



(19)
Bundesrepublik Deutschland
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 696 32 058 T2** 2004.08.26

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 0 857 230 B1**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **696 32 058.4**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US96/16477**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **96 937 684.7**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 97/015711**

(86) PCT-Anmeldetag: **15.10.1996**

(87) Veröffentlichungstag
der PCT-Anmeldung: **01.05.1997**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **12.08.1998**

(97) Veröffentlichungstag
der Patenterteilung beim EPA: **31.03.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **26.08.2004**

(51) Int Cl.7: **D21C 9/00**

C12P 19/34, C09D 5/02

(30) Unionspriorität:

547745 26.10.1995 US

(73) Patentinhaber:

Kimberly-Clark Worldwide, Inc., Neenah, Wis., US

(74) Vertreter:

Diehl, Glaeser, Hiltl & Partner, 80333 München

(84) Benannte Vertragsstaaten:

BE, DE, ES, FR, GB, IT, NL, SE

(72) Erfinder:

**LAZORISAK, W., Nicholas, Hockessin, US;
SCHMITT, F., John, West Chester, US; SMITH,
Reginald, Wilmington, US**

(54) Bezeichnung: **HERSTELLUNG VON WEICHEN PAPIERPRODUKTEN AUS FASERN MIT HOHER UND GERINGER GROBHEIT**

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

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0001] Bei jedem Papierherstellungsverfahren besteht ein Zusammenhang zwischen Fasergrobheit und Produktqualität hinsichtlich der Weichheit oder dem Griff des Produktes. Teure Fasern von hoher Qualität, wie z. B. gebleichte nordische Kraft-Weichholzfasern (Northern Kraft Softwood Fibers) sind fein und biegsam und ergeben Tissueprodukte von hoher Qualität. Im Gegensatz dazu ergibt das mechanische Pulpen von Weichhölzern grobe, steife Fasern, die typischerweise bei der Herstellung von Zeitungspapier verwendet werden. Zeitungen enthalten einen übermäßigen Anteil an groben Ertragsfasern, typischerweise Fasern von Steinschliff (stone groundwood – SGW), thermomechanischem Holzstoff (thermomechanical pulp – TMP) und/oder chemisch-thermomechanischem Holzstoff (chemithermomechanical pulp – CTMP). Solche groben Zeitungspapierfasern werden üblicherweise stark verfeinert, um Brüche und Fibrillierungen zu verursachen, die dazu beitragen, dem entstehenden Zeitungspapier Festigkeit zu verleihen. Ein solches Verfeinern verändert die "Freeness" (freeness) der groben Fasern von Fasern mit "hoher" Freeness zu Fasern mit "geringer" Freeness. Wenn solche verfeinerten groben mechanischen Fasern in einem Tissueherstellungsverfahren verwendet werden, ist das entstehende Blatt nicht weich und weist daher schlechte Tissueeigenschaften auf. Eine aktuelle eingehende Besprechung der Beziehung zwischen Tissueweichheit und Fasergrobheit ist in der Kanadischen Patentschrift Nr. 2,076,615 enthalten.

[0002] Versuche, weiche Tissueprodukte oder handtuchähnliche Sanitärpapierprodukte aus einer Mehrheit an Ertragsfasern wie z. B. CTMP-, TMP- oder SGW-Pulpe herzustellen, sind nicht erfolgreich gewesen. Ebenso war die Herstellung von weichen Tissue- und Handtuchprodukten durch Recycling alter Zeitungen nicht sehr erfolgreich, zum Teil da die vorherrschende Faser in Zeitungspapier oder in alten Zeitungen grobe Ertragsfasern mit geringer Freeness sind.

[0003] Andere erschwerende Faktoren bei der Herstellung weicher Tissue- und Handtuchprodukte durch Recycling alter Zeitungen sind Schwierigkeiten mit dem Betrieb der Papiermaschine, die durch schlechte Entwässerung hervorgerufen werden, die mit der geringen Freeness der Fasern zusammenhängt, und Probleme, die durch hohe Mengen an Staub und anderen Substanzen verursacht werden, die sich von den Fasern trennen und sich im Wassersystem (Siebwasser) der Papiermaschine ansammeln. Diese Materialien machen es schwierig, das Tissueblatt vom Yankee-Trocknerzylinder zu krepfen, und machen es daher notwendig, die Papiermaschine zu Bedingungen zu betreiben, die keine maximale Weichheit ergeben.

[0004] Die vorliegende Erfindung löst diese Schwierigkeiten durch enzymatisches Modifizieren der Fasern und Hinzufügen von Ölen von der Art, wie sie in Zeitungstinte verwendet werden, zu den Fasern von hoher Grobheit, während die Fasern bei einer Temperatur gehalten werden, die ausreichend ist, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können, wodurch die Fasern erweicht werden und ihnen Loslöseeigenschaften verliehen werden, die beim Kreppschritt auf der Papiermaschine helfen. Für wiederverwertetes Zeitungspapier werden die Fasern enzymatisch modifiziert und Öle von der Art, wie sie in Zeitungspapier-tinte verwendet werden, hinzugefügt, während die Fasern auf einer Temperatur gehalten werden, die ausreichend ist, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können, und ein Teil der Drucköle wird in den Fasern gehalten, wodurch die Fasern erweicht werden und biegsamer gemacht werden, was beim Kreppschritt auf der Papiermaschine hilft. In der Folge sind bislang unerreichbare Grade an Weichheit bei Tissues und Handtüchern bei der vorliegenden Erfindung unter Verwendung von Fasern mit hoher Grobheit oder wiederverwerteten Zeitungspapierfasern möglich.

[0005] Verfahren zur Verbesserung der Weichheit von Tissueprodukten unter Verwendung von Fasern mit geringer Grobheit durch Lotionisieren der Oberfläche des Tissueproduktes sind entwickelt worden. Diese Verfahren werden allerdings auf das Tissueprodukt angewendet, bevor es in das endgültige Produkte umgewandelt wird. Es wäre wünschenswert, ein Verfahren zum Erreichen dieser Weichheitsziele ohne die Kosten und Kompliziertheit der derzeitigen Verfahren bereitzustellen.

[0006] Herkömmliches Recycling von alten Zeitungen, um Fasern zu erhalten, die vergleichbar mit der Art von Fasern sind, die ursprünglich verwendet worden sind, um das Zeitungspapier herzustellen, ist auf dem Fachgebiet bekannt als "Deinking" und umfasst typischerweise das Pulpen, Waschen (üblicherweise mit oberflächenaktiven Stoffen), Sieben, Zentrifugalreinigen, Löslichmachen unlöslicher Verunreinigungen (üblicherweise durch starke ätzende Behandlungen), Waschen und Bleichen der Fasern, um den Vergilbungseffekten der ätzenden Behandlungen entgegenzuwirken.

[0007] Der erste Schritt beim herkömmlichen Recycling von alten Zeitungen ist, das Papier in einzelne Fasern in Wasser zu trennen, um eine Pulpenaufschlammung zu bilden. Oberflächenaktive Mittel und Ätzmittel werden hinzugefügt, um die Anlösung und Trennung von Verunreinigungen von den Fasern zu ermöglichen. Darauf folgt das Entfernen von Tinten und Verunreinigungen von den Fasern durch eine Kombination aus verschiedenen Verfahrensschritten, wie z. B. Sieben, Zentrifugalreinigung, Waschen, Flotation und ähnliches. Die Sieb- und Zentrifugalreinigungsschritte entfernen große Verunreinigungen, wie z. B. Papierklammern, Klammern

mern, Plastikteile usw. Der Hauptzweck der Wasch- und Flotationsschritte ist, Verunreinigungen im Wasser zu suspendieren und die Verunreinigungen von den Fasern zu entfernen. Wenn Ätzmittel verwendet wird, um die Entfernung der Verunreinigungen zu ermöglichen, tritt unglücklicherweise eine gewisse Vergilbung der Fasern auf Grund der ätzenden Behandlung auf. Nach oder während der ätzenden Behandlung und des Waschens werden die Fasern üblicherweise gebleicht (z. B. mit Wasserstoffperoxid), um dem Vergilbungseffekt des Ätzmittels entgegenzuwirken oder um bessere Fasern herzustellen, die eine größere Helligkeit aufweisen als die Fasern im ursprünglichen Altpapier. Gereinigte, von Verunreinigungen befreite und gebleichte Fasern werden üblicherweise mit frischen Fasern gemischt und dann in einem Papierherstellungsverfahren verwendet, für das die Fasereigenschaften geeignet sind. Da die Ausgangsfasern zeitungspapierartige Fasern sind, d. h. grobe Fasern von geringer Freeness und geringer Helligkeit, werden solche wiederverwertete Fasern meistens wieder verwendet, um leeres Zeitungspapier herzustellen. Sie sind im Allgemeinen auf Grund ihrer hohen Grobheit und ihrer geringen Freeness nicht geeignet für die Herstellung von weichen Tissueprodukten, wenn sie nicht mit einer Mehrheit an Fasern von höherer Qualität, wie z. B. gebleichter nordischer Weichholz-Kraftpulpe (Nothern Softwood Kraft Pulp), gemischt werden.

