Integritt hat, um den normalen Gebrauch in nassem Zustand zu berstehen, auch wenn das Blatt vielleicht keine Kntchen bildet, wenn es so vorsichtig behandelt wird, dass ein Zerreien des Blattes vermieden wird. Wo auch immer in der vorliegenden Anmeldung eine normalisierte Nassreifestigkeit erwhnt ist, ist dies so zu verstehen, dass die Nassreifestigkeit unter Verwendung des Finch Cup-Verfahrens bestimmt wird, bei dem eine 7,3 cm (3 Inch) groe Probe des umgeformten gebrauchsfertigen Produkts mit einem Grundgewicht von 30 g/m² (18,5 lb/3000 Quadratfu Ries) (je nach Fall einlagig oder mehrlagig) in eine Finch Cup genannte Spezialvorrichtung geklemmt wird. Dann wird die Probe in normales Leitungswasser getaucht und die Reifestigkeit wird zu der angegebenen Zeit nach dem Eintauchen getestet. Fr die anfngliche Nassreifestigkeit wird die Messung 5 Sekunden nach Eintauchen in das Wasser durchgefhrt. Wir bevorzugen dieses Verfahren, da wir festgestellt haben, dass die Ergebnisse aus dem FCT ausreichend reproduzierbar sind.

[0022] Da der kritische Faktor beim Pilling anscheinend der Grad und die Festigkeit der internen Bindungen zwischen den Fasern in dem Blatt ist, sollten die kritischen Werte der Nassreifestigkeit in Querrichtung (10 g/cm (75 g/3 Inch) oder 14 g/cm (105 g/3 Inch) und so weiter, je nach Fall) fr Grundgewichte, die von 30 g/m² (18,5 lb/3000 Quadratfu Ries) abweichen, proportional zu dem Grundgewicht angepasst, d. h. normalisiert werden. Beispielsweise liefert ein Blatt von 15 g/m² (9,25 lb/3000 Quadratfu Ries) mit einer Nassreifestigkeit in Querrichtung von ungefhr 7 g/cm (52,5 g/3 Inch Ries) ein zufrieden stellendes Ergebnis, da die Nassreifestigkeit in Querrichtung proportional gleich ist wie bei einem Blatt von 30 g/m² (18,5 lb/3000 Quadratfu Ries) mit einer Nassreifestigkeit in Querrichtung von 14 g/cm (105 g/3 Inch), und entsprechend wre die normalisierte Nassreifestigkeit dieses 15 g/m² (9,25 lbs/3000 Quadratfu Ries) 14 g/cm (105 g/3 Inch). Dies deckt sich gut mit unserer Erfahrung, gem der einlagige Produkte von 15 g/m² (9,25 lbs/3000 Quadratfu Ries) bei Nassreifestigkeiten in Querrichtung von 9 und 6 g/cm (66 und 44 g/3 Inch) zufrieden stellend waren, whrend einlagige Produkte mit einer Nassreifestigkeit in Querrichtung von 5 g/cm (36 g/3 Inch) durchfallen, indem sie reien ohne Papierkgelchen zu hinterlassen.

[0023] Die hier angegebenen gesetzten Festigkeitswerte wurden basierend auf normalem Leitungswasser gewhlt. Es wird jedoch darauf hingewiesen, dass die Wasserqualitt sowohl die Werte der anfnglichen Nassreifestigkeit in Querrichtung als auch die Zerfallsgeschwindigkeiten beeinflussen kann. Auerdem knnen sich die Werte und Zerfallsgeschwindigkeiten in wssrigen Medien, die im pH-Wert angepasst wurden, oder in nicht wssrigen Medien verschieben. Solche Verschiebungen werden hier bercksichtigt.

[0024] Um sicherzustellen, dass das Papierprodukt ausreichend splbar ist, damit nicht bermig viele Splvorgnge notwendig sind, um die Toilettenschssel zu leeren, bevorzugen wir, dass die Nassfestigkeit der Papierprodukte der vorliegenden Erfindung rapide abnimmt und bei einer 10 Minuten nach dem Eintauchen durchgefhrten Messung eine normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung aufweist, die weniger als ungefhr die Hlfte des anfnglichen Werts betrgt. Fr das Anfeuchten vor Gebrauch sollte das Papierprodukt bei einer 10 Minuten nach Eintauchen durchgefhrten Messung zumindest ungefhr 15 Prozent des anfnglichen Nassfestigkeitswerts behalten.

[0025] Das bloe Hinzufgen eines Mittels zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit erzeugt hufig ein Papierprodukt, das nicht so weich ist, dass es als Premium-Hygienepapier fr den normalen Hausgebrauch akzeptiert wird. Um die Weichheit des Blattes in den Premium-Bereich oder in die Nhe des Premium-Bereichs zu bringen, haben wir festgestellt, dass es wnschenswert ist, das Verhltnis von Strahl zu Sieb zu variieren, um das Blatt ein wenig quadratischer zu machen, als wir es normalerweise bei der Herstellung von nass gepressten Papierprodukten verwenden. Zum Beispiel stellen wir bei der Herstellung von herkömmlichen nass gepressten Papierprodukten das Verhltnis von Strahl zu Sieb so ein, dass das Verhltnis der Trockenreifestigkeit in Maschinenrichtung zur Trockenreifestigkeit in Querrichtung des Basisblattes (vor dem Umformen und Prgen) ungefhr bei 2,5 liegt.

[0026] Fr Papierprodukte der vorliegenden Erfindung bevorzugen wir ein Verhltnis von Strahl zu Sieb, das ein Basisblatt mit einem Verhltnis der Trockenreifestigkeit in Maschinenrichtung zur Trockenreifestigkeit in Querrichtung von unter ungefhr 2,2, vorzugsweise von ungefhr 1,6 bis 2,1 und am besten von ungefhr 1,8

bis 1,9 erzeugt. In einigen Fällen versehen wir die Bahn vielleicht mit etwas mehr Krepp als wir normalerweise tun würden.

[0027] Anders als die in der am 18. März 1994 eingereichten Anmeldung mit der Seriennummer 08/210,836 und der am 10. März 1995 eingereichten Anmeldung mit der Seriennummer 08/401,690 offenbarten Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit, tragen die Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit im Allgemeinen keine positive Ladung und können daher nicht zu der Charge zugegeben werden. Das Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit kann durch Beifügen von Stärke zu der Charge ergänzt werden. Um die Eigenschaften des Papiers und Tuchs weiter auf eine bestimmte Anwendung abzustimmen, können kationische Weichmacher/Debonder der Charge beigefügt oder aber der Bahn an den gleichen Stellen zugegeben werden, an denen wie in den [Fig. 2](#) und [Fig. 16](#) dargestellt das Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit beigefügt wird, nämlich an den Beifügestellen **51, 52, 53, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64** und **65**. In einigen Fällen verwenden wir den kationischen Weichmacher/Debonder zusammen mit einem Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit. Unter diesen Umständen kann diese Mischung auch als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit dienen.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0028] Die vorliegende Erfindung gibt ein Verfahren zum Herstellen eines Papierprodukts wie beispielsweise eines Hygienepapiers an, das so große Integrität und Festigkeit, insbesondere Nassfestigkeit hat, dass das Papierprodukt in trockenem oder in vor Gebrauch befeuchtetem Zustand benutzt werden kann und ebenso verwendbar ist, wenn der zu reinigende Bereich vollständig nass ist. Somit erhält der Benutzer ein Hygienepapier für den Gebrauch in nassem, zuvor befeuchtetem oder trockenem Zustand. Zudem ist ein derartiges Papierprodukt nach der vorliegenden Erfindung vorzugsweise angemessen weich und reicht an die Weichheit eines Hygienepapiers der Premiumqualität zumindest heran. Notwendigerweise muss das Papierprodukt sowohl spülbar als auch abbaubar sein, um für den Gebrauch in Verrottungssystemen kompatibel zu sein. Das Verfahren der vorliegenden Erfindung ist in den angefügten Ansprüchen definiert.

[0029] Die bevorzugten Hygienepapiere der vorliegenden Erfindung vereinigen die folgenden fünf Attribute:

- (i) so hohe Nassfestigkeit und strukturelle Integrität in nassem Zustand, dass es zum Reinigen in befeuchtetem Zustand verwendbar ist;
- (ii) so hohe Dispergierbarkeit, dass es in angemessenen Mengen in normalen Haushaltstoiletten gespült werden kann;
- (iii) so hohe Abbaubarkeit, dass es in Verrottungssystemen Verwendung findet;
- (iv) eine mit Premium-Hygienepapier vergleichbare Trockenfestigkeit;
- (v) eine Weichheit, die mit der Weichheit von Premium-Hygienepapieren vergleichbar ist oder zumindest an diese heranreicht.

[0030] Weichheit ist keine direkt messbare, eindeutige Größe, sondern ist eher leicht subjektiv. Als die beiden wichtigsten Komponenten zum Angeben der gefühlten Weichheit werden gewöhnlich die Oberflächenbeschaffenheit und der Dehnmodul erachtet, der von anderen auch als Steifigkeit, Steifigkeitsmodul oder Dehnsteifigkeit bezeichnet wird. Siehe dazu J. D. Bates „Softness Index: Fact or Mirage?, TAPPI, Bd. 48, Nr. 4, April 1965, S. 63A–64A. Siehe auch H. Hollmark, "Evaluation of Tissue Paper Softness", TAPPI, Bd. 66, Nr. 2, Februar 1983, S. 97–99, in dem Dehnsteifigkeit und Oberflächenprofil mit gefühlter Weichheit in Verbindung gebracht werden. Alternativ kann die Oberflächenbeschaffenheit durch Messen des geometrischen Mittelwerts der Abweichung („GM MMD“) des Reibungskoeffizienten unter Verwendung eines Kawabata KES-SE Reibungstesters bewertet werden.

[0031] Das gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellte Papierprodukt hat eine angenehme Beschaffenheit, wie der GM MMD von weniger als 0,26, wie gemäß späterer Beschreibung gemessen wird, und ein Dehnmodul von weniger als 32 g/% Dehnung, vorzugsweise unter 28 g/% Dehnung zeigen, wie durch das Verfahren zum Messen der Reißfestigkeit gemäß der hier präsentierten Beschreibung gemessen wird, außer dass der genannte Modul der geometrische Mittelwert der Neigungen auf den Last-Dehnungs-Kurven in Querrichtung und in Maschinenrichtung von einer Last von 0–20 g/cm (50 g/1 Inch) ist, wenn eine Probenbreite von 2,5 cm (1 Inch) verwendet wird. Alle hier erwähnten Dehnmoduln sind als bei einer Dehnlast von 20 g/cm (50 g/Inch) gemessen und in g/% Dehnung wiedergegeben zu verstehen, wobei % Dehnung dimensionslos ist.

[0032] In den Fällen, in denen der Dehnmodul sogar 32 g/% Dehnung erreichen darf, sollte GM MMD unter 0,23 liegen. In den Fällen, in denen der Dehnmodul im Bereich unter 28 g/% bleibt, kann GM MMD auch 0,26 betragen. Bei den bevorzugteren Ausführungsbeispielen sollte GM MMD unter 0,2 und der Dehnmodul unter 27 g/% Dehnung liegen, wobei im besten Fall GM MMD unter 0,185 und der Dehnmodul unter 26 g/% Dehnung

liegt.

[0033] Es hat sich herausgestellt, dass Papierprodukte hergestellt werden können, die eine akzeptable Balance zwischen den fünf oben aufgeführten Eigenschaften bieten, solange darauf geachtet wird, dass das Produkt eine kahle Oberfläche hat. Das Papierprodukt der vorliegenden Erfindung wird auf übliche Art und Weise hergestellt, jedoch unter Verwendung einer Kombination handelsüblicher Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit. Diese sind vorzugsweise wasserlösliche aliphatische Dialdehyde oder handelsübliche wasserlösliche organische Polymere mit Aldehydeinheiten und optional kationische Mittel zum Verbessern der Festigkeit, wie beispielsweise Stärke. Zum weiteren Regulieren der Eigenschaften des Papierprodukts kann ein kationischer stickstoffhaltiger Weichmacher/Debonder entweder der Charge oder, vor oder nach der Presswalze (16) in [Fig. 1](#), der Bahn beigelegt werden. Der kationische Weichmacher/Debonder wird aus der Gruppe bestehend aus dreiwertigen oder vierwertigen kationischen organischen Stickstoffverbindungen mit langen Fettsäureketten ausgewählt, darunter Imidazoline, Amidoaminsalze, lineare Aminamide, vierwertige oder quartäre Ammoniumsalze und Mischungen daraus. Falls das Mittel zum Verbessern der Festigkeit Aldehydkomponenten enthaltende kationische Stärke ist, kann es mit der Charge vermischt werden. Repräsentative Stärken, die bei unserem Verfahren verwendet werden, sind zum Beispiel Co-bond (R)1000 und Redibond (R)5320. Aldehyde und Aldehydkomponenten enthaltende Polyole und zyklische Harnstoffe, die keine Ladung haben, werden jedoch direkt auf die Luftseite der Bahn, direkt auf den Yankee-Trockner oder auf das Papierprodukt nach dem Kreppen zugegeben. Falls ein Weichmacher verwendet wird, kann dieser der Charge oder direkt auf die Bahn beigegeben werden. Vorzugsweise wird der Weichmacher auf die Bahn gegeben, und zwar am besten auf der Luftseite der Bahn, um eine chemische Kontamination des Vorgangs der Papierherstellung zu verhindern.

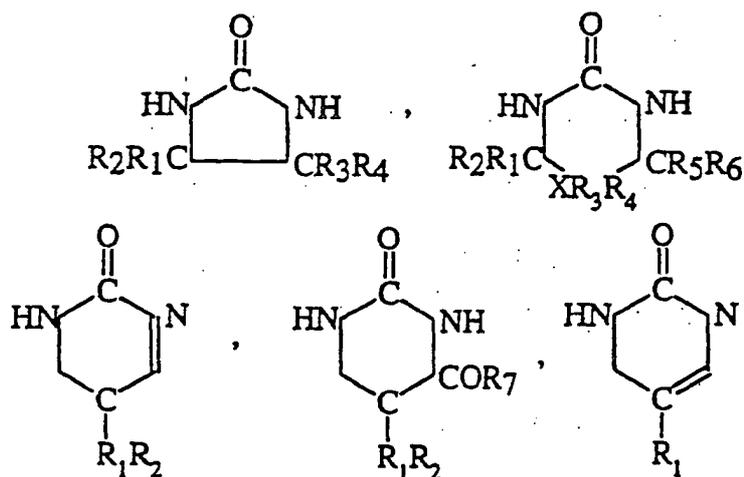
[0034] Ein gemäß vorliegender Erfindung hergestelltes Papierprodukt (i) hat so hohe Nassfestigkeit und Nassabriebsfestigkeit, dass es in zuvor befeuchtem Zustand verwendet werden kann; (ii) ist spülbar; (iii) ist dispergierbar und biologisch abbaubar; (iv) hat eine Trockenfestigkeit vergleichbar mit Hygienepapieren der Premiumqualität; und (v) hat eine Weichheit vergleichbar mit modernen Hygienepapieren der Premiumqualität.

[0035] Zahlreiche aliphatische und polymere Aldehyde eignen sich gut zur Verwendung bei der Herstellung des Papierprodukts gemäß vorliegender Erfindung, um die oben genannten fünf Parameter zu erfüllen, ist das Papierprodukt der vorliegenden Erfindung jedoch so ausgelegt, dass es eine kahle Oberfläche gekoppelt mit einer anfänglichen normalisierten temporären Nassfestigkeit von zumindest ungefähr 75 g/3 Inch, vorzugsweise von ungefähr 105 g/3 Inch hat, wie durch das Finch Cup-Verfahren für ein 18,5 lb/3000 Quadratfuß Ries gemessen wird. Das Verhältnis der Nassreißfestigkeit zur Trockenreißfestigkeit in Querrichtung liegt bei dem Papierprodukt zumindest bei ungefähr 18%, vorzugsweise über 20%. Temporäre Nassfestigkeit wird durch die Verwendung von chemischen Komponenten zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit bereitgestellt. Das bloße Beimischen einer Menge einer chemischen Komponente zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit wie beispielsweise Glyoxal bei der Papierherstellung garantiert nicht, dass sich das Produkt gut für den Gebrauch in zuvor befeuchtem Zustand eignet. Die Erfinder der vorliegenden Erfindung haben folgendes festgestellt: Wenn das Papierprodukt sowohl eine kahle Oberfläche als auch eine normalisierte Nassreißfestigkeit in Querrichtung von mindestens 10 g/cm (75 g/3 Inch), vorzugsweise 14 g/cm (105 g/3 Inch) hat, wie durch den FCT bei einem Grundgewicht von ungefähr 29–31 g/m² (18–19 lbs/300 Quadratfuß Ries) gemessen wird, wird das Papierprodukt bei dem Versuch, es in zuvor befeuchtem Zustand zu benutzen, normalerweise keine Knötchen bilden und nicht reißen.

[0036] Wir haben festgestellt: Sobald die absolute (nicht normalisierte) Nassreißfestigkeit in Querrichtung jedes Blattes unter ungefähr 5 g/cm (36 g/3 Inch) oder darunter fällt, weist das Blatt gewöhnlich nicht genügend Integrität auf, um einen normalen Gebrauch in feuchtem Zustand zu überstehen, selbst wenn das Blatt vielleicht keine Knötchen bildet, wenn es so vorsichtig gehandhabt wird, dass ein Zerreißen des Blattes vermieden wird. Zu den geeigneten ladungslosen aliphatischen und aromatischen Aldehyden zum Einstellen der Nassfestigkeit gehören Glyoxal, Malondialdehyd, Succindialdehyd, Glutaraldehyd, polymere Reaktionsprodukte von Monomeren oder Polymeren mit Aldehydgruppen und optional Stickstoffgruppen.

[0037] Wir haben festgestellt, dass Kondensate, die aus Dialdehyden wie beispielsweise Glyoxal, oder Aldehydkomponenten enthaltendem zyklischem Harnstoff und Polyol zubereitet werden, nützliche Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit sind, wenn sie unabhängig oder in Kombination mit einer herkömmlichen Stärke verwendet werden. Da diese Verbindungen keine Ladung haben, werden sie der Bahn vor oder nach der Presswalze (16) zugegeben oder direkt auf die Yankee-Oberfläche gegeben. Praktischerweise werden diese Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit vor dem Trocknen auf dem Yankee-Trockner auf die Luftseite der Bahn oder nach dem Kreppen auf die Bahn gesprüht.

[0038] Die zyklischen Harnstoffe haben die folgenden allgemeinen Formeln:

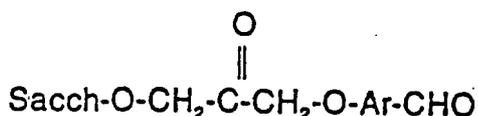


wobei R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , R_5 und R_6 gleich oder verschieden sein können und jeweils H, OH, COOH, R, OR oder COOR sein können, wobei R ein Alkyl oder eine substituierte Alkylgruppe mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen ist; R_7 kann N oder eine Polyolkomponente wie beispielsweise C_2H_4OH , $CH_2CH_2O(C_2H_4O)_bN$, wobei b 0 bis 10 ist, $CH_2CH(OH)CH_2OH$, $[CH_2CH(CH_3)O]_cH$, wobei c 1 bis 10 ist, und dergleichen sein; und X kann C, O oder N sein; wenn X O ist, sind R_3 und R_4 nicht vorhanden; wenn X N ist, ist R_3 oder R_4 nicht vorhanden.

[0039] Diese zyklischen Harnstoffe wurden in Verbindung mit Aldehyden verwendet, die als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit fungieren.

[0040] Die Herstellung dieser zyklischen Harnstoffe ist in dem US-Patent 4,625,029 beschrieben. Zu anderen US-Patenten von Interesse, die Reaktionsprodukte von Dialdehyden mit Polyolen offenbaren, gehören die US-Patente 4,656,296; 4,547,580 und 4,537,634. Die in den Polyolen ausgedrückten Dialdehydkomponenten machen das gesamte Polyol zu einem Mittel, das unabhängig oder in Kombination mit Stärke zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit geeignet ist. Bei unserem Verfahren wird herkömmliche Stärke eingesetzt, wenn unraffinierte Charge verwendet wird. Bevorzugt wird unraffinierte Charge verwendet, wenn jedoch raffinierte Charge verwendet wird, so wird in den meisten Fällen der Einsatz herkömmlicher Stärke nicht notwendig sein. Geeignete Polyole sind Reaktionsprodukte von Dialdehyden wie beispielsweise Glyoxal mit Polyolen mit zumindest einer dritten Hydroxylgruppe. Glycerin, Sorbitol, Dextrose, Glycerinmonoacrylat und Glycerinmonomaleinsäureester sind repräsentative Polyole, die als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit brauchbar sind.

[0041] Polysaccharidaldehydderivate eignen sich zum Einsatz bei der Herstellung unserer Papierprodukte. Die Polysaccharidaldehyde sind in den US-Patenten 4,983,748 und 4,675,394 offenbart. Geeignete Polysaccharidaldehyde haben die folgende Struktur:



wobei Ar eine Arylgruppe ist. Diese kationische Stärke ist eine repräsentative kationische Komponente, die sich zur Verwendung bei der Herstellung des Papierprodukts der vorliegenden Erfindung eignet, und kann der Charge beigemischt werden, während die ungeladenen Dialdehyde, die ungeladenen Aldehyd enthaltenden Polyole und/oder zyklischen Harnstoffe der Bahn vor oder hinter der Presswalze (16) gemäß Fig. 2 an den Stellen 51, 52 und 53 beigegeben werden können.

[0042] Vorzugsweise wird die Stärke an einer Stelle wie der Saugseite der Pumpe der Maschinenbütte zugefügt, an der sie mit der Faser reagieren kann, bevor sie mit dem kationischen Weichmacher/Debonder in Kontakt kommt, während der kationische Weichmacher/Debonder, wenn er einer isolierten Stelle wie dem Ausgang des Stoffauflaufs zugeführt wird, daher von der Stärke getrennt bleiben kann, bis die Stärke Zeit zum Reagieren hatte. Eine Reaktion der beiden Komponenten vor dem Kontakt mit der Faser oder gleichzeitig mit dem Kontakt mit der Faser kann die Wirkung jeder einzelnen unter gewissen Umständen herabsetzen.

[0043] Wir haben festgestellt, dass Kondensate, die aus Dialdehyden wie beispielsweise Glyoxal, oder Aldehydkomponenten enthaltenden zyklischen Harnstoffen und Polyolen hergestellt sind, nützliche Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit darstellen, wenn sie unabhängig oder in Kombination mit einer herkömmlichen kationischen Stärke oder einem kationischen Weichmacher/Debonder verwendet werden.