[0008] Herkömmliches Pulpen von verwendetem Zeitungspapier, um wiederverwertete Zeitungspapierfasern zu erhalten, wird üblicherweise in einem Pulper mit hohem Abrieb bei einem Fasergehalt von 4–8% und bei 32,2–71,1°C (90°F–160°F) für 20 bis 60 Minuten durchgeführt in Abhängigkeit von der genauen Art von Altpapier, das verarbeitet wird. Ätznatron oder andere alkalische Substanzen, wie z. B. Natriumsilikat, werden allgemein verwendet, um den pH-Wert der Pulpenaufschlämmung auf pH 9–10 zu erhöhen, um beim Trennen der Fasern (Entfasern) zu helfen und auch um die Tinten zu lockern und Schmutz von der Faser zu trennen. Bei einem alkalischen pH-Wert werden Pflanzenöle in den Tinten verseift, während mineralische Öle durch die Kombination aus alkalischem pH-Wert, Seifen und oberflächenaktiven Mitteln emulgiert werden, von denen alle die Entfernung von Ölen während des Waschens verbessern. Eine oberflächenaktive Deinkhilfe (für höhere pH-Bereiche) wird üblicherweise hinzugefügt, um weiter beim Entfernen von Tinten von der Faser zu helfen. Der Ätzschritt in Recyclingverfahren von altem Zeitungspapier, um gut gereinigte Qualitätsfasern zu erhalten, verursacht ein Quellen der Fasern und löst üblicherweise viele Bestandteile an. Zusätzlich zum Verseifen der Drucköle auf Pflanzenbasis verseift ein Ätzmittel auch natürliche organische Säuren, die typischerweise in alten Zeitungen vorliegen, um die entsprechenden Seifen der verseifbaren Materialien herzustellen. Die verseiften Pflanzenöle und organischen Säuren, die so gebildet werden, helfen bei der Entfernung von anderen Verunreinigungen von den Fasern, wie z. B. nichtverseifbaren Druckölen (Mineralöl). Diese Substanzen werden in der Folge von den Fasern durch Waschen und/oder Flotation nach der Ätzbehandlung entfernt.

[0009] Ein Hauptrecycler von alten Zeitungen, Garden State Paper, beschreibt in aktuellen Artikeln von Zeitschriften, von denen einer den Titel "The Big "D": Getting Rid of the Ink in Recycled Fiber" trägt und in der Zeitschrift Paper Age, 1991 Recycling Annual, auf Seite 23 und 50 erschienen ist, und der andere Artikel den Titel "Recycling From the Newsprint Perspektive" auf Seite 9, 12 und 13 des selben 1991 Recycling Annual trägt, (Paper Age, 1991 Recycling Annual), sein Zeitungspapierrecycling- und Deinkverfahren als Reinigung und Siebung, gefolgt von einer Serie von 3 Waschvorgängen, die durch die Zugabe von Chemikalien ermöglicht werden, um die Drucköle und Harze zu emulgieren. Wiederum ist es das Ziel dieses Verfahrens, Drucktintenbestandteile einschließlich Öle so vollständig als möglich zu entfernen. Das ist besonders wichtig, da die wiederverwertete Zeitungspapierfaser zu leerem Zeitungspapier gemacht werden, das keine angemessene Helligkeit oder Festigkeit aufweisen würde, wenn die Tintenbestandteile nicht entfernt würden.

[0010] Ein gemeinsamer Bestandteil von Deinksystemen für Zeitungsabfälle beinhaltet das Trennen von Tinte von den Fasern und das Entfernen der Tinte typischerweise durch Wasch- und Flotationsschritte. Obwohl herkömmliche alkalische Deinkchemikalien sehr wirksam beim Deinken sind, sind sie bekannt für den Nachteil, dass sie die Helligkeit verringern. Aktuelle Forschung ist auf das Vermeiden von alkalischen Deinkchemikalien in Deinksystemen ausgerichtet.

[0011] Aktuelle Entwicklungen beim Deinken von Altpapier (U.K. Patentanmeldung 2,231,595, veröffentlicht am 21. 11. 1990 mit dem Titel "Deinking Water Printed Paper Using Enzymes", und eine Publikation der North Carolina State University mit dem Titel "Enzymatic Deinking of Flexographic Printed Newsprint: Black and Colored Inks") behandeln die Verwendung von Enzymen, um bei der Ablösung und Entfernung von Tinten von den Fasern zu helfen. Diese Verfahren beschreiben die Verwendung von Enzymen, wie z. B. Cellulase, Pektinase, Xylanase und Hemicellulase, um die Tintenentfernung ohne die negativen Auswirkungen von Ätzbehandlung auf die Helligkeit zu ermöglichen zusammen mit der Anwendung von Flotation, um die angehäuften Tintenpartikel zu entfernen. Da Drucköle leichter als Wasser sind, können sie leicht durch Flotationsbehandlung entfernt werden, insbesondere im Hinblick auf die Chemikalien, die hinzugefügt werden, um die Trennung zu unterstützen. Ein Schriftstück, das bei der Fifth International Conference on Biotechnology von 27. bis 30. Mai 1992 in Kyoto, Japan, mit dem Titel "Enzyme Deinking of Newsprint Waste" von John A. Heitmann, Thomas W. Joyce und D. Y. Prasad präsentiert wurde, beschrieb die an der Abteilung für Wood and Paper Science, North Carolina State University, Raleigh, North Carolina, stattfindende Forschung. Der Artikel beschrieb die Verwendung von sauren Flotations-Deinksystemen, in denen die einzigen verwendeten Chemikalien Enzyme,

Calciumchlorid und ein oberflächenaktives Mittel waren. Die Enzyme waren ein Präparat, das sowohl Cellulase als auch Hemicellulase enthielt. Anstiege der Freeness und der Helligkeit wurden bemerkt. Allerdings ist der wichtige Unterschied, dass das beschriebene saure Flotations-Deinksystem die Tinte zusammen mit ihren assoziierten Ölen entfernt.

[0012] Noch aktueller ist Pulpen mit hohem Fasergehalt (13–18%) für das Recycling alter Zeitungen eingesetzt worden. Diese Art von Pulpentechnologie nützt den zusätzlichen Effekt des Scheuerns/Knetens zwischen den Fasern/Papieren bei höherem Fasergehalt zum Entfasern und zur Unterstützung der Trennung der Tinten von den Fasern. Im Allgemeinen sind die Pulpentemperatur, Zeit und die chemischen Zusätze die selben wie beim Pulpen mit geringerem Fasergehalt, wie oben beschrieben.

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0013] Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Herstellung weicher Tissueprodukte durch Behandeln der Faser vor der Blattbildung bereit. Es ist bekannt, dass die Fasergrobheit ein beitragender Faktor bei der Herstellung von weichen Tissueprodukten ist. Die vorliegende Erfindung stellt ein Verfahren zur Modifizierung von Fasern mit hoher Grobheit und Fasern mit geringer Grobheit bereit, um das Weichheitspotential der Fasern zu verbessern.

[0014] Das Weichheitspotential von frischen chemischen Fasern und wiederverwerteten Fasern kann erhöht werden durch die Zugabe von Pflanzenölen, z. B. Sojaöl, Leinöl, Rizinusöl, Safloröl, Olivenöl, Erdnussöl oder ihren Fettsäureesterderivaten; Mineralölen oder Lanolinölen und ihren ethoxylierten, acetylierten oder Esterderivaten, während die Fasern bei einer Temperatur gehalten werden, die ausreichend ist, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden. Die behandelten Fasern werden dann einer geeigneten Enzym- und Dispergierbehandlung unterworfen.

[0015] Frische, grobe Ertragsfasern (z. B. Steinschliff, thermomechanische Holzstoffe und chemischthermomechanische Holzstoffe) können für die Herstellung von weichen tissueartigen Produkten geeignet gemacht werden durch Zugabe von Ölen, die typischerweise in Zeitungstinten zu finden sind, und indem die absichtlich ölbehandelten frischen Fasern einer geeigneten Enzymbehandlung unterworfen werden. Neuartige Fasern und Sanitärpapierprodukte, die eine Mehrheit an enzymbehandelten, groben, ertragsartigen Fasern, die ölhaltige Materialien aufweisen, enthalten, werden gemäß der vorliegenden Erfindung hergestellt. Enzymbehandlung verwendet ein oder mehrere Enzyme, die ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Cellulase, Hemicellulase, wie z. B. Xylanase, und Lipase.