[0044] Der weitere Umfang der Anwendbarkeit der vorliegenden Erfindung ergibt sich aus der folgenden ausführlichen Beschreibung. Es sei jedoch darauf hingewiesen, dass die ausführliche Beschreibung und spezielle Beispiele zwar bevorzugte Ausführungsformen der Erfindung darstellen, jedoch rein beispielhaft zu verstehen sind, da dem Fachmann aus dieser ausführlichen Beschreibung verschiedene Änderungen und Modifikationen innerhalb des Umfangs der vorliegenden Erfindung deutlich werden.

KURZBESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0045] Die vorliegende Erfindung wird aus der folgenden ausführlichen Beschreibung und den zugehörigen Zeichnungen besser verständlich, die hier als Beispiele präsentiert werden und somit die Erfindung nicht einschränken.

[0046] [Fig. 1](#) ist ein schematisches Flussdiagramm des Papierherstellungsverfahrens und zeigt geeignete Stellen zum Begeben von ladungslosen chemischen Komponenten zum Einstellen der Nassfestigkeit und optional von Stärke und Weichmacher/Debonder.

[0047] [Fig. 2](#) zeigt die optimalen Stellen zum Begeben von ungeladenen Dialdehyden oder Polyolen zu der Bahn.

[0048] [Fig. 3A](#) ist eine mit 20-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie, die die kahle Beschaffenheit der Oberfläche eines nach der vorliegenden Erfindung gemäß der Beschreibung in Beispiel 8 hergestellten Papierprodukts mit Glyoxal als Aldehydkomponente zeigt.

[0049] [Fig. 3B](#) ist eine mit 20-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie, die die kahle Beschaffenheit der Oberfläche eines nach der vorliegenden Erfindung gemäß der Beschreibung in Beispiel 9 hergestellten Papierprodukts mit Glyoxal und Stärke zum Verbessern der Nassfestigkeit des Papierprodukts zeigt.

[0050] [Fig. 4](#) ist eine mit 20-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie der Oberfläche eines Papierprodukts der Konkurrenz („Marke Ch“), das eine anfängliche Nassreißfestigkeit in Querrichtung von 81 g/3 Inch hat, jedoch eine haarige (keine kahle) Oberfläche aufweist.

[0051] [Fig. 5A](#) ist eine Mikrofotografie einer befeuchteten Papierprobe des Papierprodukts der Marke Ch, die das Pilling zeigt, das nach dreimaligem Reiben über eine Schweinsleder Oberfläche auftritt.

[0052] [Fig. 5A](#) ist eine Mikrofotografie des Schweinsleders, die die Papierkügelchen zeigt, die nach dreimaligem Reiben eines befeuchteten Papierprodukts der Marke Ch über die Schweinsleder Oberfläche zurück bleiben.

[0053] [Fig. 6A](#) ist eine Mikrofotografie eines gemäß vorliegender Erfindung hergestellten Papierprodukts, bei dem Glyoxal als Aldehydkomponente verwendet wird; sie zeigt, dass das Papierprodukt viermaliges Reiben über eine Schweinsleder Oberfläche ohne Pilling übersteht.

[0054] [Fig. 6B](#) ist eine Mikrofotografie des Schweinsleders nach viermaligem Reiben eines befeuchteten Papierprodukts, das gemäß vorliegender Erfindung unter Verwendung von Glyoxal als Aldehydkomponente hergestellt wurde; sie zeigt, dass die Schweinsleder Oberfläche sauber bleibt.

[0055] [Fig. 6C](#) ist eine Mikrofotografie eines Papierprodukts der vorliegenden Erfindung, bei dem Glyoxal und Stärke als Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit verwendet werden; sie zeigt, dass das Papierprodukt viermaliges Reiben über eine Schweinsleder Oberfläche ohne Pilling übersteht.

[0056] [Fig. 6D](#) ist eine Mikrofotografie des Schweinsleders nach viermaligem Reiben eines befeuchteten Papierprodukts, das gemäß vorliegender Erfindung unter Verwendung von Glyoxal und Stärke als Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit hergestellt wurde; sie zeigt, dass die Schweinsleder Oberfläche sauber bleibt.

[0057] [Fig. 7](#) ist ein Diagramm, das die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigt, die durch Aufbringen

von Glyoxal und Stärke auf ein einlagiges Papierprodukt erreicht werden.

[0058] [Fig. 8](#) ist ein Diagramm, das die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigt, die durch Aufbringen von Glyoxal und Stärke auf ein zweilagiges Papierprodukt erreicht werden.

[0059] [Fig. 9](#) ist ein Diagramm, das die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigt, die durch Aufbringen von Glyoxal und Stärke auf ein einlagiges Papierprodukt erreicht werden, gemessen als Finch Cup-Nassreißfestigkeit in Querrichtung vs. Zeit.

[0060] [Fig. 10](#) ist ein Diagramm, das die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigt, die durch Aufbringen von Glyoxal und Stärke auf ein zweilagiges Papierprodukt erreicht werden, gemessen als Finch Cup-Nassreißfestigkeit in Querrichtung vs. Zeit.

[0061] [Fig. 11](#) ist ein Diagramm, das zeigt, dass vorteilhafte Nassfestigkeitseigenschaften durch Aufbringen von Glyoxal und Stärke auf ein einlagiges Handtuch erreicht wurden.

[0062] [Fig. 12](#) ist ein Diagramm, das den Finch Cup-Zerfall des Papierprodukts der vorliegenden Erfindung mit herkömmlichen Papierprodukten vergleicht.

[0063] [Fig. 13](#) ist ein Diagramm, das die Weichheit des Papierprodukts der vorliegenden Erfindung mit herkömmlichen Papierprodukten vergleicht.

[0064] [Fig. 14](#) ist ein Diagramm, das die anfängliche Nassreißfestigkeit gemäß Finch Cup und den Dehnmol des gemäß vorliegender Erfindung hergestellten Papierprodukts mit herkömmlichen Papierprodukten vergleicht.

[0065] [Fig. 15](#) ist ein Diagramm, das die Nassreißfestigkeit gemäß Finch Cup und die Oberflächenreibung des Papierprodukts der vorliegenden Erfindung mit herkömmlichen Papierprodukten vergleicht.

[0066] [Fig. 16](#) ist eine Zeichnung, die die Stellen zeigt, an denen die ungeladene chemische Komponente beim Nasskrepfen gesprüht wird.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSBEISPIELE

[0067] Die gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellten Papierprodukte, z. B. Toilettenpapier und Tücher können auf jeder Papiermaschine mit herkömmlichen Siebkonfigurationen, wie beispielsweise der Langsieb-, der kombinierten, der Saugbrustwalzen- oder der Crescent-Former-Konfiguration, hergestellt werden. Die [Fig. 1](#) zeigt ein Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung, bei dem Maschinenbüten (0) zum Herstellen der Chargen verwendet werden. Die Chargen können mit Chemikalien unterschiedlicher Funktionalität behandelt werden, je nach den Eigenschaften der verschiedenen Fasern, insbesondere der Faserlänge und der Grobheit der Fasern. Die Chargen werden durch Rohre (40) und (41) transportiert, wo sie an den Auflaufkasten eines Crescent-Formers (10) abgegeben werden. [Fig. 1](#) enthält eine die Bahn bildende Seite oder nasse Seite mit einem flüssigkeitsdurchlässigen löchrigen Trägerelement (11), das jede beliebige herkömmliche Konfiguration haben kann. Das löchrige Trägerelement (11) kann aus jedem beliebigen bekannten Material konstruiert sein, darunter Photopolymergewebe, Filz, Gewebe oder eine Siebbasis aus gewobenen synthetischen Fäden, wobei an der Siebbasis eine sehr dünne Synthetikfasermatte angebracht ist. Das löchrige Trägerelement (11) ist auf herkömmliche Art und Weise auf Walzen gelagert, zu denen die Siebwalze (15) und die Gautschwalze oder Presswalze (16) gehören.

[0068] Ein Siebtuch, d. h. der Formsiebdraht (12) ist auf den Walzen (18) und (19) gelagert, die relativ zur Siebwalze (15) angeordnet sind, um die Bahn zu entwässern, und zwar in Verbindung mit dem Zusammenlaufen auf dem löchrigen Trägerelement (11) an der zylindrischen Siebwalze (15) in einem spitzen Winkel relativ zu dem löchrigen Trägerelement (11). Das löchrige Trägerelement (11) und der Formsiebdraht (12) bewegen sich mit der gleichen Geschwindigkeit in die gleiche Richtung, nämlich die Drehrichtung der Siebwalze (15). Der Formsiebdraht (12) und das löchrige Trägerelement (11) laufen auf einer Oberseite der Siebwalze (15) derart zusammen, dass sie einen keilförmigen Zwischenraum oder einen Spalt bilden, in den zwei Strahlen Wasser oder schaumig-flüssige Faserdispersion zwischen dem Formsiebdraht (12) und dem löchrigen Trägerelement (11) gebildet werden, um Flüssigkeit durch den Formsiebdraht (12) in einen Sammelbehälter (22) zu pressen, wo sie zur Wiederverwendung in dem Prozess gesammelt wird.

[0069] Eine nasse naszierende Bahn (W), die in dem Prozess gebildet wird, wird durch das löchrige Trägerelement (11) zu der Presswalze (16) getragen, wo die nasse naszierende Bahn (2) auf die Trommel eines Yankee-Trockners (26) überragen wird. Durch die Presswalze (16) wird Flüssigkeit aus der nassen Bahn (W) gepresst, wenn die Bahn auf die Trommel des Yankee-Trockners (26) übertragen wird, wo sie getrocknet und mittels einer Kreppl Klinge (27) gekreppt wird. Die fertige Bahn wird auf einer Aufnahmewalze (28) aufgerollt.

[0070] Eine Vertiefung (44) ist zum Sammeln von Wasser vorgesehen, das durch die Presswalze (15) und den Saugkasten (29) aus der naszierenden Bahn gequetscht wird. Das in der Vertiefung (44) gesammelte Wasser kann zur separaten Bearbeitung in eine Strömungsleitung (45) geleitet werden, um Fasern aus dem Wasser zu entfernen und ein Zurückleiten des Wassers zu der Papiermaschine (10) zu ermöglichen. Die Flüssigkeit wird aus der Charge in dem Sammelbehälter (22) gesammelt und durch die Leitung (24) durch einen Recycling-Prozess im Allgemeinen zur Maschinenbütte (50) zurückgeführt.

[0071] Das Entwässern der nassen Bahnen erfolgt vor der Trocknung mittels Wärmeeinwirkung, und zwar typischerweise unter Einsatz eines Entwässerungsmittels, das ohne Wärmeeinwirkung arbeitet. Der Schritt des Entwässerns ohne Wärmeeinwirkung wird gewöhnlich durch verschiedene Mittel zum mechanischen Komprimieren der Bahn ausgeführt, wie beispielsweise durch Saug-Kästen, Schlitzkästen, zusammenwirkende Presswalzen oder Kombinationen daraus. Zum Illustrieren des Verfahrens der vorliegenden Erfindung kann die Bahn entwässert werden, indem sie eine Reihe von Saug-Kästen und/oder Schlitzkästen durchläuft. Danach kann die Bahn weiter entwässert werden, indem sie den komprimierenden Kräften ausgesetzt wird, die durch ohne Wärmeeinwirkung arbeitende Entwässerungsmittel, wie zum Beispiel eine Siebwalze (15), gefolgt von einer Presswalze (16) ausgeübt wird, die mit einem mit Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenmittel (26) zusammenwirkt. Die Bahn kann von dem löchrigen Transportmittel (11) durch die ohne Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenmittel (12) und weiter zu der Presswalze (16) getragen werden, wo die Bahn bis zu einer Faserkonsistenz von mindestens ungefähr 5% bis zu ungefähr 50%, vorzugsweise von mindestens 15% bis zu ungefähr 45% und besser bis zu einer Faserkonsistenz von näherungsweise 40% entwässert worden ist.

[0072] Die entwässerte Bahn wird auf die Oberfläche von mit Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenmitteln gebracht, vorzugsweise auf einen mit Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenzylinder, wie z. B. einen Yankee-Trockenzylinder (26). Die Definition „Yankee“ umfasst alle großen gusseisernen Trockenzylinder, von denen einige mit Keramik überzogen sein können, auf denen unter anderem Handtücher, Toilettenpapier, Watte und Glanzpapier hergestellt werden. Die Durchmesser reichen typischerweise von 3–6 m (10–20 Fuß) und die Breiten können 7,6 m (300 Inch) erreichen. Ein typischer Durchmesser für eine Yankee-Trockentrommel (26) ist 3,7 m (12 Fuß). Geschwindigkeiten über 1830 m/min (6000 ft/min) bei Gewichten über 172 t (380000 Pfund) sind nicht ungewöhnlich. Die Trockner haben normalerweise eine zentrale Welle und sind durch zwei große Wälzlager auf Lagerzapfen gelagert. Dampf bis zu 11 bar (160 psig) (Code-Begrenzung für gusseiserne unbedeuerte Druckbehälter) wird durch den vorderen Lagerzapfen zugeführt und zusammen mit Kondensat durch den hinteren Lagerzapfen ausgelassen. Ein typischer Dampfdruck beträgt 8,6 bar (125 psig). Zumindest eine Presswalze (16), typischerweise zwischen 35 und 89 kg/cm (200 und 500 Pfund/Linearinch) belastet, wird eingesetzt, um die Bahn gleichmäßig gegen die Gehäusewand zu pressen. Die Bahn oder das Blatt wird einige Quadranten weiter von dem Trockner entfernt, nachdem es mit den für das gewünschte Papierprodukt typischen Eigenschaften versehen worden ist.

[0073] Das Haften der entwässerten Bahn auf der Zylinderfläche wird durch die auf die Bahn ausgeübte mechanische komprimierende Wirkung erleichtert, wobei allgemein eine oder mehrere Presswalzen (16) eingesetzt werden, die in Kombination mit den mit Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenmitteln einen Spalt bilden. Dadurch wird die Bahn in gleichmäßigeren Kontakt mit der mit Wärmeeinwirkung arbeitenden Trockenfläche gebracht.

[0074] Die Papierprodukte der vorliegenden Erfindung können durch jedes herkömmliche Papierherstellungsverfahren hergestellt werden, wie beispielsweise die in den US-Patenten Nr. 3,879,257, Nr. 3,903,342, Nr. 4,000,237, Nr. 3,301,746, Nr. 4,440, 597; 4, 894,118, Nr. 4, 883, 564, Nr. 3, 821, 068 und Nr. 3, 903, 342 beschriebenen Verfahren.

[0075] Die [Fig. 2](#) zeigt das Trocknen und Krepfen der Cellulose-Bahn zum Herstellen von Toilettenpapier und Papiertüchern. Sowohl einlagige als auch mehrlagige Tücher und Toilettenpapier können mit dem Verfahren nach vorliegender Erfindung hergestellt werden. Gemäß einem Ausführungsbeispiel des erfindungsgemäßen Verfahrens kann das Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit bei Position (51) direkt auf den Yankee-Zylinder (26) aufgebracht werden, bevor die Bahn auf diesen übertragen wird. Bei einem weiteren bevorzugten Ausführungsbeispiel kann das Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit von Position (52) und Position

(53) aus auf die Luftseite der Bahn oder auf die Yankee-Seite der Bahn aufgebracht werden. Falls Weichmacher verwendet werden sollen, so werden diese zweckmäßigerweise von Position (52) oder Position (53) aus auf die Luftseite der Bahn gesprüht, wie in [Fig. 2](#) dargestellt. Der Weichmacher/Debonder kann auch der Charge beigemischt werden. Es sei nochmals erwähnt, dass der Weichmacher, wenn der Charge Stärke beigemischt wird, nach Hinzufügen der Stärke beigemischt werden sollte, um die maximale Wirkung zu erzielen.

[0076] Leider garantiert das bloße Zugeben einer Menge an Aldehyd-Monomer oder Aldehyd-Polymer zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit zu herkömmlichen Chargen für Papierprodukte oder, wie in [Fig. 2](#) gezeigt, zu der Bahn oder auf den Yankee-Zylinder (26) weder, dass sich das Produkt für den Gebrauch in zuvor befeuchtem Zustand eignet, noch garantiert es, dass das Produkt so weich ist, dass es als Premium-Hygiene-papier für den normalen Hausgebrauch akzeptiert wird.

[0077] So lange das Papierprodukt nicht sowohl eine kahle Oberfläche als auch eine anfängliche normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung von zumindest ungefähr 10 g/cm (75 g/3 Inch), vorzugsweise 14 g/cm (105 g/3 Inch), idealerweise aber 18 g/cm (135 g/3 Inch) hat, wie durch den Finch Cup-Test (FCT) gemessen wird, wird bei dem Papierprodukt normalerweise Pilling auftreten oder das Produkt wird reißen, wenn man versucht, es in zuvor befeuchtem Zustand zu benutzen. Um ernsthafte Probleme im Rohrleitungssystem zu vermeiden und gleichzeitig sicher zu stellen, dass das Papierprodukt so gut spülbar ist, dass eine übermäßige Anzahl von Spülvorgängen zum Leeren der Toilettenschüssel vermieden wird, haben die Papierprodukte der vorliegenden Erfindung vorzugsweise eine normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung, die auf unter ungefähr 8 g/cm (60 g/3 Inch) Streifen, besser noch unter ungefähr 6 g/cm (45 g/3 Inch) Streifen fällt.

[0078] Selbst wenn genügend Nassfestharz beigemischt wird, um eine anfängliche normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung von über 10 g/cm (75 g/3 Inch) einzustellen, so garantiert das bloße Hinzufügen eines Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit nicht, dass das Papierprodukt bei Gebrauch in zuvor befeuchtem Zustand nicht reißt oder kein Pilling auftritt. Produkte, die auf Durchlufttrockengeräten hergestellt werden, haben typischerweise keine kahle Oberfläche, sondern haben eher das Aussehen der in [Fig. 4](#) dargestellten Papierprodukte der Marke Ch, die als „haarig“ oder „nicht kahl“ bezeichnet werden kann. Wie im folgenden gezeigt wird, können Papierprodukte mit einer haarigen Oberfläche eine normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung von gut über 10 g/cm (75 g/3 Inch) haben und beim Versuch, sie in zuvor befeuchtem Zustand zu benutzen, dennoch Knötchen bilden oder reißen.

[0079] Wir haben festgestellt, dass Papiere mit einer beträchtlichen Nassfestigkeit (über ungefähr 10 g/cm (75 g/3 Inch) normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung), die unter Anwendung der herkömmlichen Nasspresstechnik hergestellt werden, verglichen mit auf Durchlufttrockengeräten hergestellten Papieren meist eine sehr glatte kahle Oberfläche haben, besonders wenn das Papier kalendriert ist oder wenn die Entwässerung mit starker gleichmäßiger Komprimierung oder starkem gleichmäßigem Pressen erfolgt ist, wie es zwischen zwei Filzen geschieht oder wie es der Fall ist, wenn die Bahn einen Spalt durchläuft, insbesondere einen Spalt mit einer Saugpresse. Falls Zweifel bestehen, ob die Oberfläche eines Papiers kahl ist, wenn nur wenige kleine Fäserchen von der Oberfläche hervorstehen, so gilt für vorliegende Erfindung folgendes: Die Oberfläche wird als kahl betrachtet, wenn das Papier (i) im FCT gemessen eine normalisierte Nassfestigkeit von über 75 g/3 Inch hat, wie unten beschrieben, und (ii) viermaliges Reiben in nassem Zustand über feuchtes Schweinsleder übersteht, ohne Knötchen auf dem Schweinsleder zu hinterlassen.

[0080] Toilettenpapier und Tücher der vorliegenden Erfindung können in mehrlagigem oder in einlagigem Format hergestellt werden. Gewöhnlich gilt es als am einfachsten, nassgepresstes Papier der Premiumqualität zweilagig herzustellen, wobei zwei leichte Lagen mit der jeweils weicherer Seite jeder Lage nach außen zeigend aufeinander geprägt werden, doch sind auch einlagige Produkte mit den angegebenen Eigenschaften als im Rahmen der vorliegenden Erfindung liegend zu betrachten. Unser Verfahren eignet sich besonders zum Herstellen von einlagigen Tüchern mit hervorragenden Nassfestigkeitseigenschaften. Die ladungslosen Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit werden vorzugsweise durch Aufsprühen auf die Bahn vor der Presswalze (16) oder hinter der Presswalze (16), z. B. auf den Yankee-Zylinder (26) aufgebracht. Jedoch können auch Mittel zum Verbessern der Festigkeit wie kationische Stärken oder kationische Weichmacher/Debonder verwendet werden.

[0081] Gemäß einem Ausführungsbeispiel der vorliegenden Erfindung werden bei der Herstellung von Toilettenpapier vorzugsweise ungefähr 0,15 bis 2,0 Gew.-% Nassfestmittel (3 bis 40 Pfund des ungeladenen Nassfestmittels pro Tonne Fasern in der Charge) gesprüht; der bevorzugte Bereich für die Papierherstellung liegt bei 0,15 bis 1,75 Gew.-% Nassfestmittel (3 bis 35 Pfund Nassfestmittel pro Tonne Fasern in der Charge); und der beste Bereich liegt bei 0,25 bis 1,5 Gew.-% Nassfestmittel (5 bis 30 Pfund Nassfestmittel pro Tonne Fasern

in der Charge). Bei der Herstellung von Tüchern liegt der Bereich bei ungefähr 0,5–2,5 Gew.-% Nassfestmittel (10 bis 50 Pfund Nassfestmittel pro Tonne Fasern in der Charge); der bevorzugtere Bereich des Nassfestmittels liegt bei ungefähr 0,5–2,3 Gew.-% (10 bis 45 pro Tonne Fasern in der Charge); und der beste Bereich liegt bei 0,5–2,0 Gew.-% (10 bis 40 Pfund Nassfestmittel pro Tonne Fasern in der Charge).

[0082] Zusammen mit der ungeladenen chemischen Komponente kann kationische Stärke passend beige-mischt werden, um Produkte mit hervorragenden Nassfestigkeitseigenschaften herzustellen. Die Menge an zu-gefügter Stärke liegt vorzugsweise bei 0,05–0,75 Gew.-% (1 bis 15 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge); der bessere Bereich liegt bei ungefähr 0,05–0,6 Gew.-% (1 bis 12 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge); der beste Bereich liegt bei ungefähr 0,1–0,5 Gew.-% (2 bis 10 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge). Für die Her-stellung von Tüchern liegt die Menge an zugefügter Stärke vorzugsweise zwischen ungefähr 0,05–0,75 Gew.-% (1 bis 15 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge); der bessere Bereich liegt bei ungefähr 0,1–1,0 Gew.-% (2 bis 20 Pfund); und der beste Bereich liegt bei ungefähr 0,1–0,75 Gew.-% (2 bis 15 Pfund Stärke pro Tonne Fasern in der Charge).

[0083] Weichmacher werden bei der Herstellung von Toilettenpapier und Tüchern mit hoher Nassfestigkeit verwendet, um entweder die starke Reibung zu mildern, die sich durch Hinzufügen von Mitteln zum Verbessern der Festigkeit, wie zum Beispiel Stärke, ergibt, oder um sie als Mittel zum Verbessern der Nassfestigkeit in Kombination mit den Aldehyd enthaltenden ungeladenen chemischen Komponenten einzusetzen. Bei der Her-stellung von Toilettenpapier ist ein bevorzugter Bereich ungefähr 0,05–0,5 Gew.-% (1 bis 10 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge); der bessere Bereich ist ungefähr 0,05–0,35 Gew.-% (1 bis 7 Pfund Weichmacher pro Tonne Fasern in der Charge); der beste Bereich ist ungefähr 0,1–0,25 Gew.-% (2 bis 5 Pfund Weichmacher pro Tonne Fasern in der Charge). Bei der Herstellung von Tüchern mit hervorragenden Nassfestigkeitseigen-schaften ist der bevorzugte Bereich für das Hinzufügen von Weichmacher ungefähr 0,05–0,75 Gew.-% (1 bis 15 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge); der bevorzugte Bereich liegt bei ungefähr 0,05–0,6 Gew.-% (1 bis 12 Pfund); und der beste Bereich liegt bei ungefähr 0,1–0,5 Gew.-% (2 bis 10 Pfund Weichmacher pro Tonne Fasern in der Charge).

[0084] Bei einem Verfahren nach vorliegender Erfindung ist das Gewichtsverhältnis der Aldehyd enthaltenden ungeladenen chemischen Komponente zu dem Mittel zum Verbessern der Festigkeit, wie beispielsweise Stär-ke vorzugsweise ungefähr 1 : 1 bis ungefähr 8 : 1; besser ungefähr 1 : 1 bis ungefähr 7 : 1; und idealerweise ungefähr 1 : 1 bis ungefähr 6 : 1.

[0085] Bei einem Verfahren nach vorliegender Erfindung ist das Gewichtsverhältnis der Aldehyd enthaltenden ungeladenen chemischen Komponente zu dem Weichmacher/Debonder vorzugsweise ungefähr 2 : 1 bis un-gefähr 8 : 1; besser ungefähr 3 : 1 bis ungefähr 7 : 1; und idealerweise ungefähr 3 : 1 bis ungefähr 6 : 1. Wenn zusammen mit der Aldehyd enthaltenden ungeladenen chemischen Komponente als Mittel zum Verbessern der Festigkeit andere Komponenten, wie beispielsweise Stärke und Weichmacher/Debonder verwendet werden, liegt die bevorzugte Gesamtmenge aller drei Komponenten im Bereich von ungefähr 0,25 bis 3,25 Gew.-% (5 bis 65 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge) für die Herstellung von Toilettenpapier und bei ungefähr 0,60 bis 4,5 Gew.-% (12 bis 90 Pfund pro Tonne Fasern in der Charge) für die Herstellung von Tüchern. Der bessere Bereich für die Herstellung von Toilettenpapier ist ungefähr 0,25–2,5 Gew.-% (5 bis 50 Pfund der drei Additive pro Tonne Fasern in der Charge); der bessere Bereich für Tücher liegt bei ungefähr 0,65 bis 3,75 Gew.-% (13 bis 75 Pfund der drei Additive pro Tonne Fasern in der Charge); und der beste Bereich ist für Toilettenpapier ungefähr 0,45 bis 2,25 Gew.-% (9 bis 45 Pfund der drei Additive pro Tonne Fasern in der Charge) und für Tü-cher ungefähr 0,7 bis 3,25 Gew.-% (14 bis 65 Pfund der drei Additive pro Tonne Fasern in der Charge).

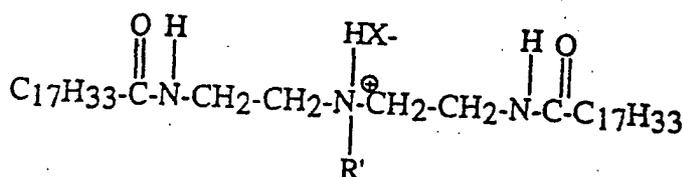
[0086] Das bevorzugte Verhältnis der Aldehyd enthaltenden ungeladenen chemischen Komponente zu dem Mittel zum Verbessern der Festigkeit und dem Weichmacher/Debonder ist ungefähr 8 : 1 : 1 bis ungefähr 2 : 2 : 1 für die Herstellung von Toilettenpapier. Das bessere Verhältnis ist ungefähr 3 : 1 : 1 bis ungefähr 35 : 12 : 7, und das beste Verhältnis ist ungefähr 5 : 2 : 2 bis ungefähr 6 : 2 : 1. Für Tücher ist der bevorzugte Bereich ungefähr 10 : 1 : 1 bis ungefähr 10 : 5 : 3, der bessere Bereich ist ungefähr 10 : 2 : 1 bis ungefähr 45 : 20 : 12, der beste Bereich ist ungefähr 5 : 1 : 1 bis ungefähr 8 : 3 : 2.

[0087] Eine Menge eines stickstoffhaltigen kationischen Weichmachers/Debonders wird optional wie in [Fig. 2](#) gezeigt vorzugsweise von Position (53) oder praktischerweise von Position (52) aus gesprüht. Unter besonde-ren Umständen ist es auch nützlich, die Weichmacher/Debonder der Charge beizumischen. Das von Quaker Chemical Corporation hergestellte QUASOFT® 202-JR ist der bevorzugte stickstoffhaltige kationische Weich-macher/Debonder. Dieser Weichmacher/Debonder kann zusammen mit den Mitteln zum Verbessern der Fes-tigkeit, wie Stärken, Aldehyd enthaltenden Stärken oder Aldehyd enthaltenden kationischen Stärken, wie bei-

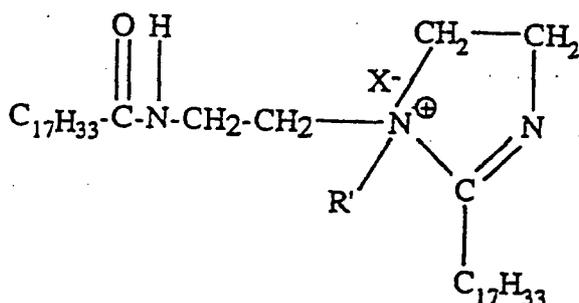
spielsweise Co-Bond®1000 verwendet werden, das in den vorstehend zitierten begleitenden US-Patentanmeldungen Seriennummer 08/210,836, eingereicht am 18. März 1994, und Seriennummer 08/401,690, eingereicht am 10. März 1995, offenbart ist.

[0088] Bei unserem Verfahren verwenden wir die ladungslosen Aldehyde und die Aldehyde enthaltenden ladungslosen Polyole, Polymere und zyklischen Harnstoffe oder eine Mischung daraus als Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit. Diese werden vor oder hinter der Presswalze (16) auf den Yankee-Zylinder (26) oder nach dem Kreppen zugegeben. Wenn der Charge Stärke beigemischt wird, werden optional auch kationische Weichmacher/Debonder der Charge beigefügt oder vor oder hinter der Presswalze (16) auf die Bahn gesprüht. Der Weichmacher wird gewöhnlich auf die Luftseite der Bahn gesprüht. QUASOFT® 202-JR ist eine Mischung aus zwei größeren Klassen von kationischen Verbindungen, die von Ölsäure und Diäthylenetriamin (DETA) abstammen.

Lineare Aminoamide
I) Diamid



Imidazoline (Zyklische Aminamide)
II) Diamid-Derivat



[0089] Von dem stickstoffhaltigen kationischen Weichmacher/Debonder nimmt man an, dass er ionisch an Cellulose haftet und dabei die Anzahl der verfügbaren Stellen für Wasserstoffbindungen reduziert, wodurch das Ausmaß der Bindungen zwischen Fasern abnimmt, wobei die Trockenfestigkeit stärker gemindert wird als die Nassfestigkeit.

[0090] Die vorliegende Erfindung kann mit einer bestimmten Klasse von Weichmacherstoffen verwendet werden – Amidoaminsalze, die von teilweise säureneutralisierten Aminen abstammen. Derartige Stoffe sind in US-Patent Nr. 4,720,383, Spalte 3, Zeilen 40–41 offenbart. Relevant sind auch die folgenden Artikel: Evans, Chemistry and Industry, 5. Juli 1969, S. 893–903; Egan, J. Am. Oil Chemist's Soc., Bd. 55 (1987) S. 118–121; und Trivedi et al., J. Am. Oil Chemist's Soc., Juni 1981, S. 754–756. Diese Artikel sind hier durch Bezugnahme eingeschlossen. Wie dort erwähnt, sind Weichmacher häufig nur als komplexe Mischungen und nicht als einzelne Verbindungen im Handel erhältlich. Vorliegende Besprechung konzentriert sich auf die vorherrschenden Sorten, es sei jedoch darauf hingewiesen, dass in der praktischen Anwendung gewöhnlich handelsübliche Mischungen verwendet werden.

[0091] QUASOFT® 202-JR ist ein geeignetes Weichmachermaterial, das durch Alkylierung eines Kondensationsprodukts aus Ölsäure und Diäthylenetriamin hergestellt werden kann. Synthesebedingungen, die ein Mindergewicht eines Alkylierungsmittels (z. B. Diäthylsulfat) und nur einen Alkylierungsschritt, gefolgt von einer pH-Einstellung zum Protonieren der nicht äthylierten Sorte verwenden, ergeben ein Gemisch bestehend aus einer kationischen äthylierten und einer kationischen nicht äthylierten Sorte. Ein kleinerer Anteil (z. B. ungefähr 10%) der entstehenden Amidoamine bilden durch Ringbildung Imidazolinverbindungen. Da nur die Imidazolinanteile dieser Stoffe quartäre Ammoniumverbindungen sind, sind die Zusammensetzungen als Ganzes pH-empfindlich. Bei der praktischen Anwendung der vorliegenden Erfindung mit dieser Chemikalienklasse sollte daher der pH-Wert in der Maschinenbütte ungefähr 6 bis 8, vorzugsweise 6 bis 7 und am besten 6,5 bis 7 betragen.

[0092] Quartäre Ammoniumverbindungen, wie Dialkyl-Dimethyl quartäre Ammoniumsalze eignen sich auch besonders dann, wenn die Alkylgruppen ungefähr 14 bis 20 Kohlenstoffatome enthalten. Diese Verbindungen haben den Vorteil, dass sie relativ unempfindlich gegenüber dem pH-Wert sind.

[0093] Biologisch abbaubare Weichmacher als solche können verwendet werden. Die meisten biologisch abbaubaren Weichmacher sind kationisch, doch die in dem US-Patent 5,354,425 offenbarten sind ladungslos und müssen von den Positionen **51**, **52** oder **53** entsprechend [Fig. 2](#) aus gesprüht werden.

[0094] Repräsentative biologisch abbaubare kationische Weichmacher/Debonder sind in den US-Patenten 5,312,522; 5,415,737; 5,262,007; 5,264,082; und 5,223,096 offenbart. Diese Verbindung sind biologisch abbaubare Diester von quartären Ammoniumverbindungen, quaternisierte Amin-Ester, auf biologisch abbaubarem Pflanzenöl basierende Ester, die mit quartären Ammoniumverbindungen aktiv sind. Diester-Dioleoyldimethyl-Ammoniumchlorid und Diester-Dierucyldimethyl-Ammoniumchlorid sind repräsentative biologisch abbaubare Weichmacher.

[0095] Der zum Behandeln der Bahn eingesetzte Weichmacher wird in einem Maß verwendet, das ausreicht, um dem Papierprodukt einen fühlbaren Grad an Weichheit zu verleihen, doch unter einer Menge liegt, die beträchtliche Probleme hinsichtlich Verarbeitbarkeit und Blatfestigkeit des fertigen Verkaufsprodukts verursachen würde. Die Menge an eingesetztem Weichmacher, auf 100% aktiver Basis, reicht vorzugsweise von ungefähr 0,5 Pfund pro Tonne Papierbrei bis zu ungefähr 10 Pfund pro Tonne Papierbrei, besser von ungefähr 1 bis ungefähr 5 Pfund pro Tonne, während eine Menge von ungefähr 1 bis ungefähr 3 Pfund pro Tonne am besten ist. In einigen Fällen kann die Verwendung von nicht quartären Verbindungen zu Ablagerungen im Rohrleitungssystem der Papiermaschine führen. Aus diesem Grund werden die quartären Verbindungen gewöhnlich bevorzugt.

[0096] Um dazu beizutragen, die Weichheit des Blattes in den Premium-Bereich oder in die Nähe des Premium-Bereichs zu bringen, haben wir herausgefunden, dass es wünschenswert ist, das Strahl/Sieb-Verhältnis zu variieren, um das Blatt ein wenig quadratischer zu machen als wir es normalerweise bei der Herstellung von nassgepresstem Papier verwenden. Wie bereits erwähnt, regulieren wir bei der Herstellung von herkömmlichem nassgepresstem Papier das Strahl/Sieb-Verhältnis so, dass das Verhältnis der Trockenreißfestigkeit in Maschinenrichtung zur Trockenreißfestigkeit in Querrichtung des Basisblattes (vor Umformen und Prägen) ungefähr 2,5 beträgt. Für Papiere der vorliegenden Erfindung bevorzugen wir die Verwendung eines Strahl/Sieb-Verhältnisses, das ein Basisblatt mit einem Verhältnis der Trockenreißfestigkeit in Maschinenrichtung zur Trockenreißfestigkeit in Querrichtung von ungefähr 1,6 bis ungefähr 2,1, vorzugsweise von ungefähr 1,8 bis ungefähr 1,9 erzeugt.

[0097] Auch bevorzugen wir, die Bahn stärker zu krepfen als wir es normalerweise tun. Bei herkömmlichem Papier verleihen wir dem Papier zum Beispiel normalerweise 18–20% Krepp, wenn es von dem Yankee-Zylinder (**26**) gekreppelt wird. Für die Papiere der vorliegenden Erfindung bevorzugen wir es, Krepp von zumindest ungefähr 22%, vorzugsweise von zumindest ungefähr 23–24% zu verleihen. Gewöhnlich ist kein Weichmacher/Debonder erforderlich, wenn ungeladene Aldehyde, Polyole und wasserlösliche Polymere und zyklische Harnstoffe der Bahn wie in [Fig. 2](#) dargestellt beigefügt werden. Zum Einstellen der Eigenschaften bestimmter Papierprodukte kann kationische Stärke oder kationischer Weichmacher verwendet werden. Wenn größere Mengen an Stärke optional beigefügt werden, kann auch der kationische Weichmacher/Debonder beigefügt werden, um den Dehnmodul innerhalb annehmbarer Grenzen zu halten.

[0098] Die Menge des dem Papierprodukt beigefügten Aldehyd enthaltendem wasserlöslichen Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit/der Stärke und des Weichmacher/Debonders wird vorzugsweise so reguliert, dass man ein Verhältnis der Nassreißfestigkeit zur Trockenreißfestigkeit in Querrichtung von über 18% erhält. Ein besserer Bereich dieses Verhältnisses ist über mindestens 20%, ein noch besserer Bereich über ungefähr 22% und ein wieder besserer ungefähr 23 bis 24%. Am besten sollte das Verhältnis über 24% liegen. Dieses bevorzugte Verhältnis kann ohne die Beigabe von Stärken oder Weichmachern/Debondern erreicht werden, es kann jedoch auch erreicht werden, wenn kationische Stärke oder kationischer Weichmacher/Debonder oder eine Kombination daraus verwendet werden.

[0099] Bevorzugte Papierprodukte der vorliegenden Erfindung haben eine angenehme Oberfläche, wie der GM MMD von unter ungefähr 0,26, der wie unten beschrieben gemessen wird, und ein Dehnmodul von unter ungefähr 32 g/% Dehnung, vorzugsweise von unter ungefähr 28 g/% Dehnung zeigen, der gemäß dem beschriebenen Verfahren zum Messen der Reißfestigkeit bestimmt wird.

[0100] Die [Fig. 3A](#) und [Fig. 3B](#) sind mit 20-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografien der Oberfläche von Papieren, die gemäß vorstehender Erfindung entsprechend der Beschreibung in den Beispielen 8 und 9 hergestellt wurden, und zeigen die kahle Beschaffenheit der Oberfläche von Papieren der vorliegenden Erfindung. Die [Fig. 3A](#) zeigt die Oberfläche eines Papiers mit Glyoxal als Aldehydkomponente, und [Fig. 3B](#) zeigt ein Papier, dem sowohl Glyoxal als auch kationische Stärke beigegeben wurden.

[0101] Toilettenpapiere und Tücher der vorliegenden Erfindung sind sehr widerstandsfähig gegen Nassabrieb, weswegen sie in vor Gebrauch befeuchtetem Zustand für eine effektive Reinigung verwendbar sind. Um festzustellen, wie widerstandsfähig ein Toilettenpapier oder ein Tuch gegen Nassabrieb ist, und um zu messen, wie stark das Pilling ist, wenn ein befeuchtetes Toilettenpapier oder Tuch nass gemacht und gerieben wird, führen wir den folgenden Test unter Verwendung eines Sutherland Rub Testers durch, um Toilettenpapier oder Tuch reproduzierbar über eine Schweinslederfläche zu reiben, was als guter Ersatz für menschliche Haut erachtet wird, wobei die Ähnlichkeit in US-Patent 4,112,167 angesprochen wird. Vier Blätter Toilettenpapier oder Tuch werden von einer Papierrolle abgetrennt. Die Blätter werden so gestapelt, dass die Maschinenrichtung bei jedem Blatt jeweils parallel zu der Maschinenrichtung der anderen Blätter ist. Mit einer Papierschneidmaschine werden die Blätter in 5 cm (2 Inch) breite und 11,4 cm (4,5 Inch) lange Proben geschnitten.

[0102] Ein Schweinsleder wird über die Reibfläche eines Sutherland Rub Testers gespannt, der in dem US-Patent Nr. 2,734,375 beschrieben ist. Das Schweinsleder wird vorbereitet, indem ein Nebel aus entmineralisiertem Wasser mit neutralem pH-Wert aus einer Nebelsprühflasche gesprüht wird, bis das Schweinsleder gesättigt ist. Dabei ist jedoch darauf zu achten, dass kein überschüssiges Wasser oder Pfützen auf der Oberfläche des Schweinsleders zurückbleiben. Ein Schwamm wird in einer Schale angeordnet, und die Schale wird mit $\frac{3}{4}$ Inch entmineralisiertem Wasser mit neutralem pH-Wert gefüllt. Auf dem Schwamm wird eine weiche Löscherunterlage positioniert.

[0103] Eine Probe wird zwischen zwei Klemmen an beiden Enden eines durchsichtigen Reibklotzes aus Plexiglas eingeklemmt, der sich lösbar an dem beweglichen Arm des Sutherland Rub Testers befestigen lässt. Dabei sind die Klemmen so positioniert, dass sie das zu testende Blatt gegen die Reibfläche des Klotzes halten, indem die Probe um den unteren Teil des Klotzes gewickelt ist, wobei die Maschinenrichtung der Probe parallel zur Bewegungsrichtung des Arms ist. Der Reibklotz mit der Probe wird auf die weiche Fläche der Löscherunterlage gelegt. Durch den transparenten Reibblock wird die Probe aufmerksam beobachtet, bis die Probe mit Wasser gesättigt ist. Dann wird der Reibklotz mit der Probe von der Löscherunterlage weg genommen. Zu diesem Zeitpunkt hängt die Probe durch, da sie sich durch das Befeuchten ausdehnt. Der Durchhang wird beseitigt, indem eine Klemme an dem Reibklotz geöffnet wird, wodurch der Prüfer das überschüssige Material vorsichtig in die Klemme bewegen kann und dabei den Durchhang beseitigt. Danach kann die Probe wieder so fest geklemmt werden, dass sie auf die Unterseite des Reibklotzes passt, d. h. die Länge des nassen Materials entspricht dem Abstand zwischen den beiden Klemmen.

[0104] Der Sutherland Rub Tester wird auf die gewünschte Anzahl Durchgänge eingestellt. Das Schweinsleder wird durch dreimaliges Benebeln mit Wasser aus der Sprühflasche befeuchtet. Wenn das Wasser in das Schweinsleder absorbiert ist und keine Pfützen vorhanden sind, wird der durchsichtige Reibklotz mit der Probe an dem Arm des Sutherland Rub Testers befestigt, und die Probe wird mit dem Schweinsleder in Kontakt gebracht. Nach dem Aktivieren wird die Probe für die vorbestimmte gewünschte Anzahl Durchgänge gegen das Schweinsleder gerieben. Normalerweise verstreichen nur wenige Sekunden, Idealerweise weniger als ungefähr 10 Sekunden zwischen dem ersten Befeuchten des Papiers und dem Aktivieren des Sutherland Rub Testers. Danach wird die Probe von dem Sutherland Rub Tester abgenommen und ausgewertet, um den Zustand der Probe zu bestimmen, insbesondere um festzustellen, ob Pilling, Zerreißen oder Bildung von Kügelchen auf dem Reibklotz aufgetreten ist. Danach werden die Oberfläche des Schweinsleders und der Reibklotz zur Vorbereitung für die nächste Probe gereinigt.

[0105] Der Einfachheit halber definieren wir eine Größe, die wir "Nassabriebsfestigkeitszahl" (oder WARN; vom engl. Wet Abrasion Resistance Number) nennen, als die Anzahl der Reibvorgänge, die die Probe bei diesem Test übersteht, bevor Pilling auf dem Schweinsleder beobachtet wird. Für vorliegende Erfindung bevorzugen wir Strukturen mit einer Nassabriebsfestigkeitszahl von mindestens ungefähr 4, vorzugsweise mindestens ungefähr 8. Für Tuchprodukte bevorzugen wir eine Nassabriebsfestigkeitszahl von mindestens ungefähr 8, vorzugsweise mindestens ungefähr 15.