[0016] Das Verfahren zur Herstellung von Sanitärpapierprodukten aus frischen oder wiederverwerteten Cellulose-Fasern, das hier offenbart ist, umfasst:

- (a) Pulpen der Cellulose-Fasern in Wasser unter Bewegung, um eine Pulpenaufschlammung bei einem Fasergehalt von etwa 3% bis etwa 18% und einem pH-Wert unterhalb von etwa 8,0 zu erzeugen;
- (b) Zugabe zur Aufschlammung eines Enzyms, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Cellulase, Hemicellulase und Lipase und Halten der Pulpenaufschlammung bei einer Temperatur oberhalb von etwa 37,7°C (etwa 100°F) für wenigstens 15 Minuten;
- (c) Entwässern der Pulpenaufschlammung auf einen Fasergehalt von etwa 25% bis etwa 35%;
- (d) Zerkrümeln der entwässerten Pulpe, wodurch Faserkrümel erzeugt werden;
- (e) Leiten der Faserkrümel durch einen Faserdispergierer, während die Fasern bei einer Temperatur von etwa 82,2°C (etwa 180°F) gehalten werden, und Mischen eines Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinöls oder ihrer Derivate mit den Fasern; und
- (f) Verwenden der Enzym-behandelten Fasern als eine Faserquelle in einem Papierherstellungsverfahren zur Erzeugung von Sanitärpapierprodukten.

[0017] Ein Sanitärpapierprodukt kann aus Cellulose-Fasern hergestellt werden und weist ein Flächengewicht von zwischen 11,9 g/m² (7 pounds per ream) und 68 g/m² (40 pounds per ream), eine normierte Zugfestigkeit (Normalized Tensile Strength) (metrisch) zwischen 5,0 und 20,0 auf und enthält etwa 0,2 bis 5,0% eines Öls ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinölen oder ihren jeweiligen Derivaten.

KURZE BESCHREIBUNG DER ZEICHNUNGEN

[0018] **Fig. 1** zeigt grafisch die Beziehung zwischen Fasergrobheit und Tissueweichheit, die auf herkömmliche Weise durch Herstellungsverfahren für leichte Trockenkrepp tissues erreicht wird, und die überlegenen Ergebnisse, die durch die vorliegende Erfindung erreicht werden.

[0019] **Fig. 2** ist eine tabellarische Darstellung der Versuchsergebnisse von Beispiel 1 und 2. Zusätzlich umfasst **Fig. 2** die Versuchsergebnisse von US-Patentanmeldung Seriennummer 08/268,232, eingereicht am 29. Juni 1994.

[0020] **Fig. 3** ist eine tabellarische Darstellung der unterschiedlichen Reaktion zwischen der Verwendung eines Castoröls und eines Mineralöls.

[0021] **Fig. 4** ist eine tabellarische Darstellung einer Kontrollprobe mit und ohne Behandlung.

BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG UND DER BEVORZUGTEN AUSFÜHRUNGSFORM

[0022] Die vorliegende Erfindung basiert auf der Entdeckung, dass ertragsartige Cellulose-Fasern (d. h. Fasern, die vorwiegend durch mechanische Trennung von Holzfasern hergestellt werden und typischerweise wenigstens 80 Gew.-% des Ausgangsmaterials enthalten,) sehr weiche tissueartige Produkte erzeugen können, die Produktqualitäten aufweisen, die mit Tissueprodukten vergleichbar sind, die aus teuren gebleichten nordischen Weichholz-Krafftfasern (Northern Softwood Kraft Fibers) hergestellt werden. Diese Cellulose-Fasern umfassen Fasern von hoher Grobheit, die eine Grobheit von mehr als 17 mg/100 Meter aufweisen, und Fasern von geringer Grobheit, die eine Grobheit von weniger als 18 mg/100 Meter aufweisen.

[0023] Insbesondere können weiche tissueartige Produkte aus diesen Arten von Cellulose-Fasern durch Zugabe eines Öls, ausgewählt aus einer Gruppe bestehend aus Mineralölen, Pflanzenölen, Lanolinölen und Ölen vom kosmetischen Typ, hergestellt werden, während die Fasern bei einer Temperatur gehalten werden, die ausreichend ist, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können.

[0024] Bevor diese Öle hinzugefügt werden, werden die Cellulose-Fasern einer Enzymbehandlung unterworfen. Weiche Papierprodukte werden dann mit den ölbehandelten und Enzym-modifizierten Fasern erzeugt. In der Praxis der vorliegenden Erfindung ist es ausschlaggebend, dass eine ausreichende Menge an Ölen auf oder in den Fasern ist, bevor Tissue oder andere Arten von Sanitärpapierprodukten (z. B. Handtücher, Servietten und Gesichtstücher) aus solchen Fasern hergestellt werden.

[0025] Es ist in der Praxis der vorliegenden Erfindung ausschlaggebend, dass eine ausreichende Menge an Ölen, die typischerweise in verwendeten Zeitungen zu finden sind, auf oder in den Fasern ist, bevor Tissue oder andere Arten von Sanitärpapierprodukten (z. B. Handtücher, Servietten und Gesichtstücher) aus solchen Fasern hergestellt werden.

[0026] In einer Ausführungsform werden bei dem Verfahren der vorliegenden Erfindung frische Cellulose-Fasern als Ausgangsmaterial verwendet. Die frischen Cellulose-Fasern werden gepulpt, um eine Aufschlammung zu erzeugen, die einen Fasergehalt zwischen etwa 3% und etwa 18% und einen pH-Wert unterhalb von etwa 8 aufweist. Die Aufschlammung wird dann mit einem oberflächenaktiven Mittel und einem Enzym, wie z. B. einer Cellulase, Xylanase oder Lipase oder einer Kombination von solchen Enzymen bei einer Temperatur von über etwa 37,7°C (etwa 100°F) für wenigstens 15 Minuten behandelt. Nachdem das Enzym hinzugefügt worden ist, wird die Aufschlammung auf einen Fasergehalt von etwa 25% bis etwa 35% entwässert. Die entwässerte Aufschlammung wird dann zerkrümelt, wodurch Faserkrümel erzeugt werden. Die Faserkrümel werden dann durch einen Faserdispersierer geleitet und mit einem Öl; ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinölen oder ihren Derivaten, gemischt bis zu dem Punkt, wo das fertige Papierprodukt immer noch absorbierend und ästhetisch ansprechend ist. Vorzugsweise werden etwa 0,2% bis etwa 5,0% des ausgewählten Öls dazugemischt, während die Fasern bei einer Temperatur von etwa 82,2°C (etwa 180 °F) gehalten werden. Die aufgeschlammte, Enzym-behandelte Pulpe wird dann als Quelle im herkömmlichen Sanitärpapier-Herstellungsverfahren, vorzugsweise einem Tissue-Herstellungsverfahren verwendet.

[0027] Das Pulpverfahren der vorliegenden Erfindung umfasst, wenn frische Fasern von hoher oder geringer Grobheit verwendet werden, vorzugsweise das Pulpen der Fasern bei einem Fasergehalt von 6–9% und einer erhöhten Temperatur, vorzugsweise etwa 49–82,2°C (etwa 120°F–180 °F). Die Fasern werden durchgehend für einen Zeitraum gepulpt, der ausreichend ist, um die Pulpe zu entfasern und sie für die Reaktion mit dem Enzym und/oder der oberflächenaktiven Mischung vorzubereiten. Vorzugsweise werden die Fasern für etwa 15 bis 60 Minuten gepulpt. Die Aufschlammung wird dann zu einer Haltebütte/Blend übertragen, wo die Bedingungen auf eine Temperatur und einen pH-Wert eingestellt werden, die ausreichend sind für eine Reaktion mit dem Enzym und der oberflächenaktiven Mischung. Die bevorzugten Temperaturbedingungen sind etwa 49–60°C (etwa 120°F–140 °F) mit einem pH-Wert zwischen 4 und 7. Das oberflächenaktive Mittel und die Enzyme werden dann zu der Pulpenaufschlammung zugegeben und mit den Fasern für einen Reaktionszeitraum von etwa 15 Minuten bis etwa 30 Minuten reagieren gelassen, um die Behandlung abzuschließen. Der pH-Wert wird dann auf etwa 7 eingestellt, und die Pulpe wird durch eine Presse, wie z. B. eine im Handel erhältliche Andritz-Presse, auf einen Fasergehalt zwischen etwa 25% und etwa 35% entwässert. Die entwässerte Pulpe wird dann zerkrümelt unter Verwendung einer im Handel erhältlichen Zerkrümelvorrichtung, wie z. B. jener von Scott Equipment Co., New Prague, MN, um Faserkrümel herzustellen. Die Faserkrümel werden dann durch einen Faserdispersierer, wie z. B. einen im Handel erhältlichen Micar, hergestellt von The Black Clawson Company, Middletown, Ohio, geleitet und mit Öl, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinölen oder ihren Derivaten, gemischt, während die Fasern bei einer Temperatur von etwa 82,2°C (etwa 180°F) gehalten werden.