[0106] Die [Fig. 4](#) ist eine mit 20-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie der Oberfläche eines als Marke Ch bezeichneten Papierprodukts, die die haarige oder nicht kahle Oberfläche des Papierprodukts der Marke Ch zeigt, von der viele Fasern abgehen. Wenn das Papierprodukt der Marke Ch zuvor befeuchtet

und dann gerieben wird, tritt schnell Pilling auf, so dass man folgendes sagen kann: Zwar kann der Verbraucher das Produkt in trockenem oder sogar in leicht feuchtem Zustand einigermaßen gut zum Reinigen des Perineums und der angrenzenden Körperregionen verwenden, doch wenn das Papier der Marke Ch vor Gebrauch befeuchtet und dann zum Reinigen dieser Regionen verwendet wird, neigt die Oberfläche des Papiers zum Pilling oder zum Bilden kleiner Kügelchen, die mitunter schwer zu beseitigen sind, was den Zweck des Gebrauchs des Produkts in zuvor befeuchtem Zustand zumindest teilweise nichtig macht. Häufig reißt das Papier, wenn es in zuvor befeuchtem Zustand benutzt wird.

[0107] Die [Fig. 5A](#) ist eine mit 6-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie eines befeuchteten Papiers der Marke Ch, das gemäß dem vorstehend beschriebenen Testverfahren auf dem Sutherland Rub Tester getestet wurde, wobei das befeuchtete Papier lediglich drei Mal über das Schweinsleder gerieben wurde. Wie aus [Fig. 5A](#) hervorgeht, zeigte das Papier der Marke Ch nach diesem Testverfahren erhebliches Pilling und bildete viele Papierkügelchen. Bei diesem Test neigt das Papier der Marke Ch häufig zum Reißen oder Zerfetzen, noch bevor vier Reibvorgänge durchgeführt worden sind.

[0108] Die [Fig. 5B](#) ist eine Fotografie des Schweinsleders nachdem das befeuchtete Papier der Marke Ch mit dreimaligem Reiben gemäß dem oben beschriebenen Testverfahren auf dem Sutherland Rub Tester getestet wurde. Die Aufnahme zeigt erhebliche Verschmutzung durch exzessives Pilling und die Bildung von Kügelchen, die nach Beendigung des Tests zurückbleibt.

[0109] Die [Fig. 6A](#) ist eine Fotografie eines befeuchteten Papiers der vorliegenden Erfindung, das gemäß dem oben beschriebenen Testverfahren auf dem Sutherland Rub Tester getestet wurde, wobei das befeuchtete Papier vier Mal über das Schweinsleder gerieben wurde. Nach Beendigung des Tests zeigte das Papier nach vorliegender Erfindung kein Pilling, kein Reißen und kein Bilden von Papierkügelchen.

[0110] Die [Fig. 6B](#) ist eine Fotografie des Schweinsleders nachdem das befeuchtete Papier gemäß vorliegender Erfindung dem oben beschriebenen Test unterzogen wurde. Wie aus einem Vergleich der [Fig. 5B](#) und [Fig. 6B](#) hervorgeht, blieb das Schweinsleder nach dem Test des Papiers der vorliegenden Erfindung sauber, während die Oberfläche des Schweinsleders nach dem Test des Papiers der Marke Ch mit von dem Papier abgelösten Kügelchen übersät war.

[0111] Die [Fig. 6C](#) und [Fig. 6D](#) sind Fotografien des Papiers bzw. des Schweinsleders nach dem oben beschriebenen Testen des Papiers nach vorliegender Erfindung auf dem Sutherland Rub Tester, wobei bei dem Papier sowohl Glyoxal-Aldehyd als auch Stärke verwendet wurden. Nach Beendigung des Tests zeigte das Papier nach vorliegender Erfindung kein Pilling, kein Reißen und kein Bilden von Papierkügelchen.

[0112] Die [Fig. 7](#) und [Fig. 8](#) sind Diagramme, die die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigen, die man durch die Anwendung von Glyoxal und Stärke auf einlagiges und zweilagiges Toilettenpapier erhält. Die Stärke kann sowohl Amylose- als auch Amylopektin-Komponenten enthalten. Das Verhältnis Amylose zu Amylopektin ist ungefähr 1 zu 99 bis ungefähr 99 zu 1. Redibond enthält ungefähr 99 bis 100% Amylopektin und 1 bis 0% Amylose, normale Stärke enthält ungefähr 80% Amylopektin und 20% Amylose.

[0113] Die [Fig. 9](#) und [Fig. 10](#) sind Diagramme, die die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften zeigen, die man durch die Anwendung von Glyoxal und Stärke auf einlagiges und zweilagiges Toilettenpapier erhält. Diese Eigenschaften sind die durch das Finch Cup-Verfahren gemessene Nassreißfestigkeit in Querrichtung, aufgetragen gegen die Zeit.

[0114] Die wichtigsten Nassfestmittel bei vorliegender Erfindung sind Dialdehyd, Aldehydkomponenten enthaltende Polyole, wasserlösliche Polymere und zyklische Harnstoffe, die vor oder hinter der Presswalze (16) auf die Bahn aufgebracht werden. Beim Erzeugen der gewünschten Papiereigenschaften kann jedoch auch Stärke als Mittel zum Verbessern der Festigkeit verwendet werden. Wenn Aldehyd enthaltende kationische Stärken, wie beispielsweise Co-Bond[®]1000 verwendet werden, erfolgt das Begeben vorzugsweise zu dem Weichholz-Kraftstoff oder der Mischung aus Weichholz und Recycling-Faserstoff nach dem Zubereiten der Charge in der Maschinenbütte. Dadurch, dass die längeren Cellulosefasern in dem Weichholz-Kraftstoff mit der Stärke reagieren können, kann die temporäre Nassfestigkeit in den gewünschten Bereich gebracht werden. Bei einem bevorzugten Ausführungsbeispiel wird die Stärke zuerst mit den Weichholzfasern in Kontakt gebracht, während die Hartholzfasern zuerst mit dem kationischen stickstoffhaltigen Weichmacher/Debonder in Kontakt gebracht werden. Bei einem alternativen Ausführungsbeispiel kann die Aldehyd enthaltende kationische Stärke zuerst der Gesamtcharge beigemischt werden, und der kationische stickstoffhaltige Weichmacher/Debonder kann zugefügt werden, nachdem die Stärke Zeit hatte, mit der Charge zu reagieren. Bei einem

Verfahren der vorliegenden Erfindung, bei dem die Nassfestmittel, wie wasserlösliche Dialdehyde und Aldehydkomponenten enthaltende Polyole und zyklische Harnstoffe der Bahn vor oder hinter der Presswalze (16) zugefügt werden, ist dagegen die Stelle, an der die kationische Stärke beigefügt wird, nicht von Bedeutung, so lange sie der Charge zugegeben wird. In einigen Fällen sollte sie nicht an der gleichen Stelle zugegeben werden, an der der kationische Weichmacher/Debonder beigefügt wird.

[0115] Die [Fig. 11](#) ist ein Diagramm, das die vorteilhaften Nassfestigkeitseigenschaften nach Hinzufügen von Glyoxal und Stärke beim Herstellen des Tuchs zeigt.

[0116] Marke Ch ist ein Toilettenpapier der Premiumqualität, das zur Zeit in den meisten Läden erhältlich ist. Das Papier enthält offensichtlich ein Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit, das aus kationischer Aldehyd enthaltender Stärke besteht. Patentnummern auf der Papierverpackung legen jedoch nahe, dass das Papier mittels eines Durchlufttrocknungsverfahrens hergestellt wird. Auch scheint die Struktur des Papiers für Durchlufttrocknung zu sprechen, insbesondere da die äußere Oberfläche, wie in [Fig. 4](#) dargestellt, mit einer großen Anzahl hervorstehender Fasern bedeckt ist. Wie oben erwähnt: Bei Versuchen, das Papier der Marke Ch in zuvor befeuchtetem Zustand zu benutzen, trat Pilling auf oder das Papier zerriss und erzeugte beim Reiben kleine Faserkügelchen. Somit besitzt das Papier der Marke Ch zwar eine gewisse anfängliche Nassreißfestigkeit in Querrichtung, doch würde man dieses spezielle Produkt für den Gebrauch in zuvor befeuchtetem Zustand normalerweise nicht als wünschenswert erachten.

[0117] Marke Q ist ein Toilettenpapier der Premiumqualität, das von der Halterin der vorliegenden Erfindung hergestellt wird und zur Zeit in den meisten Läden erhältlich ist. Dieses spezielle Papier enthält kein Nassfestharz, weswegen sowohl die anfängliche als auch die auf die Dauer gesehene Nassreißfestigkeit in Querrichtung recht niedrig ist.

[0118] In den [Fig. 12](#) und [Fig. 13](#) werden die Eigenschaften der Marke Ch und der Marke Q mit den Eigenschaften des Papiers der vorliegenden Erfindung verglichen. Die am meisten bevorzugte anfängliche Nassreißfestigkeit in Maschinenquerrichtung für ein Papier der vorliegenden Erfindung liegt ungefähr über 21 g/cm (160 g/3 Inch), wenn das Papier nach fünfsekündigem Eintauchen in eine Finch Cup-Testvorrichtung gezogen wird; ein geeigneter Bereich liegt bei ungefähr 20–22 g/cm (150–170 g/3 Inch). Innerhalb 10 Minuten nach dem Eintauchen sinkt die Nassreißfestigkeit in Querrichtung auf ungefähr die Hälfte des anfänglichen Werts. Im Laufe der Zeit verliert sich die Nassreißfestigkeit in Querrichtung.

[0119] Für ein nach der vorliegenden Erfindung hergestelltes Toilettenpapier sollte die anfängliche normalisierte Nassreißfestigkeit in Querrichtung zumindest ungefähr 10 g/cm (75 g/3 Inch) betragen, wenn ein Toilettenpapier in eine Finch Cup-Testvorrichtung eingetaucht und nach 5 Sekunden gezogen wird. Für spülbare Tücher beträgt die anfängliche normalisierte Nassreißfestigkeit in Querrichtung vorzugsweise mindestens ungefähr 33 g/cm (250 g/3 Inch). Besser ist es, wenn die anfängliche normalisierte Nassreißfestigkeit in Querrichtung bei Tüchern mehr als 52 g/cm (400 g/3 Inch) beträgt, und Idealerweise liegt sie über 66 g/cm (500 g/3 Inch). Nach Eintauchen in Wasser für eine Dauer von zehn Minuten sollte die Nassreißfestigkeit in Querrichtung für Tücher auf weniger als ungefähr die Hälfte des anfänglichen Werts fallen.

[0120] Die [Fig. 14](#) und [Fig. 15](#) zeigen, dass das Toilettenpapier der vorliegenden Erfindung von allen Produkten auf dem Markt die beste anfängliche Nassfestigkeit hat und doch sehr weich ist, wie der Dehnmodul von unter 23 g/% Dehnung und die Oberflächenreibung von unter 0,15 GM MMD zeigen.

[0121] Das Nasskreppverfahren ist in [Fig. 16](#) dargestellt. Bei diesem Verfahren wird das Papierblatt (67) unter Verwendung einer Kreppklinge (68) von dem Yankee-Trockner (26) gekrepppt. Der Feuchtigkeitsgehalt der die Kreppklinge (68) berührenden Bahn liegt gewöhnlich zwischen 15 und 85 Prozent, vorzugsweise zwischen 35 und 75 Prozent. Nach dem Kreppvorgang wird das Trocknen unter Verwendung eines oder mehrerer Dampf geheizter Lufttrockner (66a–66f) vollendet. Diese Trockner werden eingesetzt, um den Feuchtigkeitsgehalt auf den gewünschten endgültigen Pegel zu senken, der vorzugsweise bei 2 bis 8 Prozent liegt. Das vollständig getrocknete Blatt wird dann auf eine Rolle (69) gewickelt. Das Mittel zum Einstellen der Nassfestigkeit wird an den Stellen 57, 59, 60, 61, 62, 63, 64 und 65 gesprüht.

[0122] Wenn aliphatische Dialdehyde wie Glyoxal als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit verwendet werden, um die temporären Nassfestigkeitseigenschaften nach dem Befeuchten jedoch vor dem Gebrauch zu verbessern, bevorzugt man die Verwendung der ungeladenen Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit in Kombination mit herkömmlichen kationischen Stärken, die Mischungen aus Amylose und Amylopektin sind.

[0123] Vorteilhafte Nassfestigkeitseigenschaften werden für Toilettenpapier erreicht, wenn bestimmte aliphatische Aldehyde, wie Glyoxal, zyklische Harnstoffe oder Glyoxal enthaltende Polyole bei einer raffinierten Charge verwendet werden. Stärke muss nicht eingesetzt werden, wenn die Charge raffiniert ist, ist jedoch nützlich, wenn unraffinierte Charge verwendet wird.

[0124] Für unser Verfahren eignen sich die herkömmlichen Papierherstellungsfasern. Wir verwenden Weichholz-, Hartholz-, chemischen Faserstoff aus Weichholz- und/oder Hartholzschnitzeln, die durch Sulfat-, Sulfit-, Sulfidaufschluss oder andere chemische Aufschlussverfahren zu Fasern freigesetzt werden. Mechanischer Faserstoff wurde durch mechanische Behandlung von Weichholz- und/oder Hartholzschnitzeln, Recyclingfasern und gemahlene Fasern erzeugt.

[0125] Zu den Papierherstellungsfasern zum Bilden der weichen saugfähigen Produkte der vorliegenden Erfindung gehören Cellulose-Fasern, die gewöhnlich als Zellstofffasern bezeichnet und in dem Aufschlussverfahren aus Weichhölzern (Gymnospermen oder Nadelbäumen) und Harthölzern (Angiospermen oder Laubbäumen) gewonnen werden. Die einzelnen Bäume und Aufschlussverfahren zum Gewinnen der Tracheide sind für den Erfolg der vorliegenden Erfindung nicht ausschlaggebend. Cellulosefasern von verschiedenen Materialquellen können zum Bilden der Bahn der vorliegenden Erfindung verwendet werden, darunter Nichteichholzfasern, die aus Sabaigras, Reisstroh, Bananenblättern, Papiermaulbeerholz (d. h. Bastfaser), Manilahanf, Ananasblättern, Espartograssblättern gewonnen werden, und Fasern aus der Gattung der Hesperolae der Familie der Agavaceae. Auch Recyclingfasern, die jegliche der obigen genannten Faserquellen in unterschiedlichen Anteilen enthalten können, können bei vorliegender Erfindung verwendet werden.

[0126] Die Papierherstellungsfasern können durch jedes der zahlreichen dem Fachmann bekannten chemischen Aufschlussverfahren aus ihrem Quellmaterial gewonnen werden, darunter der Sulfat-, der Sulfit-, der Polysulfit-, und der Soda-Aufschluss usw. Falls gewünscht, kann der Faserstoff durch chemische Mittel wie Chlor, Chlordioxid, Sauerstoff usw. gebleicht werden. Ferner können die Papierherstellungsfasern durch jedes der zahlreichen dem Fachmann bekannten mechanischen Aufschlussverfahren aus ihrem Quellmaterial gewonnen werden, zu denen mechanischer Aufschluss, thermomechanischer Aufschluss und chemothermomechanischer Aufschluss gehören. Diese mechanischen Faserstoffe können, falls gewünscht, durch eine Anzahl bekannter Bleichverfahren gebleicht werden, darunter Bleichen mit Alkaliperoxyd und Bleichen mit Ozon.

[0127] Am Allgemeinen variiert bei unserem Verfahren das Verhältnis von Hartholz zu Weichholz von 0 zu 100% bis 100 zu 0%. Der bevorzugte Bereich für Hartholz zu Weichholz ist ungefähr 20 zu 80 bis ungefähr 80 zu 20; der ideale Bereich für Hartholz liegt bei ungefähr 40 bis ungefähr 80 Prozent der Charge und der für Weichholz bei ungefähr 60 bis ungefähr 20 Prozent der Charge.

[0128] Je nach Grundgewicht der Charge und je nach den herkömmlichen Arbeitsschritten, die auf die Bahn angewendet werden, kann das Papierprodukt als Toilettenpapier, als Tuch, als Gesichtstuch, als Serviette oder als Babytuch verwendet werden.

BEISPIELE

[0129] Die folgenden Beispiele erläutern die praktische Umsetzung der vorliegenden Erfindung. Der Fachmann versteht, dass diese Beispiele die vorliegende Erfindung nicht einschränken, die in den beigefügten Ansprüchen definiert ist.

Beispiel 1

[0130] Bei den Beispielen 2 bis 30 lagen die folgenden Maschinenbedingungen vor:

[0131] Eine Charge aus 50 Prozent Kraftstoff aus Weichholz aus südlichen Regionen und 50 Prozent Kraftstoff aus Hartholz aus südlichen Regionen wurde zubereitet. Wasserlöslicher Dialdehyd als Harz zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit wurde der Bahn wie in den einzelnen Beispielen angegeben zugefügt. In den Fällen, in denen Stärke verwendet wurde, wurde sie der Charge beigemischt. Der pH-Wert in der Maschinenbütte lag zwischen 6,5 und 7,5, genauer gesagt zwischen 6,5 und 7,0. Die Papiermaschine war als Crescent-Former mit einem Yankee-Trockner von 3,7 m (12 Fuß) konfiguriert, der mit einer Geschwindigkeit von 16,5 m/s (3252 Fuß pro Minute) arbeitete.

[0132] Durch Kalandrieren wurde die Dicke auf ungefähr 0,74–0,89 mm (29–35 Mil) pro acht Blatt, vorzugsweise auf 0,79–0,84 mm (31–33 Mil) geregelt. Zwei Basisblätter wurden Luftseite auf Luftseite zusammen ge-

prägt, um ein zweilagiges Toilettenpapier mit dem in dem jeweiligen Beispiel angegebenen Grundgewicht zu erzeugen. Auch ein einlagiges Toilettenpapier wurde hergestellt. Der Rollenkrepp betrug bei diesen Beispielen 23%. Der Feuchtigkeitsgehalt betrug 4%. Die Schrägung der Kreppklinge betrug 0° und der Kreppwinkel betrug 73°. Bei all diesen Beispielen wurde als Krepp-Klebstoff HOUGHTON® 8296 Epichlorhydrin und als Trennmittel HOUGHTON® 8302, Weichmacher oder Phosphat-Schaumerzeuger verwendet.

Beispiele 2, 3, 4 und 5

[0133] Die Beispiele 2, 3, 4 und 5 zeigen die bevorzugte Vorgehensweise zum Besprühen der Bahn mit dem Dialdehyd.

[0134] Bei diesen Beispielen entsprachen die Verfahrensbedingungen denen von Beispiel 1, außer dass bei Beispiel 2 dem Blatt kein Glyoxal zugefügt wurde, während bei den Beispielen 3, 4 und 5 1,0 Gew.-% Glyoxal (zwanzig Pfund Glyoxal pro Tonne Fasern in der Charge) entweder bei Position (53) vor der Presswalze (16), wie es bei Beispiel 3 der Fall war, oder bei Position (52) hinter der Presswalze (16), wie bei Beispiel 4 gezeigt, oder aber, wie bei Beispiel 3 gezeigt, bei Position (51) direkt auf die Trockenfläche des Yankee-Trockners (26) gesprüht wurde. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengefasst und zeigen, dass der Prozentsatz Nass/Trocken 30 betrug, wenn das Glyoxal hinter der Presswalze (16) aufgesprüht wurde; wenn das Glyoxal vor der Presswalze (16) aufgesprüht wurde, lag der Prozentsatz Nass/Trocken bei 21; wenn schließlich Glyoxal direkt auf die Fläche des Yankee-Trockners (26) gesprüht wurde, lag der Prozentsatz Nass/Trocken bei 19; für die Kontrolle betrug der Prozentsatz Nass/Trocken 11.

[0135] Wenn Glyoxal hinter der Presswalze (16) auf die Luftseite des Blattes gesprüht wurde, betrug der Nass-GMT in Gramm pro drei Inch 199, während dieser Wert bei 131 lag, wenn Glyoxal vor der Presswalze (16) gesprüht wurde. Der Nass-GMT in Gramm pro drei (3) Inch betrug 150, wenn Glyoxal direkt auf den Yankee-Trockner (26) gesprüht wurde, und für die Kontrolle betrug der Nass-GMT in Gramm pro drei (3) Inch 77. Weitere Daten sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1
Beispiele 2–5: Auswirkung der Sprühposition

| Beispiel # | Glyoxal-Behandlung* | Sprühposition | Trocken-GMT (g/3") | Nass-GMT (g/3") | Nass/Trocken (%) |
|------------|-------------------------|---|--------------------|-----------------|------------------|
| 2 | Kontrolle A unbehandelt | Keine | 694 | 77 | 11 |
| 3 | 20 #/T Glyoxal | Vor der Presswalze 16 | 628 | 131 | 21 |
| 4 | 20 #/T Glyoxal | Hinter der Presswalze 16 bei Position 52 gemäß Fig. 2 | 659 | 199 | 30 |
| 5 | 20 #/T Glyoxal | Auf den Yankee-Trockner 26 bei Position 51 gemäß Fig. 2 | 777 | 150 | 19 |

*Pfund pro Tonne Fasern in der Charge

Beispiele 6–9

[0136] Die Beispiele 6, 7, 8 und 9 zeigen die Effektivität des ladungslosen Aldehyd enthaltenden Mittels zum Einstellen der Nassfestigkeit und seine Verwendung in Kombination mit Stärke.

[0137] Bei den Beispielen 6, 7, 8 und 9 waren die Verfahrensbedingungen die gleichen wie bei Beispiel 1, außer dass bei den Beispielen 6 und 7 dem Blatt kein Glyoxal zugegeben wurde, während bei den Beispielen 8 und 9 0,5 Gew.-% Glyoxal (zehn Pfund Glyoxal pro Tonne Fasern in der Charge) hinter der Presswalze (16) bei der in Fig. 2 gezeigten Position (52) aufgesprüht wurde. Bei Beispiel 9 wurde der Charge Stärke beigemischt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 zusammengefasst und zeigen, dass der Nass/Trocken Prozentsatz 28 betrug, wenn Glyoxal hinter der Presswalze (16) aufgesprüht und der Charge Stärke beigemischt wurde. Für die Kontrolle lag dieser Wert bei 11. Wenn raffinierte Charge verwendet und nur Glyoxal aufgesprüht wurde, betrug der Nass/Trocken Prozentsatz 25. Weitere Daten sind in Tabelle 2 aufgeführt. Beispiel 9 zeigt, dass sich bei Verwendung von Glyoxal in Kombination mit Stärke der Nass-GMT in g/3 Inch basierend auf einer unraffinierten Charge erheblich verbesserte.