[0028] Der Faserdispersierer ist so angeordnet, dass er in der Lage ist, (1) Dampf einzuleiten, so dass die

Fasern eine Temperatur von etwa 82,2°C (etwa 180°F) behalten, und (2) so dass das ausgewählte Öl mit den Faserkrümeln vermischt werden kann.

[0029] Die Menge an Öl, die hinzugefügt und gemischt wird, variiert von etwa 0,2% bis etwa 5,0% in Abhängigkeit vom Gewicht der trockenen Fasern. Die Fasern werden bei einer Temperatur gehalten, die ausreicht, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können. Die Fasertemperatur wird vorzugsweise bei etwa 82,2°C (180 °F) gehalten, indem Dampf eingeleitet wird, wenn das ausgewählte Öl mit den Fasern gemischt wird.

[0030] Zusätzliches Sieben ist bei den frischen Fasern unnötig, obwohl Sieben und/oder Zentrifugalreinigen angewendet werden können, um allfällige große Verunreinigungen zu entfernen, um die Papiermaschine zu schützen. Wahlweise kann ein beschränktes Waschen der Enzym-behandelten und ölhaltigen Pulpe auf der Papiermaschine durchgeführt werden durch Verwendung der ungewaschenen Pulpe in einem Fasermaterial zur Papierherstellung auf einer Papiermaschine.

[0031] Vorzugsweise sind der Aufschlämmungs- und der Enzymbehandlungsschritt die selben, wenn frische Cellulose-Fasern oder alte Zeitungen verwendet werden. Diese Behandlung wird in mehreren Stadien durchgeführt, beginnend mit dem Aufschlämmen der Cellulose-Fasern oder des Zeitungspapieres bei einem Fasergehalt zwischen etwa 3% und 18% mit oder ohne oberflächenaktives Mittel und vorzugsweise bei einer Temperatur der Pulpenaufschlämmung zwischen etwa 37,7 und 82,2°C (etwa 100°F und 180°F) und dem Halten der erhöhten Temperatur für wenigstens etwa 15 Minuten. Dem folgt das Einstellen des pH-Wertes und das Verringern der Temperatur der Pulpenaufschlämmung auf eine Temperatur und einen pH-Wert, die geeignet sind zum Aufrechterhalten aktiver Enzymbedingungen. Bevorzugte Enzymbehandlungsbedingungen sind ein pH-Wert von 4 bis 7 und eine Temperatur unterhalb von etwa 60°C (etwa 140 °F) und vorzugsweise über etwa 37,7°C (etwa 100°F). Wenn das Pulpen der frischen groben Fasern oder Zeitungen unter Bedingungen durchgeführt wird, die auch geeignet sind für eine Enzymbehandlung, können der Pulp- und der Enzymbehandlungsschritt kombiniert werden.

[0032] Wenn das Pulpen und die Enzymbehandlung zu einem einzigen Schritt kombiniert werden, können das Enzym und ein oberflächenaktives Mittel entweder vor oder nach der Zugabe der frischen Fasern oder Zeitungen für das Pulpen zum Wasser hinzugefügt werden. Ein oberflächenaktives Mittel, z. B. von der Art, wie es typischerweise bei der Entfernung von Verunreinigungen in Zeitungspapier-Recyclingverfahren verwendet wird, wird zur Pulpenaufschlämmung hinzugefügt. Ein oder mehrere Enzyme können verwendet werden. Die Enzyme werden vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Cellulase, Xylanase und Lipase. Die Pulpe wird für wenigstens etwa 15 Minuten und vorzugsweise etwa 30 Minuten mit dem Enzym in Kontakt gehalten.

[0033] Wenn frische Fasern von hoher oder geringer Grobheit, Zeitungspapier oder alte Zeitungen verwendet werden, ist ein ausschlaggebender Bestandteil im oben genannten Verfahren, dass Öl, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinölen oder ihren Derivaten, in Kontakt mit den Enzym-behandelten Fasern gehalten wird und während der Papierherstellung bei (auf oder in) den Fasern gehalten wird. Ohne sich darauf festzulegen, ist unsere Lehre, nach der frische Fasern von hoher oder geringer Grobheit sehr geeignet werden für die Herstellung von weichen, tissueartigen Sanitärpapierprodukten, dass eine gewisse Interaktion zwischen den Fasern, Ölen und Enzymen stattfindet, die durch die Gegenwart eines oberflächenaktiven Mittels verbessert wird. Diese Interaktion verbessert synergistisch die Tissueherstellungseigenschaften der groben Fasern.

[0034] Andere Öle, die gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet werden können, umfassen Pflanzenöle, z. B. Soja, Leinöl, Castoröl, Safloröl, Olivenöl, Erdnussöl oder ihre Fettsäureesterderivate; Mineralöle oder Lanolinöle und ihre ethoxylierten, acetylierten oder Esterderivate.

FARBSTOFFE

[0035] Wiederverwertete Zeitungspapierfasern der vorliegenden Erfindung behalten tintenartige Verunreinigungen und haben daher eine hellgraue Farbe. Tissueprodukte, die mit einer Mehrheit an solchen Fasern hergestellt werden, werden vorzugsweise auf eine angenehmere Farbe gefärbt. Die Farbstoffe, die bei dieser Erfindung verwendbar sind, müssen wasserlöslich sein und auf Grund der Schwierigkeit, durch Öl verunreinigte Fasern gleichmäßig zu färben, sollten die Farbstoffe substantiv zu Zellulosefasern sein. Sie sollten auch kationisch sein, d. h. sie bilden positiv geladene, gefärbte Kationen, wenn sie in Wasser dissoziiert werden. Diese Farbstoffe sind besonders gut geeignet zum Färben mechanischer und ungebleichter chemischer Pulpen. Solche Pulpenfasern enthalten eine bedeutende Anzahl an Säuregruppen, mit denen die positiv geladenen Kationen durch Salzbildung reagieren können. Diese Farbstoffe können aus den kationischen Farbstoffen, einer Gruppe, die auf dem Fachgebiet gut bekannt ist, bei denen die kationische Gruppe ein integraler Teil des Chromophors ist, oder aus der neueren Klasse von kationischen Direktfarbstoffen ausgewählt werden, in denen die kationische Gruppe außerhalb des Resonanzsystems des Moleküls liegt. Der Farbstoff wird vorzugsweise in Mengen hinzugefügt, die im Bereich von 0,01% bis 3%, am besten bei 0,05 bis 0,5 des Gewichtes der lufttro-

ckenen Fasern liegen.

[0036] Diese Farbstoffe können bei jedem beliebigen normalen pH-Wert in der Papierherstellung angewendet werden, sauer oder neutral. Ihre ausgezeichnete Affinität auf ungebleichte Fasern erlaubt, dass sie erst beim Einlass der Gebläsepumpe zum Papierherstellungssystem hinzugefügt werden, aber eine längere Verweilzeit, z. B. Einführung an der Saugseite der Maschinenbüten-Übertragungspumpe, wäre bevorzugt. In jedem Fall ist eine Anordnung in der dicken Masse und ein gutes Mischen erwünscht.

ENZYME

[0037] Geeignete Enzyme zur Verwendung bei der vorliegenden Erfindung sollten aus der Gruppe ausgewählt werden, die aus Cellulase, Hemicellulase (z. B. Xylanase) oder Lipaseenzymen besteht, und vorzugsweise wird eines von jeder Art in Kombination verwendet. Jede Art von Enzym zielt funktionell auf verschiedene Bestandteile von verwendeten Zeitungsfasern und/oder Verunreinigungen, die üblicherweise mit solchen Fasern in Verbindung stehen. Cellulaseenzyme tragen zur Tintenentfernung bei durch Angreifen des Cellulosebestandteiles von Fasern in der Nähe von Tinte. Xylanase und andere Hemicellulasen greifen Hemicellulosebestandteile von Fasern an, um die Helligkeit zu verbessern, während Lipase Harze in den Fasern und in den Tintenformulierungen angreift. Wenn alle drei Arten von Enzymen zusammen verwendet werden, entsteht ein Synergismus, der eine bessere Tintenentfernung erreicht und so genannte "Stickies" entfernt. Stickies sind eine gut bekannte Verunreinigung in verwendetem Papier, der von Klebstoffen, Kontaktetiketten usw. stammen und bekannt dafür sind, dass sie Laufprobleme in Papiermaschinen verursachen. Vorzugsweise wird eine Mischung ausgewählt aus Enzymen, die das bedruckte Altpapier auf eine Weise angreifen, die die Tissueweichheit verbessert und Verunreinigungen so modifiziert, dass sie dem Betrieb der Papiermaschine nicht schaden. Außerdem verbessert Enzym-behandelte Pulpe gemäß der vorliegenden Erfindung die Lauffähigkeit der Papiermaschine und erzeugt ein höherwertiges Produkt bei geringen Kosten.