Tabelle 2

Beispiele 6 – 9: Sprühen von Glyoxal (hinter der Presswalze) und Kombination aus „Glyoxal-Sprühen/Stärke Nasspartie“

| Beispiel # | Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit | Raffinieren (HP) | BW (#/Ries) | Trocken -GMT (g/3") | Nass -GMT (g/3") | Nass/Trocken (%) | Reibung* GM MMD | Modul* g/% Dehnung |
|------------|---|------------------|-------------|---------------------|------------------|------------------|-----------------|--------------------|
| 6 | Kontrolle A | 36 | 19,10 | 694 | 77 | 11 | 0,163 | 19,46 |
| 7 | Kontrolle B 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,79 | 632 | 70 | 11 | 0,154 | 17,54 |
| 8 | 10 #/T Glyoxal | 36 | 18,96 | 686 | 171 | 25 | 0,155 | 20,81 |
| 9 | 10 #/T Glyoxal 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,85 | 665 | 185 | 28 | 0,149 | 21,95 |

*Die Oberflächenrauheit wurde durch Messen der mittleren geometrischen Abweichung des Reibungskoeffizienten unter Verwendung eines Kawabata KES-SE Reibungstesters ermittelt, der mit einer Fingerabdruck-Sensoreinheit ausgestattet war, wobei der niedrige Empfindlichkeitsbereich verwendet wurde. Ein 25-Stiftgewicht wird verwendet, und der Ablesewert des Instruments wird durch 20 geteilt, um die mittlere Abweichung des Reibungskoeffizienten zu ermitteln. Die mittlere geometrische Abweichung des Reibungskoeffizienten (GM MMD) ist dann die Quadratwurzel des Produkts der Abweichung in Maschinenrichtung und der Abweichung in Querrichtung und wird im Folgenden als Reibung bezeichnet.

[0138] Die Beispiele 10, 11, 12 und 13 demonstrieren die Effektivität von Dialdehyd und zyklischem Harnstoff als Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit. Die Beispiele 12 und 13 demonstrieren außerdem die Effektivität der Verwendung des Dialdehyds oder zyklischen Harnstoffs mit Stärke. Die Verfahrensbedingungen des Beispiels 1 wurden bei diesen Beispielen verwendet. Wenn Dialdehyd oder zyklischer Harnstoff mit Stärke kombiniert wurde, lag der Prozentsatz Nass/Trocken im Bereich von 25–35. Weitere Details für die jeweiligen Beispiele sind in Tabelle 3 aufgeführt. Die höchsten Werte für den Nass/Trocken Prozentsatz wurden erreicht, wenn Glyoxal und Stärke oder wenn zyklische Harnstoffe und Stärke bei unraffinierter Charge verwendet wurden oder wenn Glyoxal bei raffinierter Charge verwendet wurde.

Tabelle 3

Beispiele 10-13: Gezeigt werden die vorteilhaften physikalischen Eigenschaften von Toilettenpapier, das mit ladungslosen Nassfestmitteln, wie Dialdehyden und Polyolen oder Kombinationen aus Dialdehyden und Aldehyd enthaltenden zyklischen Harnstoffen mit kationischer Stärke, behandelt wurde.

| Beispiel # | Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit | Raffinieren (HP) | BW (#/Ries) | Trocken- GMT (g/3") | Nass- GMT (g/3") | Nass/Trocken (%) |
|------------|---|------------------|-------------|---------------------|------------------|------------------|
| 10 | 20 #/T Glyoxal | 36 | 18,69 | 659 | 199 | 30 |
| 11 | 20 #/T Sunrez® 747 | 36 | 18,72 | 557 | 113 | 20 |
| 12 | 20 #/T Glyoxal 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,59 | 654 | 215 | 33 |
| 13 | 20 #/T Sunrez® 747 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,66 | 508 | 125 | 25 |

[0139] Die Beispiele 14 bis 18 zeigen die Abnahme der Nassreißfestigkeit in Querrichtung vs. Eintauchzeit. Die Daten in Tabelle 4 zeigen, dass nach 10-minütigem Eintauchen in Leitungswasser mehr als die Hälfte der Nassfestigkeit verschwunden ist. Dieses Merkmal ist wichtig, um das Verstopfen von Toiletten und Verrottungssystemen zu verhindern. Zum Behandeln der Bahn mit den Nassfestmitteln wurden die Verfahrensbedingungen des Beispiels 1 verwendet.

Tabelle 4

Beispiele 14 – 18: Abnahme der Nassreißfestigkeit in Querrichtung vs. Eintauchzeit

| # | Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit | BW (#/Ries) | Trocken-GMT (g/3") | Nassreißfestigkeit in Querrichtung (g/3") beim Finch Cup-Test in Leitungswasser | | | | | (% Verlorene Nassreißfestigkeit in Querrichtung bei 10 min ^(b)) |
|----|---|-------------|--------------------|---|-------|-------|--------|-------|---|
| | | | | 5 s | 1 min | 5 min | 10 min | | |
| 14 | Kontrolle A unbehandelt | 19,10 | 694 | 29,2 | 26,2 | 25,2 | 24,5 | - | |
| 15 | Kontrolle C 9 #/T Co-Bond®1000 | 19,06 | 918 | 147,2 | 127,6 | 106,3 | 90,9 | 38,2% | |
| 16 | 10 #/T Glyoxal | 18,96 | 686 | 155,0 | 123,5 | 94,2 | 62,0 | 60% | |
| 17 | 10 #/T Glyoxal 8 Pfund/T Redibond 5320 | 18,85 | 665 | 169,0 | 142,7 | 96,1 | 72,8 | 56,9% | |
| 18 | 20 #/T Sunrez® 747 8 #/T Redibond 5320 | 18,66 | 508 | 104,9 | 96,8 | 60,9 | 39,8 | 62,0% | |

(a): Der Finch Cup-Test wurde in Leitungswasser durchgeführt

(b): (% Verlorene Nassreißfestigkeit in Querrichtung

= $\frac{\text{Anfängl. Nassreißfestigkeit in Querrichtung (5 s)} - \text{Nassreißfestigkeit (Zeiten)} \times 100}{\text{Anfängl. Nassreißfestigkeit in Querrichtung (5 s)}}$

Anfängl. Nassreißfestigkeit in Querrichtung (5 s)

Beispiele 19–26

[0140] Die Beispiele 19 bis 24 zeigen, dass nach vorliegender Erfindung die Trockenfestigkeit und die Nassfestigkeit des Papierprodukts unabhängig reguliert werden können, indem die Menge an Stärke und Dialdehyd in dem Reaktionssystem kontrolliert wird. Um einen guten Nass/Trocken-Prozentsatz zu erzielen wird das Gewichtsverhältnis von Dialdehyd zu Stärke geeigneterweise auf ein Verhältnis von ungefähr 5 : 1, vorzugsweise von 2 : 1 eingestellt.

Tabelle 5

[0141] Beispiele 19–26: Gezeigt wird die unabhängige Regulierung der Nassfestigkeit und der Trockenfestigkeit des Papierprodukts unter Verwendung von Glyoxal und Stärke.

| # | Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit | Raffinieren (HP) | BW (#/Ries) | Trocken-GMT (g/3") | Nass-GMT (g/3") | Nass/Trocken (%) |
|----|---|------------------|-------------|--------------------|-----------------|------------------|
| 19 | 10 #/T Glyoxal | 36 | 18,96 | 686 | 171 | 24,9 |
| 20 | 20 #/T Glyoxal | 36 | 18,69 | 659 | 199 | 30,2 |
| 21 | 30 #/T Glyoxal | 36 | 18,54 | 640 | 223 | 34,8 |
| 22 | 10/T Glyoxal 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,85 | 665 | 185 | 27,8 |
| 23 | 20 #/T Glyoxal 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,59 | 645 | 215 | 33,3 |
| 24 | 30 #/T Glyoxal 8 #/T Redibond 5320 | Ohne | 18,66 | 711 | 240 | 33,7 |
| 25 | 6 #/T Co-Bond® 1000 | 30 | 18,65 | 734 | 139 | 18,9 |
| 26 | 9 #/T Co-Bond® 1000 | 30 | 19,06 | 918 | 183 | 19,9 |

Beispiele 27–28

[0142] Die Beispiele 27–28 zeigen die Nassfestigkeits-Alterungseigenschaften, die nach zweiwöchiger natürlicher Alterung des mit Dialdehyd oder mit Dialdehyd und Stärke behandelten Toilettenpapiers. Die Ergebnisse sind in Tabelle 6 aufgeführt. Die Nassreißfestigkeit des in den Beispielen 27 und 28 hergestellten Toilettenpapiers tendiert dazu, sich nach zwei Wochen natürlicher Alterung einzupendeln. Die Daten zeigen, dass sich die Daten zur Nassfestigkeit schneller entwickelten, wenn Aldehyd und Stärke zusammen verwendet wurden, um die Nassfestigkeit des Toilettenpapiers zu steigern.

Tabelle 6

| # | Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit | Eigenschaften | Alterungszeiten | | | | | | |
|----|--|-----------------------|-----------------|------|------|---------|----------|----------|--|
| | | | 1 <h | 24 h | 48 h | 1 Woche | 2 Wochen | 3 Wochen | |
| 27 | 20 #T Glyoxal (Raffinieren 36 HP) | Trocken-GMT (g/3") | 665 | 631 | 642 | 675 | 660 | 669 | |
| | | Nass-GMT (g/3") | 98 | 142 | 147 | 171 | 204 | 195,5 | |
| | | Nass/Trocken (%) | 14,7 | 22,5 | 22,9 | 25,3 | 30,4 | 29,2 | |
| 28 | 20 #T Glyoxal 8 #T Redibond (Ohne Raffinieren) | Trocken-GMT (g/3") | 666 | 655 | 687 | 691 | 672 | 654 | |
| | | Nass-GMT (g/3") | 109 | 157 | 167 | 191 | 226 | 210 | |
| | | Nass/Trocken (%) | 16,4 | 24 | 24,3 | 27,6 | 33,6 | 32,1 | |

Beispiel 29

[0143] Ein im Handel erworbenes Toilettenpapier (Marke Ch), das von der Halterin der US-Patente 5,217,576 und 5,240,562 hergestellt wird, wurde einem Nassabriebstest nach obiger Beschreibung unterzogen. Dieses Toilettenpapier und die anderen Produkte dieser Marke sind anscheinend die einzigen wichtigen Hygienepapiere auf dem Markt, deren Nassfestigkeit annähernd an die Werte heranreichen, die für die vorliegende Erfin-

ung erforderlich sind. Die Nassreißfestigkeit in Querrichtung dieses Produkts liegt im Mittel typischerweise bei ungefähr 11–13 g/cm (84–98 g/3 Inch), gemessen durch den Finch Cup-Test. Beim Nassabriebstest wurde nach zweimaligem Reiben starkes Pilling auf dem Schweinsleder beobachtet, doch die Blätter hielten im Großen und Ganzen bis zu viermaligem Reiben zusammen, wobei ein sehr starker Grad an Pilling mit recht großen Kügelchen beobachtet wird und es häufig zum Versagen kommt.

[0144] Die Fig. 5 ist eine mit 6-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie, die die Kügelchen zeigt, die nach dreimaligem Reiben auf diesem Toilettenpapier beobachtet wurden. Fig. 5B ist eine mit 6-facher Vergrößerung aufgenommene Mikrofotografie, die die nach dreimaligem Reiben auf dem Schweinsleder zu sehenden Kügelchen zeigt.

[0145] Folglich lässt sich feststellen, dass dieses und die anderen Toilettenpapiere, wenn eine besonders gute Reinigungsfähigkeit gewünscht wird, zur Verwendung in zuvor befeuchtem Zustand nicht wirklich gut geeignet sind, da die durch das Pilling zurückbleibende Verschmutzung die gewünschte besonders gute Reinigung erheblich schmälert.

Beispiel 30

[0146] Eine Auswahl einiger der auf dem Markt befindlichen bedeutenderen Marken von Hygienepapieren wurde dem Finch Cup-Test unterzogen. Das jeweilige Grundgewicht all dieser Papierprodukte lag im Bereich von 28–33 g/m² (17 bis 20 lbs/3000 Quadratfuß Ries). Wie aus den in Tabelle 7 aufgeführten Ergebnissen hervorgeht, hat nur Charmin (Marke Ch) eine Nassreißfestigkeit in Querrichtung, die an den Wert heranreicht, der für die beste Ausführung der vorliegenden Erfindung erforderlich ist.

Tabelle 7

| Hygienepapier/Code | Nassreißfestigkeit im Finch Cup-Test |
|--|--------------------------------------|
| | g/ 3" Breite Mittelwert |
| Papierprodukt der vorliegenden Erfindung - P | 169,0 |
| Quilted Northern® - QN | 19,5 |
| Marina® | 25,5 |
| Nice 'n Soft – NN | 36,6 |
| Charmin® - Ch | 98,0 |
| Charmin® Ultra – ChU | 26,4 |
| Kleenex® - | 20,1 |
| Cottonelle® zweilagig – Cot | 23,0 |
| Angel Soft® - AS | 39,0 |
| Quilted Northern® - QNW | 147,2 |

[0147] Die Beispiele 33 bis 44 betreffen Tücher mit temporärer Nassfestigkeit.

Beispiel 31

[0148] Bei den Beispielen 31, 36, 39 und 42 lagen die folgenden Maschinenbedingungen vor:

[0149] Eine Charge aus 60 Prozent Kraftstoff aus Weichholz südlicher Regionen und 40 Prozent Kraftstoff aus Hartholz südlicher Regionen wurde hergestellt. Wasserlöslicher Dialdehyd wurde der Bahn wie in den einzelnen Beispielen angegeben zugegeben. Wenn Stärke verwendet wurde, wurde diese der Charge beige-mischt. Der pH-Wert in der Maschinenbütte wurde auf ungefähr 6,5 bis 7,5, genauer gesagt zwischen 6,5 und 7,0 gehalten. Die Papiermaschine verwendete einen 0,9 m (3 Fuß) Yankee-Trockner (26), der mit einer Geschwindigkeit von 0,4 m/s (80 Fuß pro Minute) arbeitete.

[0150] Bei diesen Beispielen betrug der Rollenkrepp 20%. Der Feuchtigkeitsgehalt betrug 4%. Die Schrägung der Kreppklinge betrug 0°, und der Kreppwinkel betrug 73°. Bei allen Beispielen wurde HOUGHTON® 8296 Epichlorhydrin als Klebstoff und HOUGHTON® 565 als Trennmittel eingesetzt.

[0151] Die Beispiele 32, 33, 34, 35 und 36 zeigen die Bedeutung des Anwendens von Dialdehyd auf die Papierbahn vor oder hinter der Presswalze (**16**), wie in [Fig. 2](#) gezeigt. Diese Beispiele zeigen, dass das nach dem Verfahren des Beispiels 31 hergestellte einlagige Tuch (Beispiel 36) hervorragende Nassfestigkeitseigenschaften hatte, die äquivalent zu denen der besten zweilagigen Tücher der Premiumqualität oder besser als diese waren. Die Tücher der vorliegenden Erfindung hatten im Vergleich zu herkömmlichen einlagigen Tüchern eine viel bessere Nassfestigkeit und ein besseres Verhältnis der Nassfestigkeit zur Trockenfestigkeit. Weitere Einzelheiten sind in Tabelle 8 aufgeführt.

Tabelle 8

Beispiele 32 – 36: Vergleichsdaten zu dem Tuch der vorliegenden Erfindung gegenüber Tüchern der Premiumqualität für den Hausgebrauch und Tüchern für den öffentlichen Gebrauch.

| # | Handelsübliche Tücher und Tuch der vorl. Erfindung (Beispiel 36) | BW (#/Ries) | Dicke (0,001"/8 Lagen) | Trocken-GMT (g/3") | Nass-GMT (g/3") | Nass/Trocken (%) | Modul (g/% Dehnung) | ABS (g/g) |
|----|--|-------------|------------------------|--------------------|-----------------|------------------|---------------------|-----------|
| 32 | Extra Durable Bounty (P&G) zweilagig – TAD-Verfahren | 25,9 | 175,2 | 2623 | 950 | 36 | 30,9 | 11,51 |
| 33 | Bounty (P&G) zweilagig – TAD-Verfahren | 25,9 | 163,1 | 2037 | 690 | 34 | 29,3 | 11,25 |
| 34 | Delta (PG) einlagig – herkömmliches Verfahren | 24,8 | 146 | 2324 | 545 | 23,5 | 52,6 | 2,35 |
| 35 | Wisconsin Tissue 1902 einlagig – herkömmliches Verfahren | 27,5 | 56,1 | 4376 | 714 | 16 | 188,3 | 2,23 |
| 36 | 30 #/T Glyoxal + 4 #/T Redibond + 2 #/T Weichmacher einlagig – CWR-Verfahren | 21,7 | 83,2 | 2481 | 841 | 34 | 45 | 3,7 |

Beispiele 32 und 33 waren Premiumtücher für den Hausgebrauch

Beispiel 34 ist ein Tuch für den Hausgebrauch

Beispiel 36 ist ein Tuch für den öffentlichen Gebrauch

[0152] Die Beispiele 37 und 38 sind herkömmliche Tücher. Das Tuch des Beispiels 39 wurde gemäß Beispiel 31 hergestellt, und die in Tabelle 9 aufgeführten Daten zeigen, dass das Tuch nach vorliegender Erfindung einen besseren Abbau der Nassfestigkeit hat als herkömmliche Tücher.

Tabelle 9

Beispiele 37 – 39: Abnahme der Nassreißfestigkeit in Querrichtung des erfindungsgemäßen Tuchs im Vergleich mit herkömmlichen Tüchern.

| # | Herkömmliche Tücher und Tücher der vorliegenden Erfindung (Beispiel 39) | BW (#/T) | Trocken-GMT (g/3") | Nassreißfestigkeit in Querrichtung im Finch Cup-Test (g/3") | | | | | 10 min | 30 min | (% nach 10 min verlorene Nassreißfestigkeit in Querrichtung (b)) |
|----|---|----------|--------------------|---|-------|-------|--------|--------|--------|--------|--|
| | | | | 5 s | 1 min | 5 min | 10 min | 30 min | | | |
| 37 | Delta (GP) – einlagig, permanente Nassfestigkeit | 24,8 | 2324 | 680 | - | - | 629,5 | 648,2 | 7,4% | | |
| 38 | Wisconsin Tissue 1902 einlagig; permanente Nassfestigkeit | 27,5 | 4376 | 917,5 | - | - | 88,9 | 834,9 | 3,1% | | |
| 39 | Tuch nach vorliegender Erfindung einlagig, temporäre Nassfestigkeit | 21,7 | 2481 | 706,3 | 650,5 | 472,4 | 242,3 | 188,7 | 65,7% | | |

(a): (%) verlorene Nassreißfestigkeit in Querrichtung = $(W - WT) \times 100/W$

W: anfängliche Nassreißfestigkeit in Querrichtung (5 s Eintauchen)

WT: Nassreißfestigkeit in Querrichtung (nach Eintauchen für Zeitdauer T)

(b): Der Finch Cup-Test wurde mit Leitungswasser durchgeführt.

[0153] Die Tücher der Beispiele 40 und 41 sind im Handel erhältlich. Das Tuch des Beispiels 42 wurde wie in Beispiel 31 angegeben hergestellt. Die Daten der Tabelle 10 zeigen, dass das Tuch der vorliegenden Erfindung eine größere Nassfestigkeit hat und in Wasser leichter zerfällt als herkömmliche Tücher.

Tabelle 10

[0154] Beispiele 40–42: Dispergierbarkeit und Daten des Schweinsleder-Tests für das Tuch der vorliegenden Erfindung vs. herkömmliche Tücher.

| # | Herkömmliche Tücher und Tuch der vorliegenden Erfindung (Beispiel 42) | BW (#/Ries) | Trocken-GMT (g/3") | Nass-GMT (g/3") | Aufbrechzeiten (Flaschentest in Wasser; pH = 8,5) | Schweinsleder-Test | |
|----|---|-------------|--------------------|-----------------|---|------------------------|------------------------|
| | | | | | | Pilling | Zerreißen |
| 40 | Delta (GP) – einlagig | 24,8 | 2324 | 545 | Kein Aufbrechen nach 12 Minuten | Nach 56-maligem Reiben | Nach 56-maligem Reiben |
| 41 | Wisconsin Tissue 1902 einlagig, permanente Nassfestigkeit | 27,5 | 4376 | 714 | Kein Aufbrechen nach 12 Minuten | Nach 26-maligem Reiben | Nach 56-maligem Reiben |
| 42 | Tuch der vorliegenden Erfindung, einlagig, temporäre Nassfestigkeit | 21,7 | 2481 | 841 | 160 Sekunden | Nach 32-maligem Reiben | Nach 56-maligem Reiben |

Patentansprüche

1. Verfahren zum Herstellen eines Papierprodukts, das für den Gebrauch in einem trockenen Zustand und einem manuell befeuchteten Zustand geeignet ist, umfassend:

- Herstellen einer Charge, die mindestens eine Weichholzfaser, eine Hartholzfaser, eine Recyclingfaser, eine gemahlene Faser oder eine Mischung daraus enthält;
- Herstellen einer Cellulose-Bahn aus dieser Charge;
- Entwässern der Bahn durch Komprimieren;
- Zugeben eines ungeladenen Mittels zur Verbesserung der temporären Nassfestigkeit zu der Bahn, welches aus einem ungeladenen Aldehyd, einem ungeladenen Aldehyd enthaltenden Polymer, einem Polyol, einem zyklischen Harnstoff und einer Mischung daraus ausgewählt wird; und
- Herstellen eines Papierprodukts durch Trocknen der Bahn auf einem oder mehreren Trockenmitteln einschließlich eines Yankee-Trockners;

wobei das Papierprodukt eine kahle Oberfläche hat und die Bahn beim Herstellen eine Luftseite und eine Yankee-Seite hat; der Anteil des wasserlöslichen Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit so hoch ist, dass er eine anfängliche, normalisierte Nassreißeigenschaft in Querrichtung von mindestens 10 g/cm Streifen (75 g/3 Inch Streifen) 5 Sekunden nach Befeuchten erzeugt, wie durch das Finch Cup-Verfahren gemessen wird; das Papier eine anschließende Nassreißeigenschaft in Querrichtung aufweist, die, 10 Minuten nach Eintauchen gemessen, weniger als 50% der anfänglichen Nassreißeigenschaft in Querrichtung beträgt, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Trocknen in Schritt a) thermisches Trocknen umfasst, das nach dem Aufbringen des ungeladenen Mittels zur Verbesserung der Festigkeit erfolgt, und dass das Papierprodukt in befeuchtetem Zustand eine Nassscheuerfestigkeitszahl von mindestens 4 hat.

2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Anteil des wasserlöslichen Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit so hoch ist, dass er, gemäß Messung nach dem Finch Cup-Verfahren, eine anfängliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung von mindestens 13 g/cm Streifen (100 g/3 Inch Streifen) 5 Sekunden nach Befeuchten erzeugt und der Dehnmodul des Papiers weniger als 23 g/% Dehnung betrgt.