[0038] Hemicellulase ist ein allgemeiner Ausdruck, der verschiedene Arten von Enzymen beschreibt, von denen jedes spezielle Arten von Bestandteilen abbaut, die allgemein als Hemicellulose bekannt sind und in Holz und anderen Pflanzenmaterialien zu finden sind. Xylanase ist das bevorzugte Hemicelluloseenzym, da es gegen das Xylan, eine gängige Art von Hemicellulose, aktiv ist. Die Bestandteile von Hemicellulase unterscheiden sich von Pflanze zu Pflanze. Die häufigsten der Holzemicellulosen sind die Xylane, die Polymere von 1,4-verbundenen β -D-Xylopyranoseeinheiten sind, von denen einige kurze Seitenketten aufweisen, wie z. B. 1,3-verbundene α -1-Arabinofuranoseeinheiten oder veresterte 1,2-verbundene α -D-Glucuronsäureeinheiten. Ebenfalls wichtig, insbesondere bei Weichhölzern, sind 1,4- β -D-Glucomannane mit unregelmäßig verteilten Glucose- und Mannoseeinheiten, die Seitenketten aufweisen, wie z. B. 1,6-verbundene α -D-Galactopyranoseeinheiten. Hemicellulose unterscheidet sich von Cellulose in drei wichtigen Aspekten. Erstens enthalten sie mehrere verschiedene Zuckereinheiten, während Cellulose nur 1,4- β -D-Glucopyranoseeinheiten enthält. Zweitens weisen sie einen beachtlichen Grad an Kettenverzweigung auf, während Cellulose ein strikt lineares Polymer ist. Drittens ist der Grad der Polymerisation von nativer Cellulose zehn bis einhundert Mal größer als jener der meisten Hemicellulosen. Der Ausdruck "Hemicellulase" bezieht sich auf jede beliebige spezielle Enzymklasse, die mit einer speziellen Hemicellulose reagiert, und als solches ist Hemicellulase nicht eine spezielle Enzymklasse, sondern eine Sammelbezeichnung für eine Gruppe von Enzymklassen. Xylanase ist eine spezielle Enzymklasse, die Xylan angreift, und daher fällt Xylanase unter den allgemeinen Ausdruck "Hemicellulase".

[0039] Viele Arten von Enzymen könnten innerhalb der Enzymklassen verwendet werden, die als Cellulase, Xylanase (oder einer anderen Hemicellulase) und Lipase bekannt sind. Cellulase weist die größte im Handel erhältliche Auswahl auf, da sie von vielen verschiedenen Quellen stammt, wie z. B. von *Aspergillus niger*, *Trichoderma reesei*, *T. viride*, *T. koningi*, *F. solani*, *Penicillium pinophilum*, *P. funiculosum*. Es ist bevorzugt, eine Cellulase zu verwenden, die Endo-Exo-Glucanasefunktionalität bereitstellt, um sowohl amorphe als auch kristalline Bereiche von Cellulose anzugreifen, so dass das Enzym jede beliebige Stelle auf der Celluloseoberfläche angreifen kann, an der Tinte haftet.

[0040] Die bevorzugte Cellulase ist ein Produkt, das unter der Handelsbezeichnung Celluclast[®] 1.5 L, von Enzym Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Novo Allé, 2880 Bagsvaerd, Dänemark, verkauft wird. Celluclast 1.5 L ist ein flüssiges Cellulasepräparat, das durch Submersfermentation eines ausgewählten Stammes des Pilzes "*Trichoderma reesei*" hergestellt wird. Das Enzym katalysiert den Zerfall von Cellulose in Glukose, Cellobiose und höhere Glucosepolymere. Die relativen Mengen an gebildeten Reaktionsprodukten hängen von den Reaktionsbedingungen ab. Celluclast 1.5 L weist eine Enzymaktivität von 1500 NCU/g auf und ist eine braune Flüssigkeit mit einer Dichte von ungefähr 1,2 g/ml. Die Aktivität wird bestimmt auf der Basis von Novo Cellulase Units (NCU). Eine NCU ist die Menge an Enzym, die unter Standardbedingungen Carboxymethylcellulose zu reduzierenden Kohlenhydraten mit einer Reduktionskraft, die 1 Mikromol (μ mol) Glucose pro Minute entspricht, abbaut. Standardbedingungen sind: Substrat – Carboxymethylcellulose (CMC Hercules-7LFD); Temperatur – 40°C; pH – 4,8; Reaktionsgeschwindigkeit – 20 Minuten.

[0041] Xylanase kann aus einer Quelle, wie z. B. *A. pullulans* oder *Streptomyces lividans* oder *Streptomyces roseiscleroticus* gewonnen werden. Ihr Zweck ist, den Xylananteil der Lignocellulosefaser anzugreifen, von der man annimmt, dass sie die weiße Cellulose mit dem braunen Lignin verbindet. Daher verbessert der Angriff auf Xylan-Hemicellulose die Entfernung von Lignin, wodurch die Faser heller wird. Es ist nicht nötig, dass die Xylanase frei von Cellulase oder von irgendeiner bestimmten Bioquelle ist. In dieser Hinsicht könnten Pilzenzyme (mehrere Enzyme, die nach dem Wachsen von Pilzen gefunden werden) ohne Reinigung verwendet werden.

[0042] Ein bevorzugtes Xylanaseenzym ist Pulpzyme® HA, ein Xylanasepräparat, das von einem ausgewählten Stamm von *Trichoderma reesei* abgeleitet ist, und das erhältlich ist von Enzyrna Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Novo Allé, 2880 Bagsvaerd, Dänemark. Pulpzyme® HA enthält Endo-1,4-beta-D-Xylanase- (EC 3.2.1.8), sowie Exo-1,4-beta-D-Xylanase- (EC 3.2.1.37) -aktivitäten. Pulpzyme® HA weist eine bestimmte Menge an Cellulaseaktivität zusätzlich zu seiner Xylanaseaktivität auf.

[0043] Pulpzyme® HA ist ein braunes, flüssiges Präparat aus einer Xylanase mit einer Aktivität von 500 XYU/g und enthält ungefähr 300 Endo-Glucanase-Aktivitätseinheiten (EGU/g). Eine Xylanaseaktivitätseinheit (XYU) ist definiert als die Menge an Enzym, die unter Standardbedingungen (pH 3,8, 30°C, 20 min Inkubation) Lärchenxylan zu reduzierenden Kohlehydraten mit einer Reduktionskraft abbauen, die 1 µmol Xylose entspricht. Eine Endo-Glucanaseeinheit (EGU) ist definiert als die Menge an Enzym, die unter Standardbedingungen (pH 6,0, 40 °C, 30 min Inkubation) die Viskosität einer Carboxymethylcelluloselösung im selben Maß verringert, wie ein Standardenzym, das 1 EGU definiert. Pulpzyme® HA weist eine sehr geringe Aktivität gegenüber kristalliner Cellulose auf. Eine andere bevorzugte Xylanase ist Pulpzyme® HB, ein Xylanasepräparat, das von einem ausgewählten Stamm von bakteriellem Ursprung abgeleitet wird. Es ist erhältlich von Enzyrna Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Novo Allé, 2880 Bagsvaerd, Dänemark. Es enthält Endo-1,4-beta-D-Xylanaseaktivität (EC 3.2.1.8) und ist praktisch frei von Cellulaseaktivität. Pulpzyme® HB ist im Handel erhältlich als braunes, flüssiges Präparat mit einer Endo-Xylanaseaktivität von 600 EXU/g, wobei eine Endo-Xylanaseaktivitätseinheit (EXU) definiert ist als die Menge an Enzym, die unter Standardbedingungen (pH 9,0, 50 °C, 30 min Inkubation) RBB-Xylan abbaut.

[0044] Lipase kann von *Pseudomonas fragi*, *Candida cylindracea*, *Mucor javanicus*, *Pseudomonas fluorescens*, *Rhizopus javanicus*, *Rhizopus delemar*, *Rhizopus niveus*, und verschiedenen Arten von *Miehei*, *Myriococcum*, *Humicola*, *Aspergillus*, *Hyphozyma* und *Bacillus* kommen. Diese weisen sowohl Lipase- als auch Esteraseaktivität auf und sind dafür bekannt, dass sie Triglycerid in Holzharz zu Glycerol und Fettsäuren abbauen. Als solches könnten die Lipaseenzyme den Pflanzenölbestandteil der Tinte direkt angreifen. Das Glycerol-Nebenprodukt der Lipaseaktivität könnte helfen, die Cellulose weicher zu machen.