3. Verfahren nach Anspruch 2, wobei das Papier eine Oberflchenreibung von weniger als 0,15 GM MMD hat.

4. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Cellulose-Bahn durch Entwssern hergestellt wird, im dem die Bahn durch Kontakt mit einem Entwsserungsfilz und Hindurchfhren durch einen eine Saugdruckwalze enthaltenen Spalt mit einer im Wesentlichen gleichmigen Kompression beaufschlagt wird, wobei das hergestellte Papier biologisch abbaubar ist.

5. Verfahren nach Anspruch 1, in dem das Papier auch mit einem wasserlslichen Mittel zur Verbesserung der Nassfestigkeit versehen wird, wobei das Verhltnis des wasserlslichen Mittels zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit zu dem wasserlslichen Mittel zur Verbesserung der Nassfestigkeit kontrolliert wird, um die gewnschte anfngliche Nassreifestigkeit in Querrichtung einzustellen.

6. Verfahren nach Anspruch 1, in dem die chemische Komponente des Mittels zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit Glyoxal oder zyklischen Harnstoff enthaltendes Aldehyd oder eine Mischung daraus ist.

7. Verfahren nach Anspruch 6, wobei das Mittel zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit auch kationische Strke umfasst und das Verhltnis des Glyoxals oder zyklischen Harnstoffs zu der Strke kontrolliert wird, um die gewnschte anfngliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung einzustellen.

8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei die kationische Strke in Form eines wasserlslichen, kationischen, organischen Polymers mit Aldehydgruppen vorliegt.

9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, wobei die Menge an zugegebenem Glyoxal oder zyklischen Harnstoff enthaltendem Aldehyd und kationischer Strke kontrolliert wird, um ein Verhltnis der Nassreifestigkeit in Querrichtung zu der Trockenreifestigkeit in Querrichtung von mindestens 22% herzustellen.

10. Verfahren nach Anspruch 1, in dem das Papier auch mit Weichmacher/Debondler enthaltendem kationischen Stickstoff versehen wird, wobei das Verhltnis des wasserlslichen Mittels zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit zu dem Weichmacher/Debondler kontrolliert wird, um die gewnschte anfngliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung einzustellen.

11. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprche, wobei die anfngliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung des Papiers mindestens 105 g/76 mm Streifen (105 g/3 Inch Streifen) 5 Sekunden nach Eintauchen betrgt.

12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprche, wobei der Dehnmodul des Papiers in einem Bereich von weniger als 32 g/% Dehnung und die Oberflchenreibung GM MMD des Papiers in einem Bereich von weniger als 0,23 gehalten wird.

13. Verfahren nach einem der Ansprche 1 bis 11, wobei der Dehnmodul des Papiers in einem Bereich von weniger als 28 g/% Dehnung und die Oberflchenreibung GM MMD des Papiers in einem Bereich von weniger als 0,26 gehalten wird.

14. Verfahren nach Anspruch 1, wobei der Anteil des zugegebenen Mittels zum Einstellen der temporren Nassfestigkeit kontrolliert wird, um ein Verhltnis der Nassreifestigkeit in Querrichtung zu der Trockenreifestigkeit in Querrichtung von mindestens 20% herzustellen.

15. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprche, wobei die Nassabriebsfestigkeitszahl des Papiers nicht hher als 8 ist.

16. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprche, wobei das Verhltnis der Trockenreifestigkeit in Maschinenrichtung zur Trockenreifestigkeit in Querrichtung nicht mehr als 2,5 betrgt.

17. Verfahren nach Anspruch 1, wobei die Menge an wasserlslichem Mittel zum Einstellen der temporren

ren Nassfestigkeit so hoch ist, dass sie in dem Papier, gemäß Messung nach dem Finch Cup-Verfahren, eine anfängliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung von mindestens 39 g/cm Streifen (300 g/3 Inch Streifen) 5 Sekunden nach Befeuchten erzeugt.

18. Verfahren nach Anspruch 17, wobei das Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit Glyoxal ist.

19. Verfahren nach Anspruch 17, wobei das Mittel zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit wasserlösliches Polyol mit einer Aldehydgruppe ist.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 19, wobei das Papier kationische Stärke und einen Weichmacher/Debonder enthält, und das Verhältnis des wasserlöslichen Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit zur Stärke und zum Weichmacher/Debonder so hoch ist, dass sich die gewünschte anfängliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung einstellt.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 17 bis 20, wobei das hergestellte Papier ein dispergierbares Tuch ist.

22. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Papier 1 kg pro Tonne bis 15 kg pro Tonne (2 Pfund pro Tonne bis 30 Pfund pro Tonne) des wasserlöslichen Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit enthält, wobei die Menge des Mittels zum Einstellen der temporären Nassfestigkeit so gewählt wird, dass sich eine anfängliche, normalisierte Nassreifestigkeit in Querrichtung von mehr als 14 g/cm Streifen (105 g/3 Inch Streifen) gemessen 5 Sekunden nach Eintauchen ergibt.

23. Verfahren zum Herstellen eines Papierprodukts nach Anspruch 1 und ferner umfassend das teilweise Trocknen der Bahn bis zu einem Feuchtigkeitsgehalt von mindestens 85% auf einem Yankee-Trockner nach Schritt c) und vor Schritt d); und Trocknen der Bahn bis zu einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 10% in Schritt e).

24. Verfahren nach Anspruch 23, ferner umfassend: teilweises Trocknen der Bahn auf einem Yankee-Trockner bis zu einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 10% nach Schritt c) und vor Schritt d).