[0045] Ein bevorzugtes Lipaseenzym ist Resinase® A 2X, ein flüssiges Lipasepräparat für die Hydrolyse von Esterbestandteilen von Holzharz. Resinase® A 2X ist im Handel erhältlich von Enzym Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Novo Allé, 2880 Bagsvaerd, Dänemark als braunes, flüssiges Präparat mit einer Aktivität von 100 KLU/g. Die Lipaseaktivität wird in Kilo Lipase Units (KLU) gemessen. Eine KLU ist die Menge an Enzymaktivität, die ein Millimol Buttersäure pro Minute aus einer Emulsion von Tributyrin bei einer Temperatur von 30°C und einem pH von 7,0 freisetzt. Die Analyse wird in einem pH-stat-System vorgenommen, in dem die freigesetzte Säure kontinuierlich titriert wird durch die Zugabe von Natriumhydroxid. Das Enzym ist während der Analyse nicht auf ein Substrat beschränkt.

[0046] Andere Enzyme könnten ebenfalls in Kombination mit diesen drei Arten von bevorzugten Enzymen verwendet werden. Es sind dies Ligninase, Laccase, Pectinase, Protease und Mannanase. Außerdem können Enzyme von DNA-veränderten und bearbeiteten Mikroorganismen gewonnen werden, die mehr spezielle Enzyme oder mehr Volumen aufweisen, um ökonomischer zu sein.

[0047] Die bevorzugte Menge und Kombination von Enzymen ist 1,466 g Cellulase/kg Pulpe (1,33 kg Cellulase/Tonne (2.000 lbs) Pulpe) für Cellulase, 0,364 g Xylanase/kg (0,33 kg Xylanase/Tonne) und 0,364 g Lipase/kg (0,33 kg Lipase/Tonne). Mindestens 0,276 g Enzyme pro kg Pulpe (g/kg) (0,25 Kilogramm Enzyme pro Tonne Pulpe (kg/Tonne)) bis höchstens 27,6 g/kg Pulpe (25 kg/Tonne Pulpe) können als Gesamtmenge aller Enzyme verwendet werden. Allerdings ist 1,1 bis 3,3 g/kg Gesamtmenge aller Enzyme (1 bis 3 kg/Tonne Gesamtmenge aller Enzyme) ein besonders bevorzugter Verwendungsbereich. Der bevorzugte Bereich für jedes Enzym ist: Cellulase 0,276 bis 11 g/kg (0,25 bis 10 kg/Tonne); Xylanase 0,055 bis 2,75 g/kg (0,05 bis 2,5 kg/Tonne); und Lipase 0,055 bis 2,75 g/kg (0,05 bis 2,5 kg/Tonne).

[0048] Quellen der Faserstruktur verbessert die Enzymwirkung, da der Durchtritt der großen Enzymmoleküle in die Faser unterstützt wird. Erhöhte Temperatur (z. B. über Umgebungstemperatur und unterhalb von 60°C (140°F), die Verwendung eines oberflächenaktiven Mittels und saure oder mild alkalische Chemikalien können beim Pulpen des Zeitungspapiers verwendet werden, um die Lignocellulosefaserstrukturen physikalisch aufzuschließen, so dass Enzyme besser die Strukturen durchdringen können und ihre jeweiligen Funktionen erfüllen können. Wenn hohe Pulptemperaturen verwendet werden, z. B. über etwa 60°C (etwa 140°F), muss die Temperatur auf eine Temperatur verringert werden, die für eine Enzymbehandlung geeignet ist, bevor die verwendeten Enzyme hinzugefügt werden. Für die meisten Enzyme ist die geeignete Temperatur weniger als etwa

60°C (etwa 140 °F).

VERWENDUNG VON OBERFLÄCHENAKTIVEN MITTELN BEI DER ENZYMBEHANDLUNG

[0049] Ein synergistisches Ergebnis wird mit der Kombination eines oberflächenaktiven Mittels und eines Enzyms erreicht. Die minimale wirksame Menge an oberflächenaktivem Mittel, um Synergismus zu erzielen, ist die Menge, die erforderlich ist, um die Fasern zu öffnen, anstatt höherer Mengen, die zum Anlösen von Ölen durch Emulgieren der öligen Verunreinigungen verwendet werden. Die bevorzugte Menge an oberflächenaktivem Mittel liegt im Bereich von etwa 0,025% bis etwa 0,1%, basierend auf dem Gewicht der Fasern. Nichtionische oberflächenaktive Mittel sind für die Zugabe zum Enzymbehandlungsschritt bevorzugt, um die enzymatische Wirkung für eine weitere Verbesserung des Griffs zu verbessern. Ein bevorzugtes nichtionisches oberflächenaktives Mittel ist im Handel erhältlich als DI600[®] von High Point Chemical Corp. DI600 ist ein nichtionisches oberflächenaktives Mittel aus alkoxylierter Fettsäure, das speziell für das Deinken von Zeitungspapier durch Flotation entwickelt wurde. Andere nichtionische oberflächenaktive Mittel, die auf dem Fachgebiet des Deinkens gut bekannt sind, könnten verwendet werden, wie z. B.: Alkylphenylether von Polyethylenglycol, z. B. die Tergitol[®] – Serie von oberflächenaktiven Mitteln von Union Carbide; Alkylphenoxyethylenoxid-Kondensationsprodukte, z. B. die Igepal[®] – Serie von oberflächenaktiven Mitteln von Rhone Poulenc, Incorporated; Arylalkyl-Polyetheralkohol, z. B. die Triton[®] X 400 – Serie von oberflächenaktiven Mitteln von Rohm and Haas, wie z. B. Triton X-100. In manchen Fällen kann ein anionisches oberflächenaktives Mittel verwendet werden in Abhängigkeit von den Verunreinigungen, die im Altpapier vorliegen. Beispiele für geeignete anionische oberflächenaktive Mittel sind: Ammonium- oder Natriumsalze eines sulfatierten Ethoxylates, das von einem linearen Primäralkohol mit 12 bis 14 Kohlenstoffatomen abgeleitet ist, wie z. B. Alfonic[®] 1412A oder 1412S von Vista; und sulfonierte Naphthalen-Formaldehyd-Kondensate, z. B. Tamol[®] SN von Rohm and Haas. In manchen Fällen kann ein kationisches oberflächenaktives Mittel verwendet werden, insbesondere wenn auch ein Entbinden erwünscht ist. Geeignete kationische oberflächenaktive Mittel umfassen Imidazolverbindungen, z. B. die quaternären Ammoniumverbindungen Amasoft[®] 16-7 und Sapamine[®] P von CIBA-GEIGY; Quaker[®] 2001 von Quaker Chemicals; und Cyanatex[®] von American Cyanamid.

Ölarten

[0050] Öle von der Art, wie sie typischerweise beim Drucken, insbesondere beim Drucken von Zeitungen und in der Formulierung von Tinte für derartiges Drucken verwendet werden, sind geeignet für eine Anwendung bei der vorliegenden Erfindung. Mineralöle und Pflanzenöle sind die gängigsten Arten von Ölen, die in der Formulierung von Drucktinten für Zeitungen verwendet werden. Mineralöl, auch bekannt als weißes Mineralöl, Albolin-, Paraffin-, Nujol-, Saxol- und Lignitöl, wird im Allgemeinen als CAS #64742-46-7 klassifiziert. Obwohl solche Öle historisch von verschiedenen Quellen abgeleitet worden sind, sind sie kommerziell typischerweise eine Petroleumdestillatfraktion mit einer Kohlenstoffkette mit durchschnittlich etwa 10 bis 14 Kohlenstoffatomen und üblicherweise eine Mischung aus Paraffinkohlenwasserstoffen, Naphthenkohlenwasserstoffen und alkylierten aromatischen Kohlenwasserstoffen. Solche Öle weisen eine relative Dichte von etwa 0,8 bis etwa 0,85, eine Viskosität bei 37,7°C (100°F) von 38–41 SSU (Saybolt Universal Units) und einen Beginn-Siedepunkt von 260°C (etwa 500°F) auf. Pflanzenöle von der Art, wie sie typischerweise bei der Formulierung von Drucktinten verwendet werden, können von verschiedenen Quellen abgeleitet werden. Typisch ist ein Öl, das abgeleitet wird von Sojabohnen, das bekannt ist als Sojaöl, Chinese Bean Oil, Sojabohnenöl oder einfach nur Sojaöl mit einer Chemical Abstract Service (CAS)-Bezeichnung #8001-22-7. Solche Öle sind verseifbar mit einem Verseifungswert von etwa 185 bis 195, einem Verfestigungspunkt von –15°C (etwa 5°F) bis etwa –7,2°C (etwa 18°F), einem Schmelzpunkt von etwa 21,1 bis etwa 32,3°C (etwa 70 bis etwa 90°F) und einer Iodzahl von etwa 135 bis 145. Andere pflanzliche Quellen für Öl und andere Arten von Öl, die geeignet sind für eine Verwendung in Drucktinten, können ebenfalls in der Praxis der vorliegenden Erfindung verwendet werden.

Ölgehalt

[0051] Die Menge an Öl, die auf den Fasern (entweder auf der Oberfläche oder innerhalb der Struktur der Cellulose-Fasern) sein sollte, sollte im Bereich von etwa 0,2% bis etwa 2% liegen. Das Öl wird durch Einleiten oder Mischen des Öls mit den Fasern im Faserdispersiergerät zu den frischen Fasern hinzugefügt, während die Fasern bei einer Temperatur gehalten werden, die ausreicht, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können. Die Erfindung erfordert im weitesten Sinn die Gegenwart von Ölen auf oder in den Fasern von etwa 0,2% bis etwa 5,0%.

[0052] Obwohl der synergistische Effekt mit Ölen und Enzymbehandlung der Cellulose-Fasern erreicht wird, ist er für Ertragsfasern am vorteilhaftesten, bei anderen Cellulose-Fasern würden durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung ihre sanitären Qualitäten verbessert, so dass weichere, biegsamere Sanitärpapierproduk-

te aus solchen Fasern hergestellt werden könnten. Solche Fasern umfassen sowohl nordischen als auch südlichen Weichholz- und Hartholzkraftzellstoff (Northern and Southern Softwood and Hardwood Kraft), sowohl gebleicht als auch ungebleicht, gebleichte und ungebleichte Sulfitfasern zusätzlich zu den gebleichten und ungebleichten Ertragsfasern, wie z. B. Steinschliffasern, thermomechanischen Fasern und chemisch-thermomechanischen Pulpenfasern. Spezielle Beispiele für solche Fasern sind: gebleichte chemisch-thermomechanische Weichholzpulpe (SWCTMP); gebleichte nordische Weichholzkraftpulpe (NSWK); gebleichte Recyclingfasern (RF); gebleichte Eukalyptuskraftpulpe (BEK); gebleichte südliche Weichholzkraftpulpe (SSWK); und gebleichte chemisch-thermomechanischer Hartholzpulpe (HWCTMP).

[0053] Die ölhaltigen und enzymbehandelten Fasern der vorliegenden Erfindung können in herkömmlichen Papierherstellungsverfahren zur Herstellung von Sanitärpapierprodukten, einschließlich Papier der Qualitätsklasse für Toilettentissue, Gesichtstissue, Papierhandtücher und Papierservietten gemäß jedem beliebigen herkömmlichen Verfahren für die Herstellung solcher Produkte verwendet werden. Die Weichheit und Bauschdicke solcher Produkte würde durch die Verwendung von ölhaltigen und enzymbehandelten Fasern der vorliegenden Erfindung verbessert. Auf Grund der verbesserten Bauschdicke würden Papierhandtücher, die mit Fasern der vorliegenden Erfindung hergestellt würden, verbessert.

[0054] Die vorliegende Erfindung basiert auch auf der Entdeckung, dass Öl von der Art, wie es in Zeitungspapier verwendet wird, von Vorteil für die Weichheit von Tissue- und Handtuchprodukten ist. Weichheit ist für Tissueprodukte schwierig zu messen oder festzustellen, weil Weichheit vom Verwender durch Griff wahrgenommen wird, der durch Glattheit und andere Oberflächeneigenschaften beeinflusst wird, zusätzlich zur Gequollenheit des Blattes. Grifftests sind entwickelt worden, und Griffdaten, die hier angeführt sind, wurden unter Verwendung des folgenden Tests erreicht:

GRIFFTEST

UMFANG

[0055] Mehrere verschiedene leichte Trockenkrepp tissues zur Verwendung als Normproben wurden aus im Handel erhältlicher Pulpe von verschiedener Qualität hergestellt, um Tissueprodukten Weichheit zu verleihen, und wurden verwendet, um eine numerische Weichheitsskala zu definieren. Ein numerischer Wert wurde der Weichheit von jeder Tissuenormprobe zugeteilt. Dem weichsten Produkt wurde ein Griffwert von 86 zugeteilt, und es handelte sich dabei um ein leichtes Trockenkrepp tissue, das mit 50% Irving nordischen Weichholzkraftfasern (Northern Softwood Kraft Fibers) und 50% Sante Fe Eucalyptus-Kraftpulpe hergestellt wurde. Das rauheste Produkt, das als Normprobe verwendet wurde, wurde mit 100% gebleichter chemisch-thermomechanischer Weichholzpulpe (SWCTMP) hergestellt, und ihr wurde ein Griffwert von 20 auf der Skala zugeteilt. Andere leichte Trockenkrepp tissueproben, die als Normproben beim Definieren der Skala der "Griffweichheit" verwendet wurden und Weichheitsqualitäten zwischen der weichsten und der rauhesten Tissuenormprobe aufwiesen, wurden aus verschiedenen Pulpen oder Pulpenmischungen hergestellt und wurden mit Griffweichheitswerten zwischen 20 und 86 bezeichnet. Die verwendeten Pulpen sind in den folgenden Absätzen beschrieben. Pulpenmischungen und Fasergrobheit der Pulpenmischungen, die verwendet wurden, um zusätzliche Tissuenormproben herzustellen, sind in Tabelle III zusammen mit der Zugfestigkeit jeder Tissuenormprobe angeführt. Andere Tissueherstellungsverfahren als die Verfahren für leichte Trockenkrepp tissues, und andere Pulpenfasern als jene, die verwendet wurden, um die Normproben herzustellen, sind in der Lage, Tissueprodukte außerhalb der Griffweichheitsskala von 20 bis 86 herzustellen, die durch die hier beschriebenen Tissuenormen definiert sind. Für den Zweck des Erreichens der Verbesserung der Weichheit, wie sie bei der vorliegenden Erfindung erreichbar ist, ist allerdings der oben definierte Griffweichheitsbereich von 30 bis 86 für leichte Trockenkreppprodukte passend und ausreichend für Vergleichszwecke. Wiederverwertete Zeitungspapierfasern der vorliegenden Erfindung konnten Tissueprodukte mit Weichheitswerten von mehr als 86 erzeugen, wenn sie in anderen Tissueherstellungsverfahren, wie z. B. dem Durchtrocknenverfahren, verwendet oder mit anderen Fasern gemischt wurden.

PULPEN, DIE VERWENDET WURDEN, UM GRIFFNORMPROBEN HERZUSTELLEN

(a) Gebleichte chemisch-thermomechanische Weichholzpulpe (SWCTMP) (Temcell Qualität 500/80) mit einer Canadian Standard Freeness (CSF)(Freeness) von 500 und einer ISO Helligkeit von 80 wurde aus Schwarzfichte und Balsamtanne hergestellt. Das Pulpen erfolgte mit Natriumsulfit-Vorbehandlung und Druckraffinieren, gefolgt von alkalischem Peroxidbleichen auf 80° ISO Helligkeit. Die Kajaani-Grobheit der Fasern entsprach 27,8 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 1,7 mm.

(b) Gebleichter nordischer Weichholzkraftzellstoff (Northern Softwood Kraft) (NSWK) (Pictou Qualität 100/0 – 100% Weichholz) wurde aus Schwarzfichte und Balsamtanne hergestellt. Das Pulpen erfolgte durch das Sulfatverfahren auf Kappa# = 28, gefolgt von CE°DED-Bleichen auf 88° ISO-Helligkeit. Die Kajaani-Grob-

heit entsprach 14,3 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 2,2 mm.

(c) Gebleichte Recyclingfasern (RF) wurden aus sortiertem, gemischtem Büroabfall hergestellt, der gepulpt, gesiebt, gereinigt und auf 550° CSF gewaschen wurde, gefolgt von Bleichen mit Natriumhypochlorit auf 80° ISO-Helligkeit. Die Kajaani-Grobheit entsprach 12,2 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 1,2 mm.

(d) Gebleichte Eukalyptus-Kraftpulpe (BEK) (Santa Fe elementar chlorfreie Qualität) wurde aus Eukalyptus Globulus hergestellt, der auf Kappa# = 12 gepulpt wurde durch das Kraftverfahren, das gefolgt wird von ODE-D-Bleichen auf 89° ISO-Helligkeit. Die Kajaani-Grobheit entsprach 6,8 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 0,85 mm.