25. Papierprodukt, hergestellt durch ein Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche.

Es folgen 17 Blatt Zeichnungen

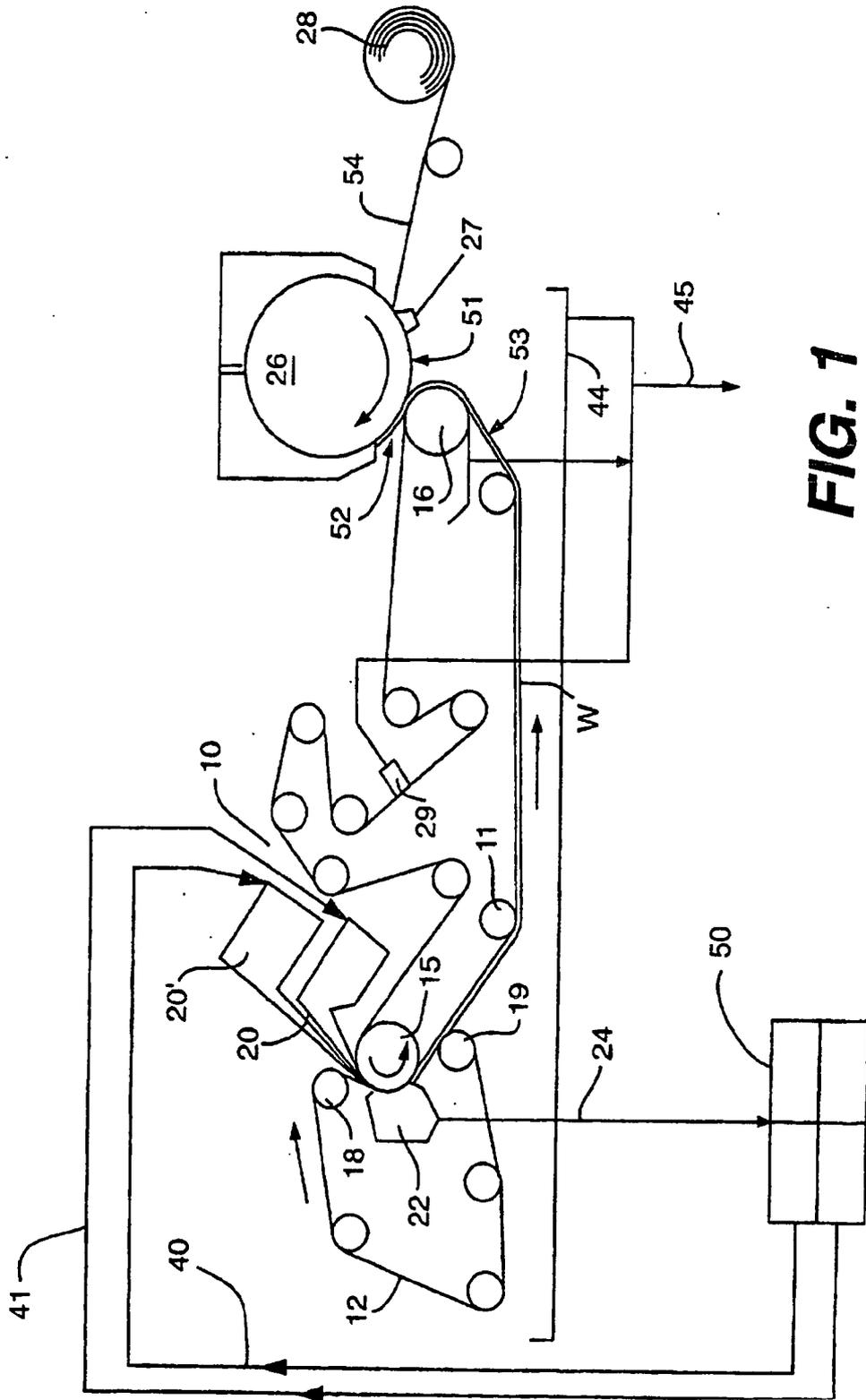


FIG. 1

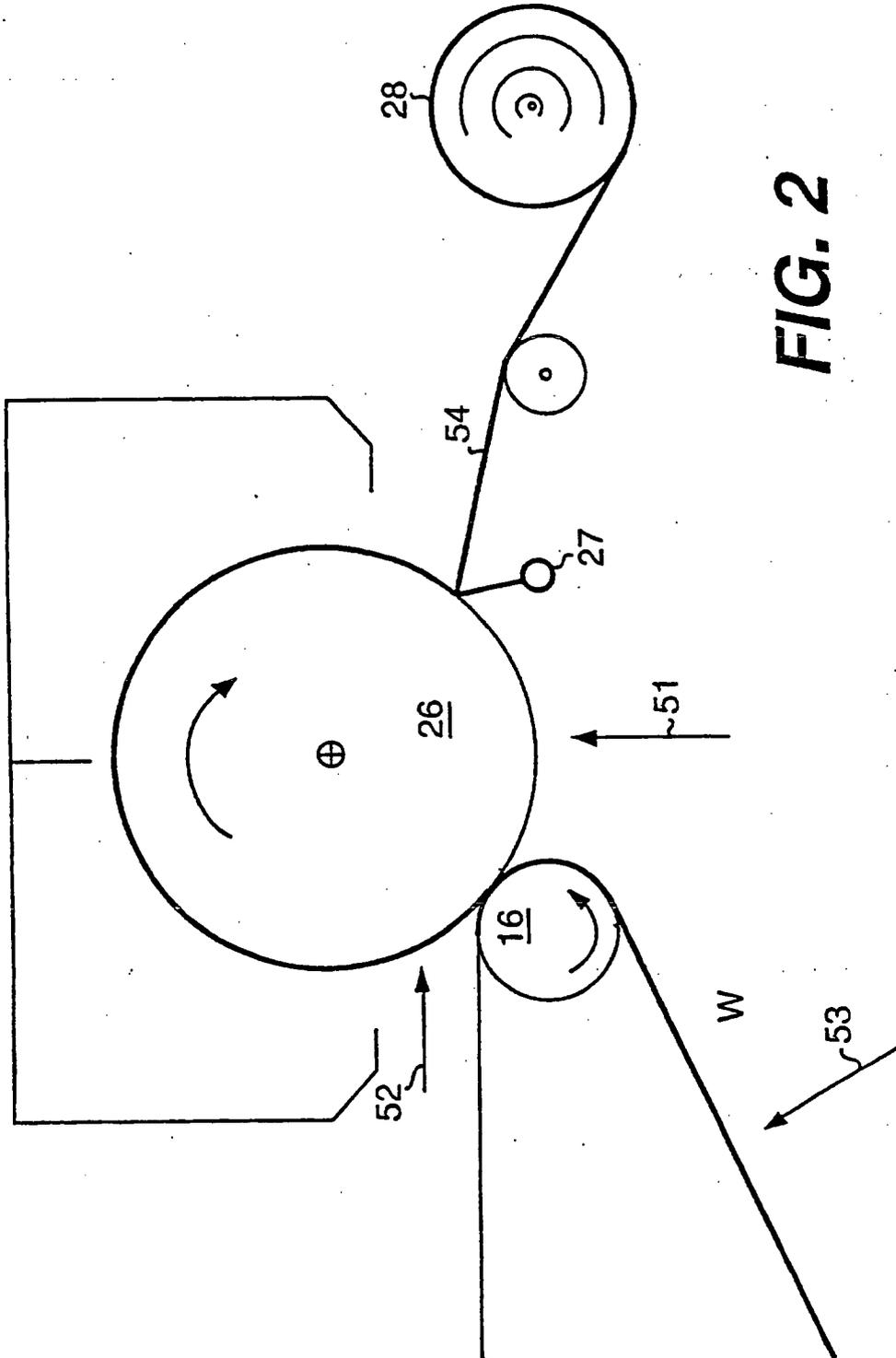


FIG. 2



FIG. 3A

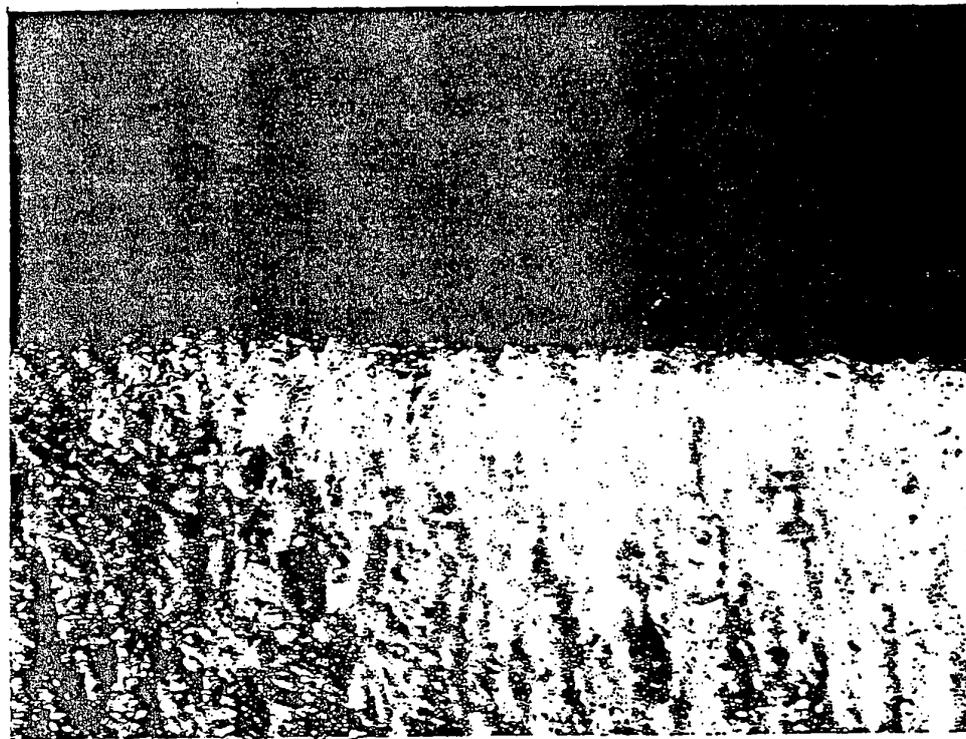


FIG. 3B

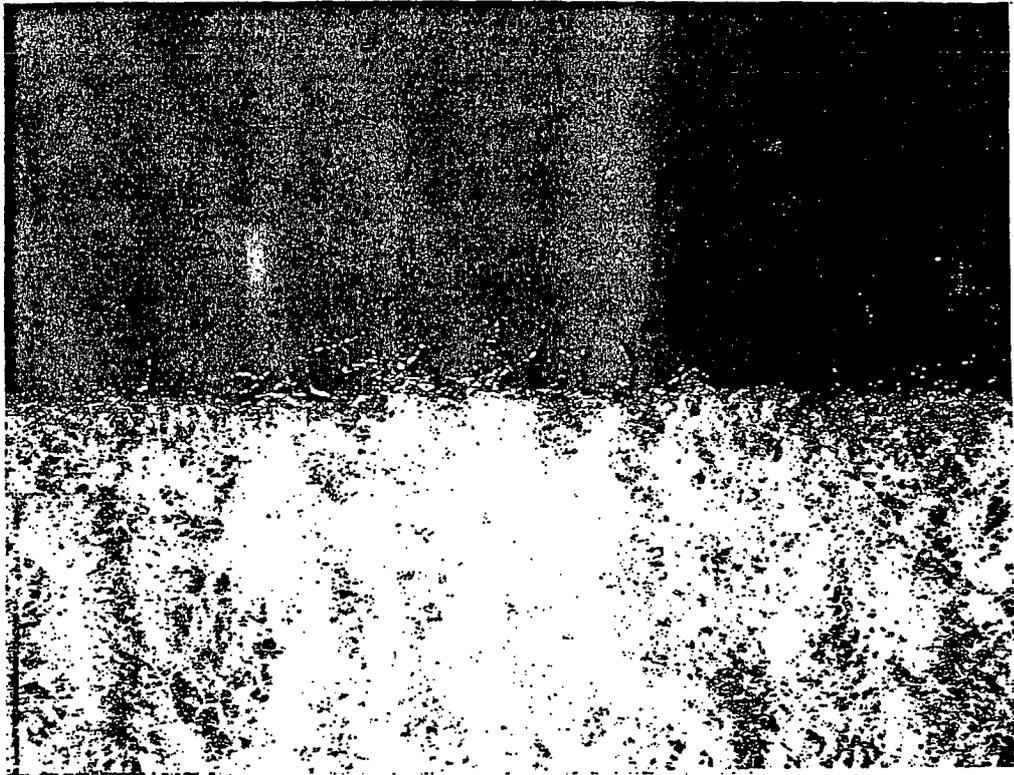


FIG. 4

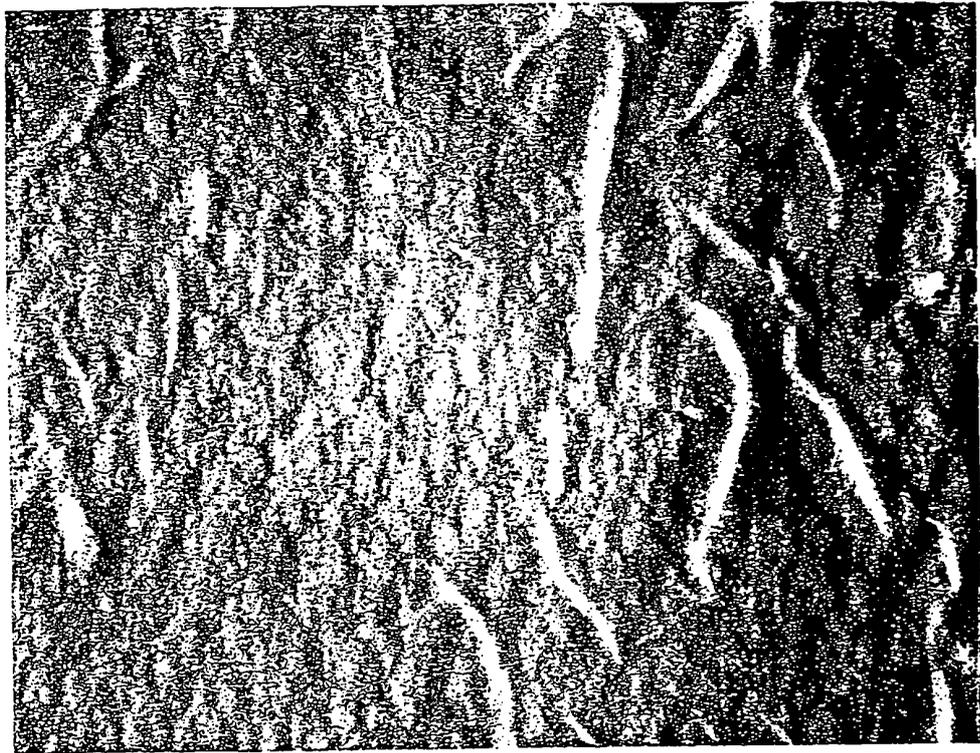


FIG. 5A



FIG. 5B

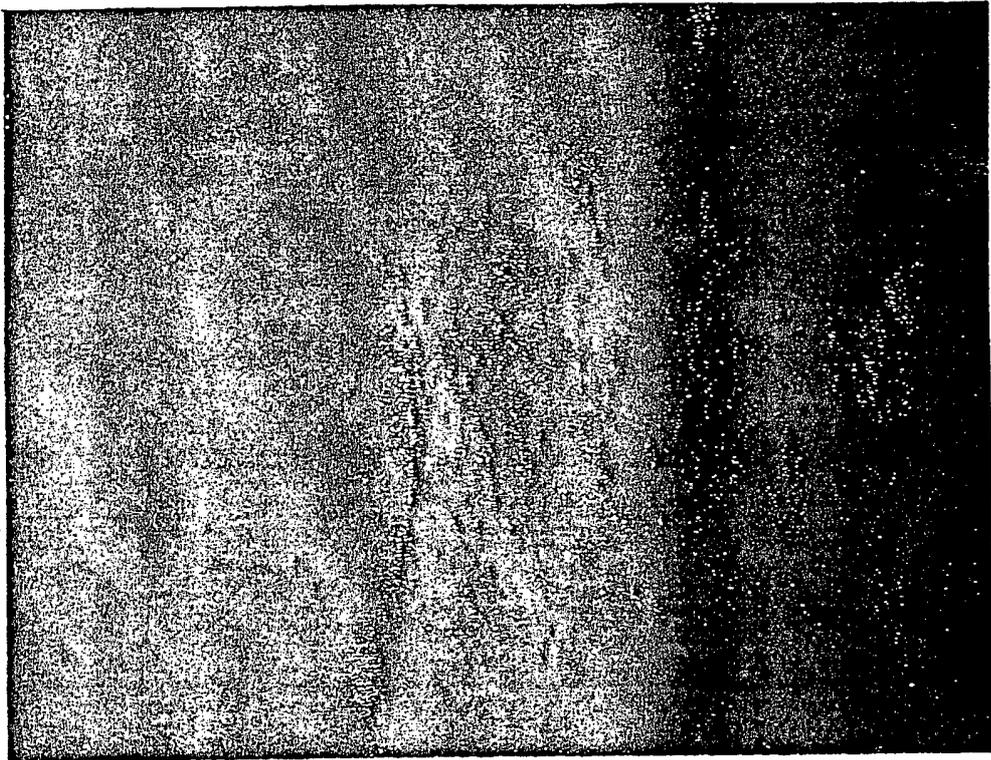


FIG. 6A

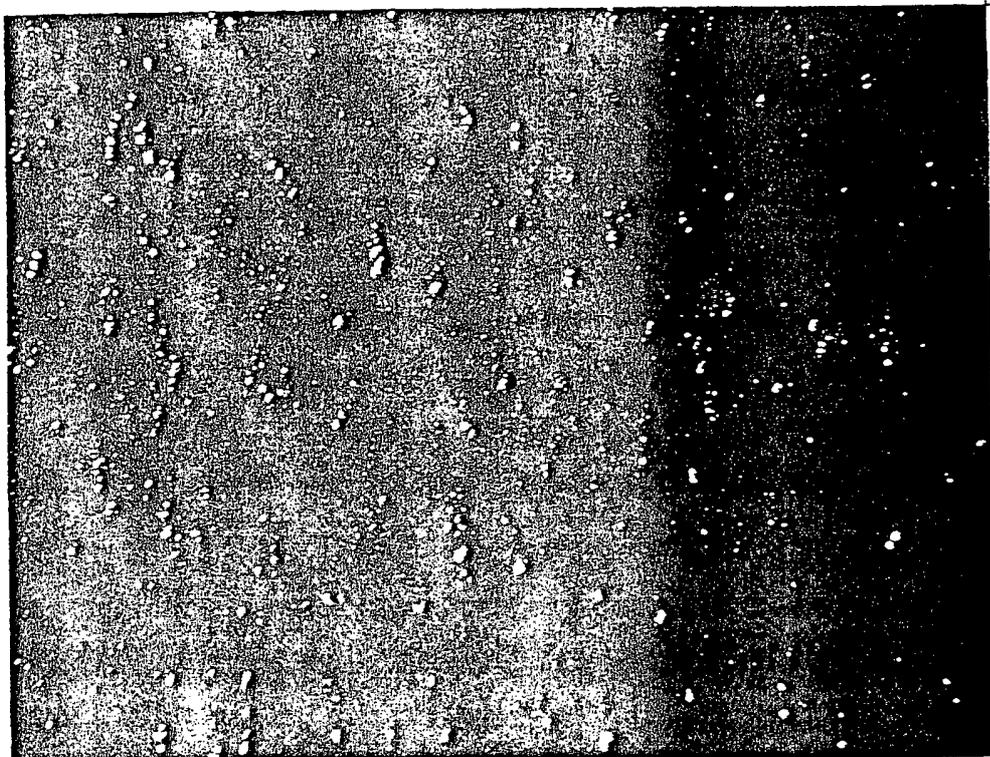


FIG. 6B

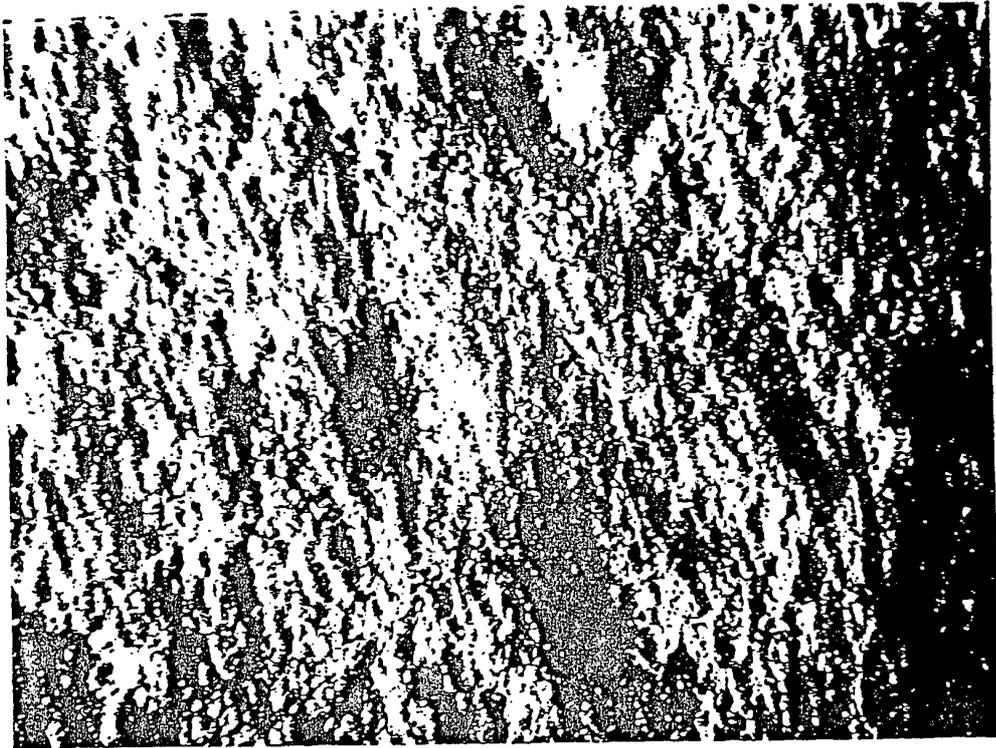


FIG. 6C

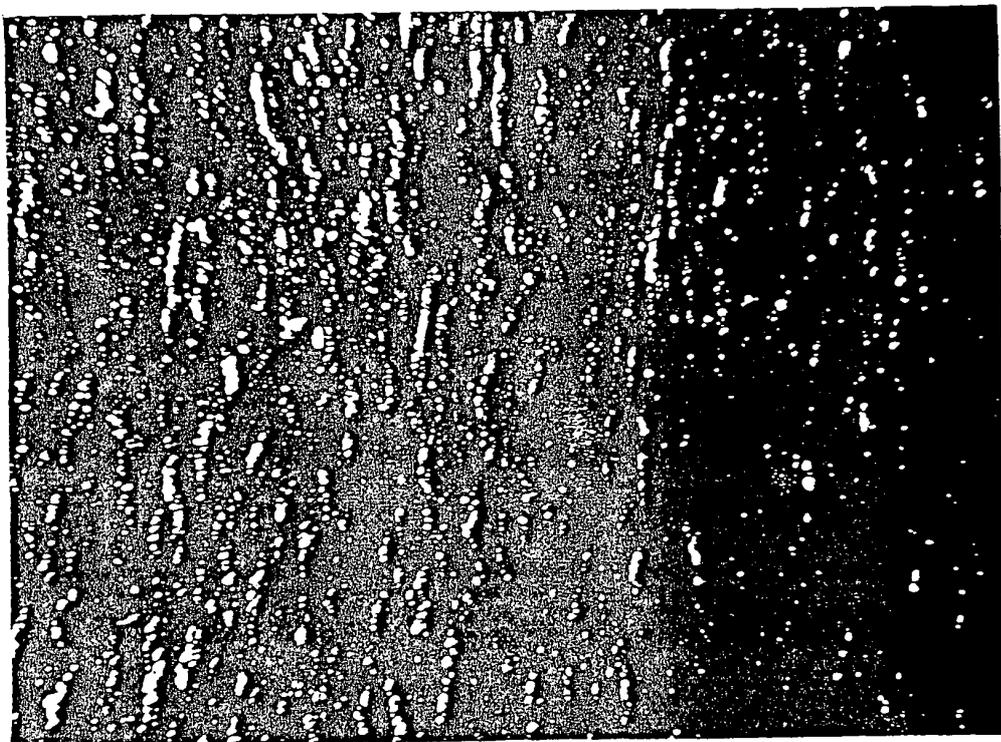


FIG. 6D

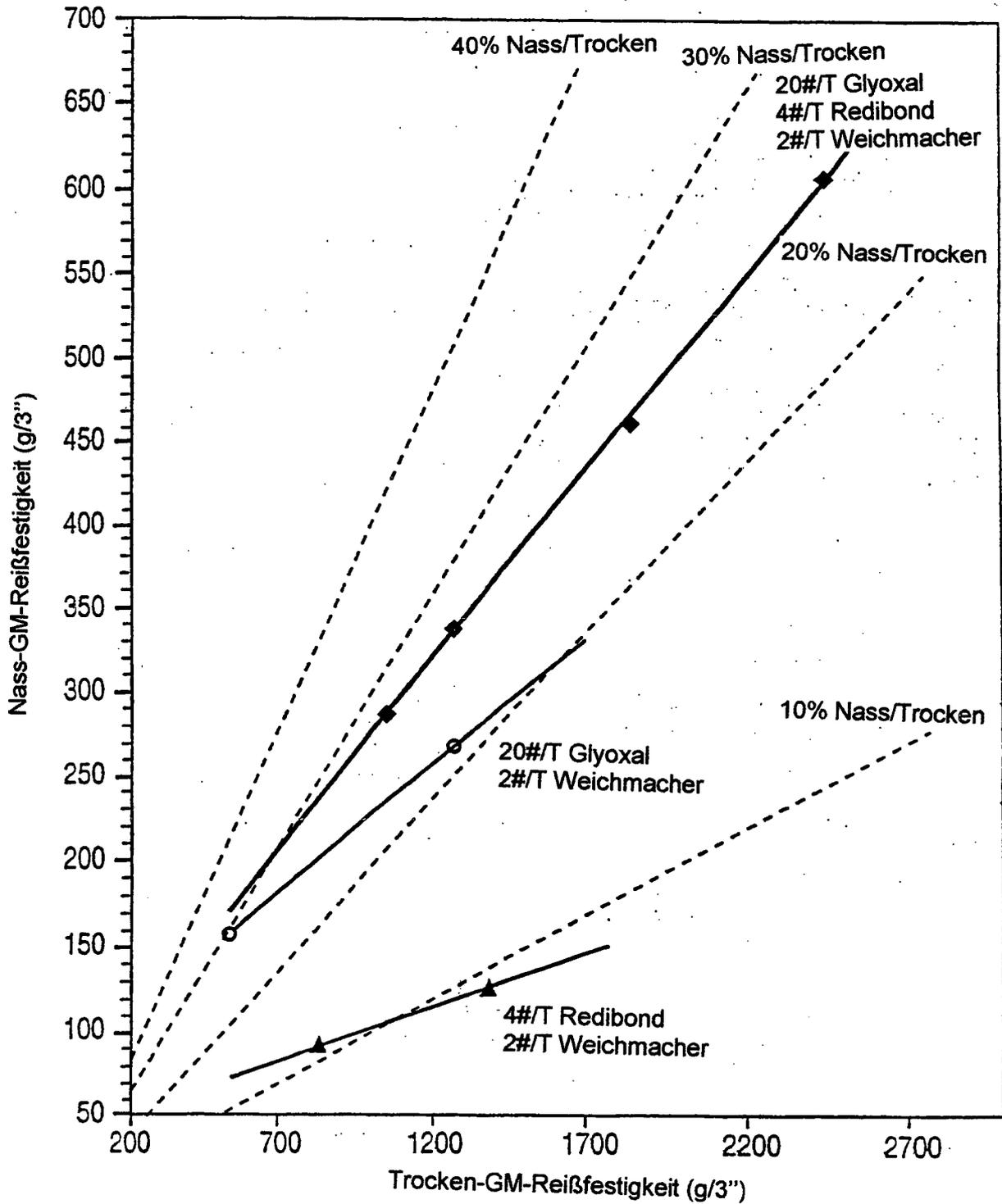


FIG. 7

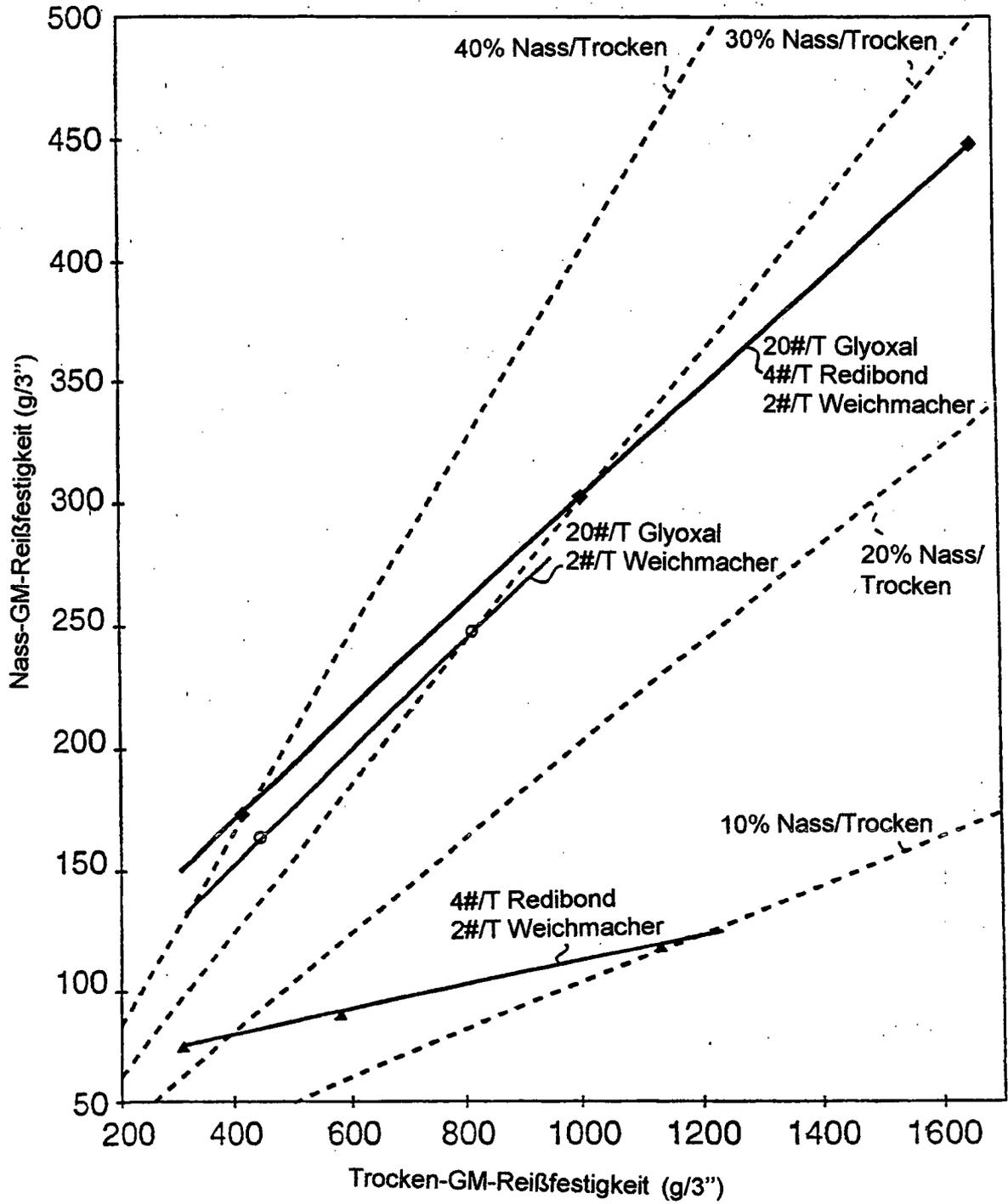


FIG. 8

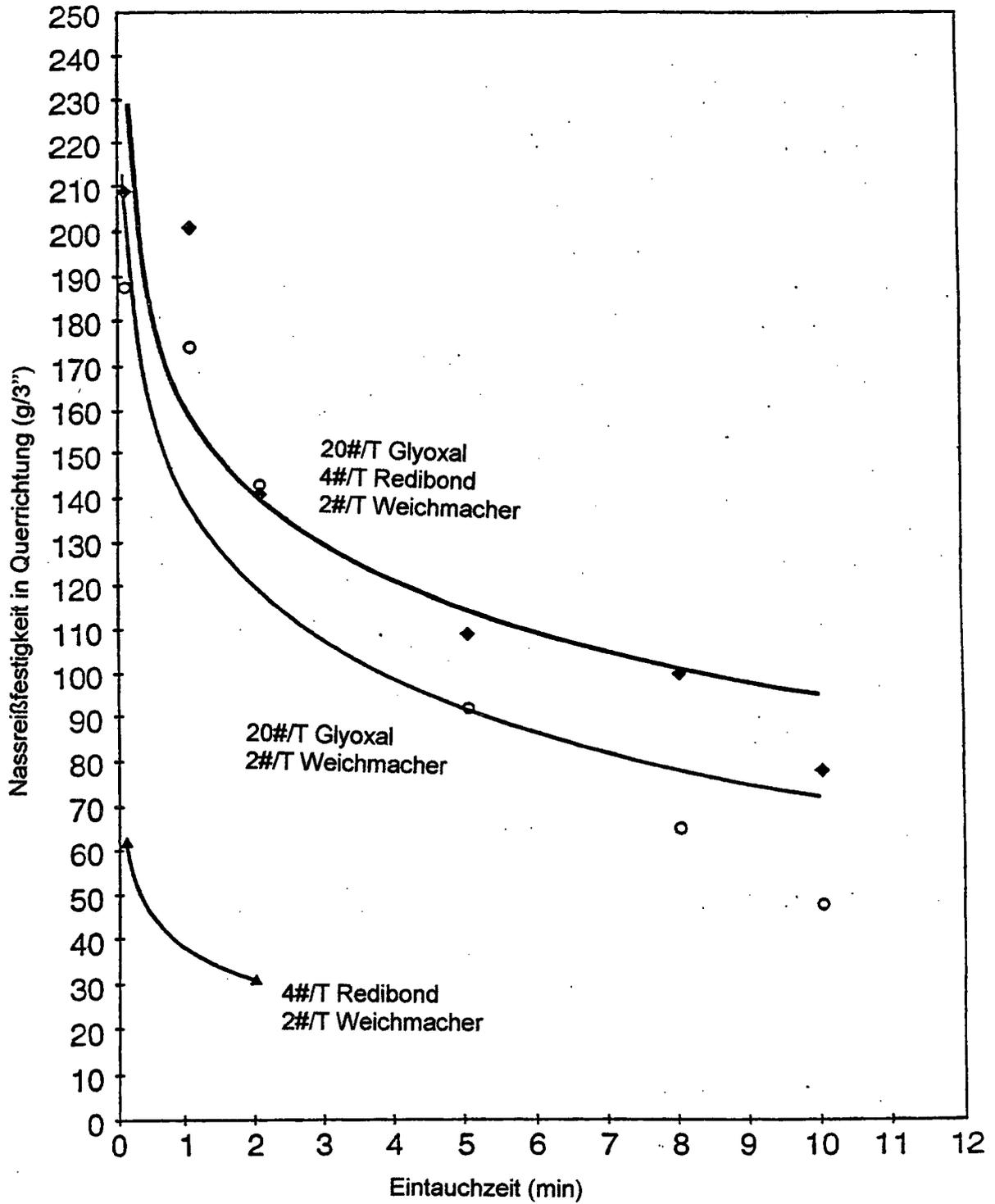


FIG. 9

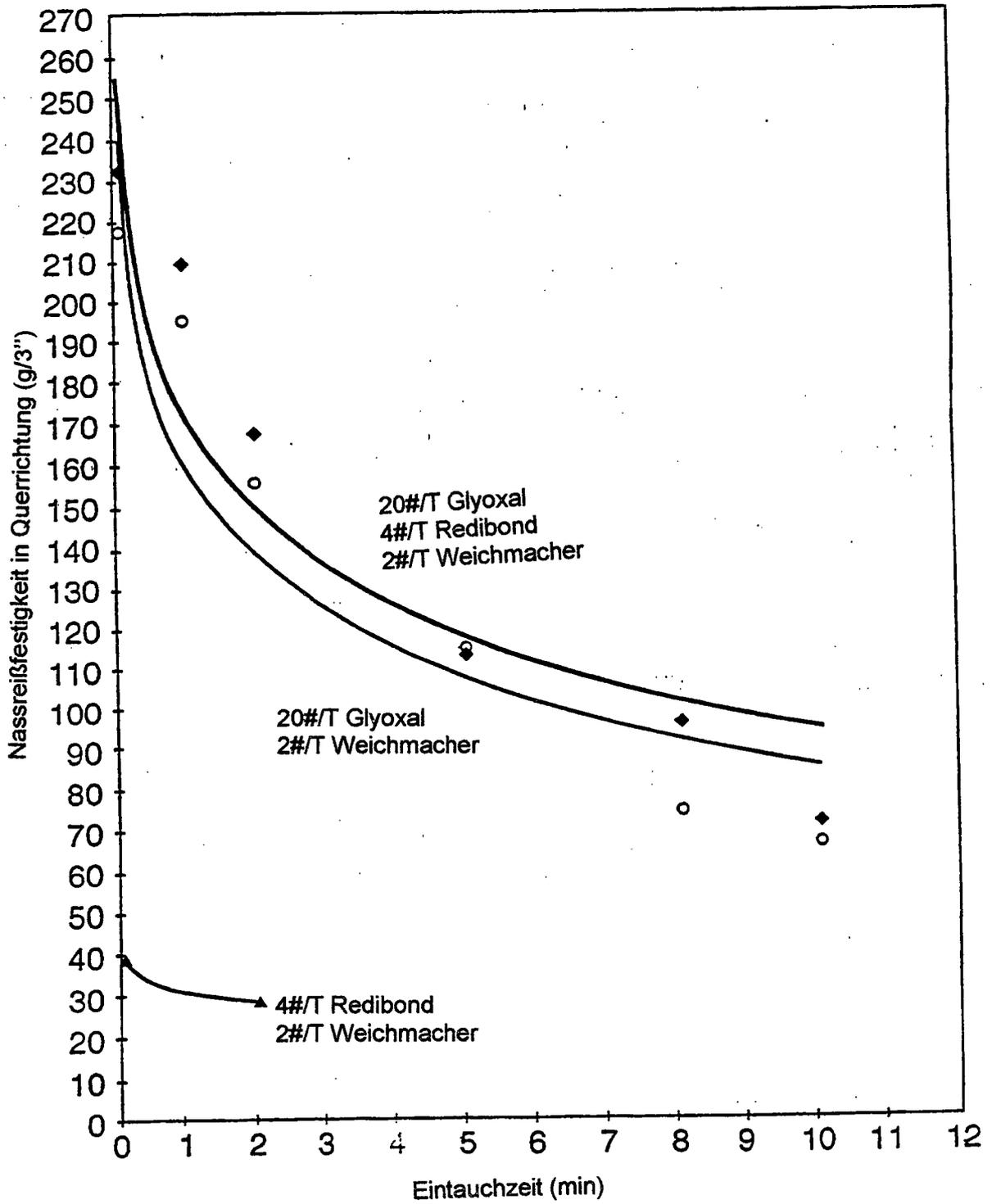


FIG. 10

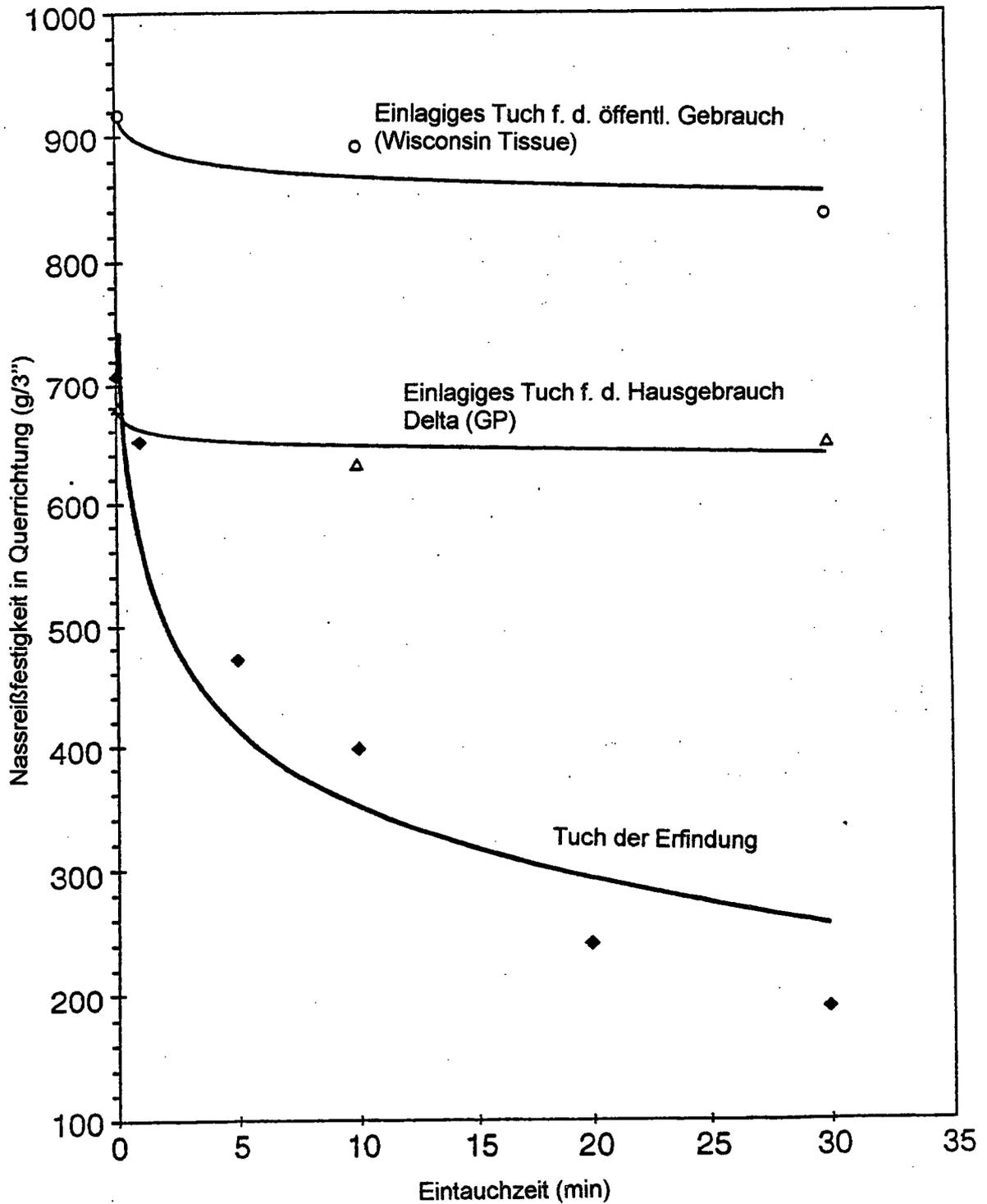


FIG. 11

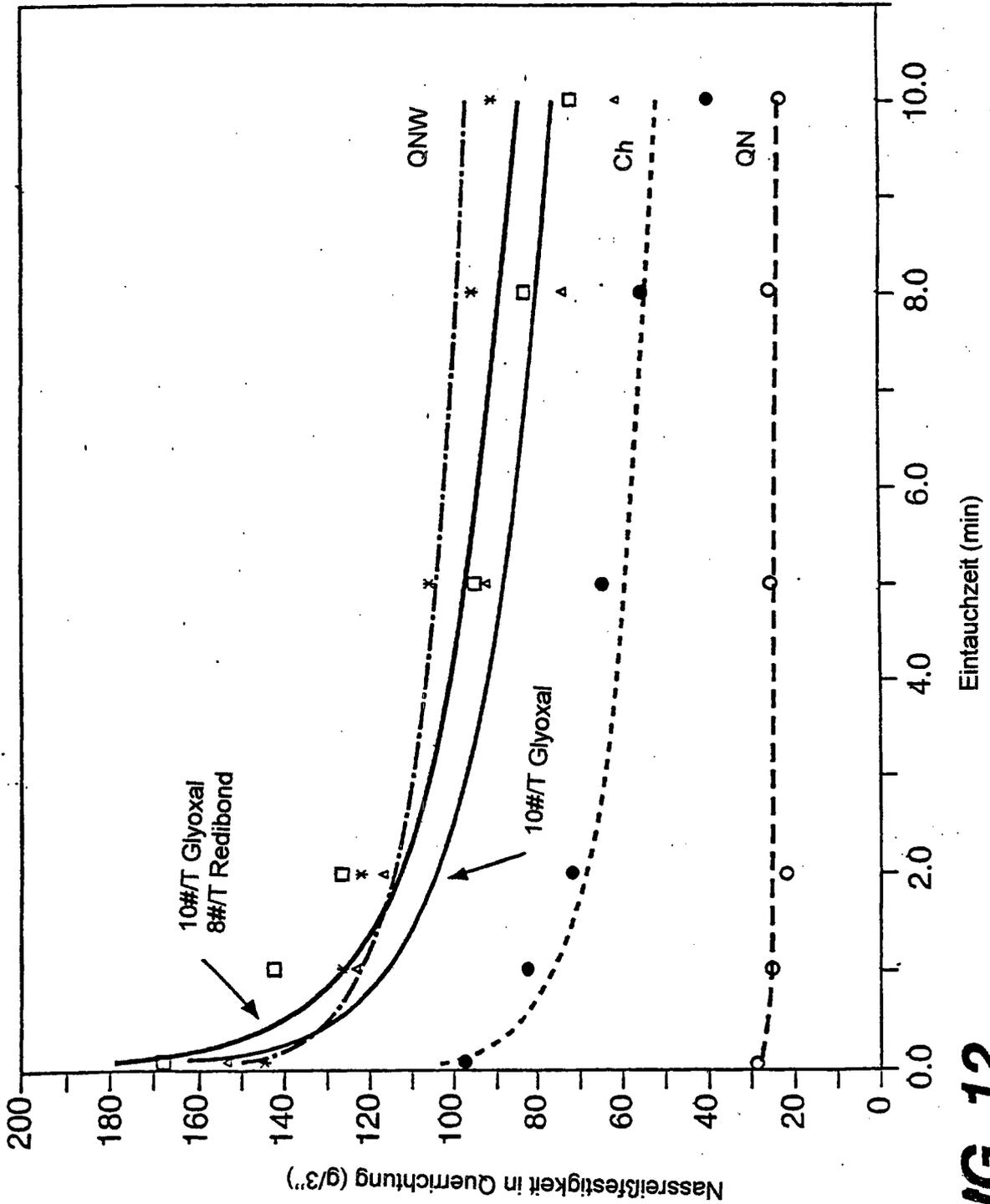


FIG. 12

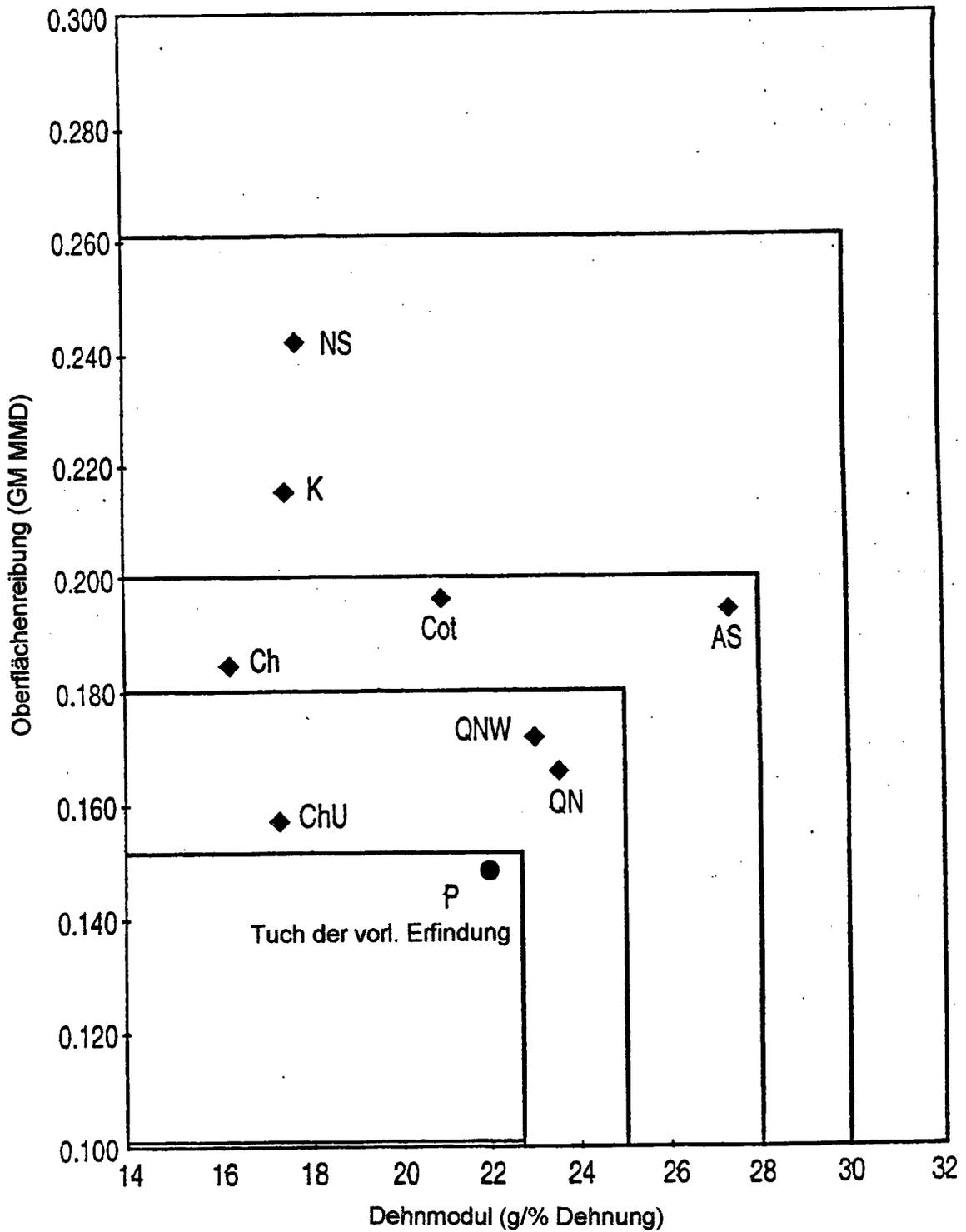


FIG. 13

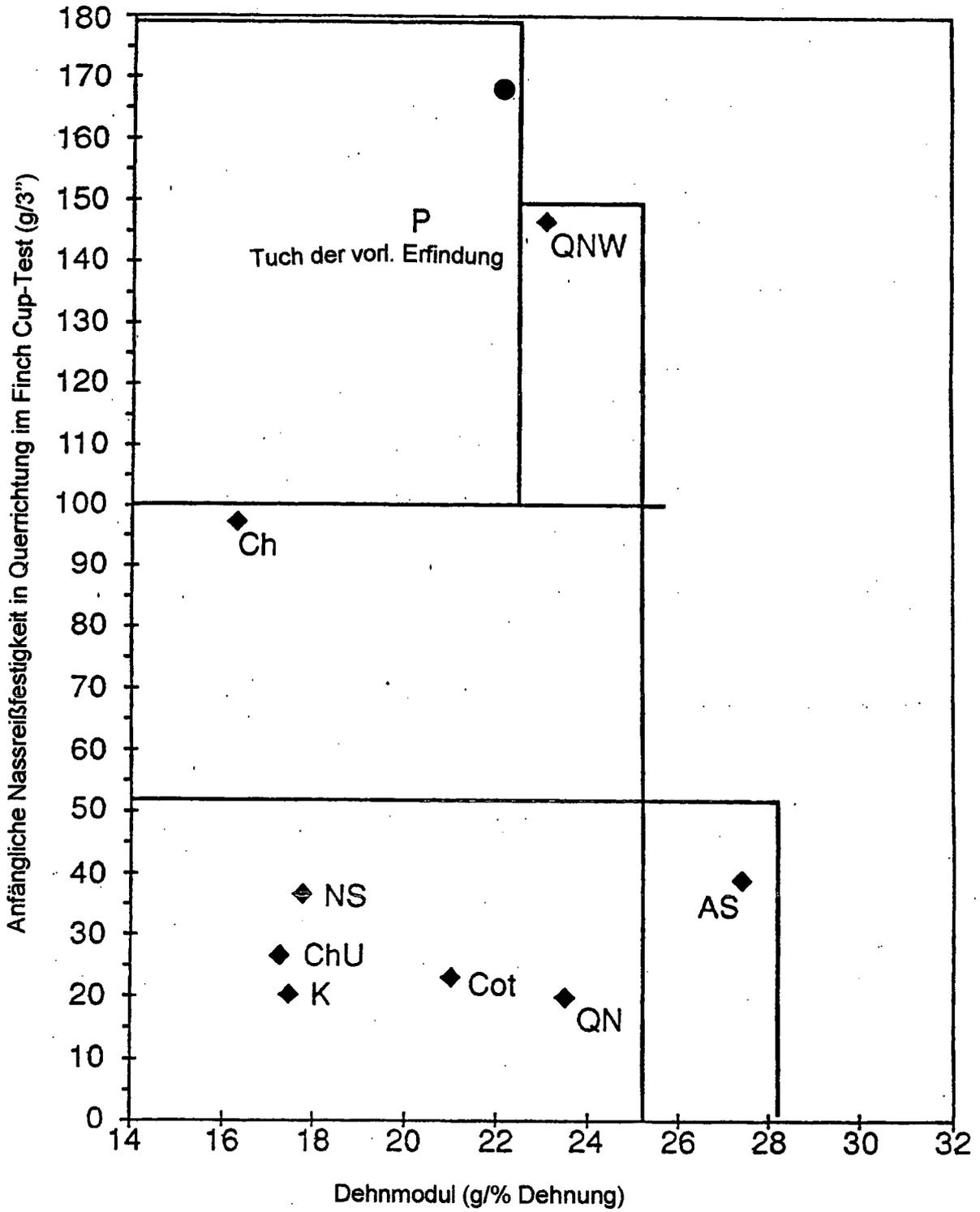


FIG. 14

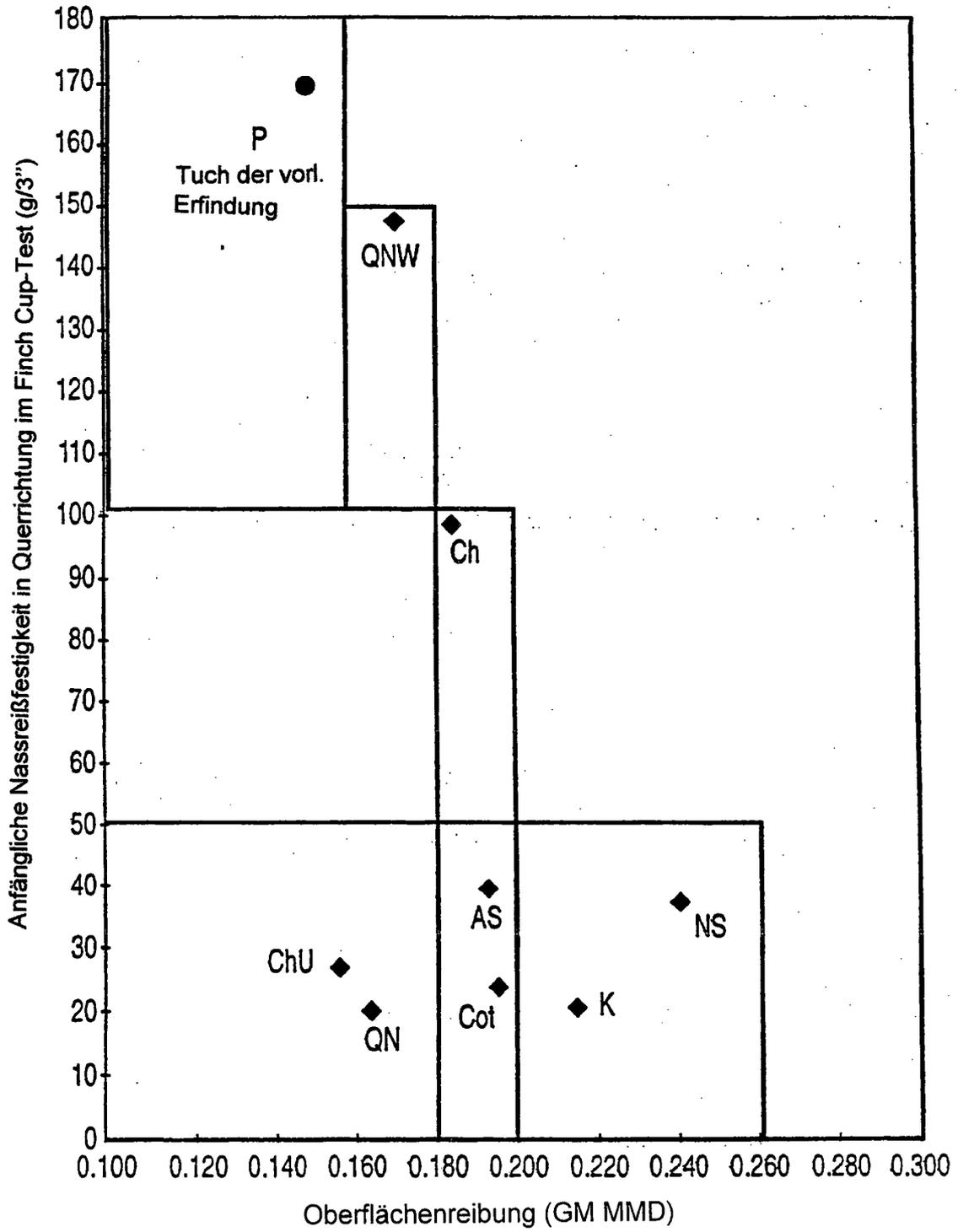


FIG. 15

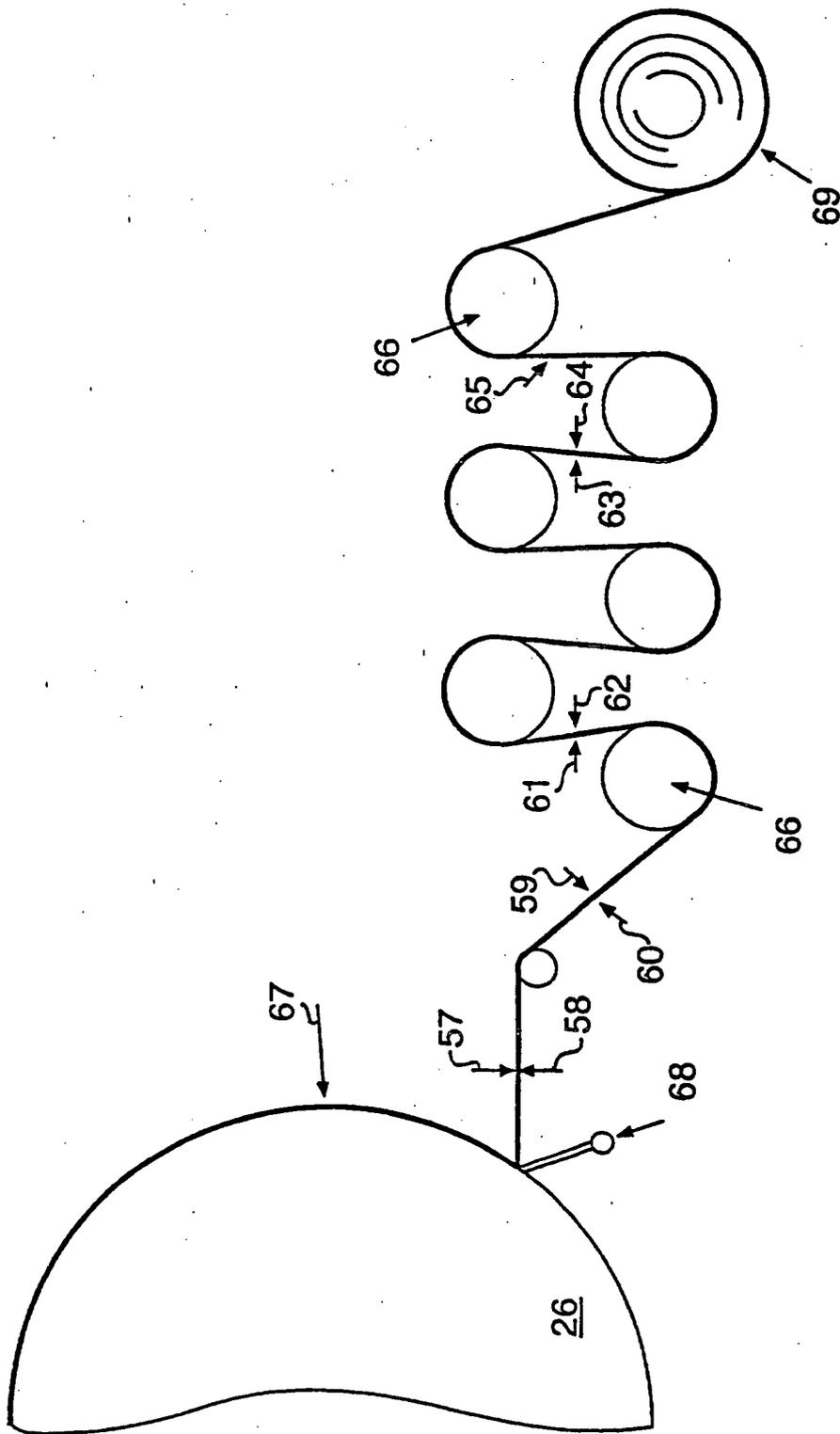


FIG. 16