(e) Gebleichter südlicher Weichholzkraftzellstoff (SSWK) (Scott Mobile Kiefer) wurde hergestellt aus Loblolly und Slash-Kiefer und gepulpt auf Kappa# = 26, gefolgt von CEHED-Bleichen auf 86° ISO-Helligkeit. Die Kajaani-Grobheit entsprach 27,8 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 2,6 mm.

(f) Gebleichte chemisch-thermomechanische Hartholzpulpe (Hardwood Chemithermomechanical Pulp (HWCTMP)) (Millar Western Qualität 450/83/100) mit einer Canadian Standard Freeness (CSF) von 450 und einer ISO-Helligkeit von 83 wurde aus Populus tremuloides Michx. hergestellt. Das Pulpen erfolgte mit einer alkalischen Peroxid-Vorbehandlung und Druckraffinieren, gefolgt von alkalischem Peroxidbleichen. Die Kajaani-Grobheit der Fasern entsprach 13,8 mg/100 Meter und die Kajaani-Durchschnittsfaserlänge betrug 0,85 mm.

VORRICHTUNG

[0056] Das Testverfahren erfordert keine Vorrichtung. Das Testverfahren verwendet die Verfahren und Materialien, die nachfolgend beschrieben sind, um Tissueproben zu bewerten unter Verwendung eines Panels aus zehn oder mehreren Personen und die Weichheit der Proben auf der Weichheitsskala einzustufen unter Verwendung der Produktnormen bekannter Weichheitsskalenwerte.

PROBENVORBEREITUNG

1. Fünf Proben, die vom Panel von Bewertern (Juroren) getestet werden sollen, sollten ausgewählt werden.
2. Die Anzahl der Probekissen und Kissen von Standardproben, die für das Testpanel von Juroren für jedes Produkt, das hinsichtlich der Weichheit bewertet werden soll, erforderlich ist, wird berechnet unter Anwendung der folgenden Gleichung:

Erforderliche Kissen (jedes Produkt) = $(x - 1) \times (y)$

x = Anzahl der zu testenden Produkte

y = Anzahl der Personen im Testpanel

3. Eine Rolle des Probenissues für jedes Produkt, das bewertet werden soll, wird zufallsmäßig ausgewählt, und die ersten paar Blätter werden weggeworfen (um den Klebstoff am Ende der Rolle zu entfernen).
4. Probekissen von jeder Produktrolle, die getestet werden soll, werden vorbereitet. Jedes Kissen sollte 4 Blätter dick sein und aus einer durchgehenden Tissueprobe hergestellt werden, die vier Blätter lang ist. Jedes Kissen wird wie folgt hergestellt: die vier Blätter lange Probe wird zuerst in die Hälfte gefaltet. Das ergibt eine Probe mit doppelter Dicke, die 2 Blätter lang ist. Die Probe mit doppelter Dicke wird dann wieder in die Hälfte gefaltet, um ein 4 Blätter dickes, ein Blatt langes Probekissen zu ergeben. Das Falten sollte so erfolgen, dass die äußere Oberfläche der Blätter, als sie auf der Tissuerolle waren, die äußeren Oberflächen des Kissens werden. Wenn ein Produkt, das getestet wird, "zweiseitig" ist, d. h. wenn es verschiedene Oberflächeneigenschaften auf der äußeren Oberfläche des Blattes gegenüber der Oberfläche, die in das Innere der Rolle zeigt, aufweist, dann sollte das Produkt zweimal getestet werden, einmal mit der Oberfläche, die zur Außenseite der Rolle zeigt, als äußere Oberfläche des Probekissens, und einmal mit einem eigenen Probekissen, das hergestellt wird, bei dem das Falten dazu führt, dass die Blattoberfläche, die zum Inneren der Rolle zeigt, die äußere Oberfläche des Probekissens wird.
5. Die erforderliche Anzahl von Kissens jedes Produktes wird festgestellt unter Verwendung der Formel in Absatz 2 oberhalb. Wenn mehr als eine Rolle eines Produktes erforderlich ist, um die erforderliche Anzahl an Kissens herzustellen, dann ist es wichtig, dass Stapel von Kissens mit dem Produkt von jeder der Rollen zufallsmäßig vermischt werden. Jedes Kissen wird mit dem Chargencode in der linken oberen Ecke (an der Falte) bezeichnet.
6. Drei Normproben, die als Bezugsproben vom Panel verwendet werden, werden aus den Normtissues wie folgt ausgewählt:
 - Die größte Probe, die bewertet werden soll, wird ausgewählt und mit den Normtissue-Probekissen verglichen, und eine niedrigere Normprobe wird ausgewählt, die etwas größer als die größte Probe ist.

- Die weichste Probe, die bewertet werden soll, wird ausgewählt, und ein Normtissuekissen, das etwas besser (weicher) ist als die weichste Probe, die bewertet wird, wird ausgewählt.
- Eine dritte Normprobe wird ausgewählt, die ungefähr in die Mitte der ausgewählten niedrigeren und höheren Normprobe fällt.

Die drei ausgewählten Normtissuekissen werden die Griffbezugsproben für das Panel und definieren das weichste, größte und mittlere Tissue.

7. Die Griffbezugsproben grenzen den Weichheitsbereich der Produkte ein, die vom Panel bewertet werden. Für eine größere Genauigkeit sollten die höchste und niedrigste ausgewählte Bezugsprobe etwa 30 Punkte auf der Griffweichheitsskala auseinanderliegen. Die mittlere Bezugsprobe sollte acht oder mehr Punkte weg von der niedrigen und hohen Bezugsprobe liegen.

AUSWAHL UND ANWEISUNG DER MITGLIEDER DES PANELS

1. Ein Panel aus etwa 10 Personen wird ausgewählt, das etwa die gleiche Anzahl an Männern und Frauen mit unterschiedlichem Alter aufweist.
2. Es wird sichergestellt, dass die Mitglieder des Panels die Anweisungen verstanden haben, und wenn nötig wird ein "Probedurchgang" vorgenommen.
3. Die Tests sollten an einem ruhigen Ort durchgeführt werden.

Testverfahren

1. Der Weichheitstest wird mit dem Lesen der folgenden Normanweisungen begonnen.

NORMANWEISUNGEN

[0057] Diese Anweisungen sollen von jedem Panelteilnehmer gelesen werden, bevor mit dem Panel-Weichheitstestverfahren begonnen wird.

a. ZWECK

[0058] "Der Zweck dieses Verfahrens ist, die Weichheit von Toilettentissueproben zu vergleichen".

b. VERFAHREN

[0059] "Sie erhalten jeweils zwei Probekissen eines Toilettentissues. Vergleichen Sie die zwei miteinander unter Verwendung ihrer dominierenden Hand und vergleichen Sie durch Fühlen jeder Probe mit ihrer dominanten Hand. Sie können die Proben streichen, biegen oder knüllen, wie Sie es für nötig halten, um ihre Bewertung vorzunehmen."

c. ERSTE ENTSCHEIDUNG

[0060] "Nachdem Sie jedes der zwei Probekissenpaare befühlt haben, werden Sie gebeten, zu entscheiden, welche Probe weicher ist."

d. ZWEITE ENTSCHEIDUNG

[0061] "Ordnen Sie den Grad des Unterschiedes in der Weichheit zwischen den zwei Kissen zu unter Verwendung der folgenden Zuordnung:

Die Skala verwendet ungerade Zahlen 1, 3, 5, 7, 9. Sie können gerade Zahlen verwenden, wenn Sie das Gefühl haben, dass die angeführten Zahlen nicht ganz den Unterschied zwischen zwei Produkten repräsentieren."

PANELZUORDNUNGSSKALA

1-----3-----5-----7-----9

[0062] Die Zahlen auf der Zuordnungsskala sind definiert als:

1. Kein Unterschied
3. Sehr kleiner Unterschied, nicht sicher, leicht zu übersehen
5. Kleiner Unterschied, sicher über die Bewertung

7. Mittelgroßer Unterschied, leicht festzustellen, sicher
 9. Sehr großer Unterschied, sehr leicht festzustellen, erwähnenswert

e. KALIBRIERUNG

[0063] "Bevor wir beginnen erhalten Sie ein Beispiel für die weichste Normprobe, die zum Vergleich verwendet wird, und ein Probekissen des am wenigsten weichsten (größten) Produktes. Bitte berühren Sie beide. Der Unterschied in der Weichheit, den sie zwischen den zwei Normbezugsproben fühlen, wird auf der Definitionsskala als 9 eingereiht." (Die 9 auf der Zuordnungsskala entspricht der Anzahl der Griffpunkte auf der Weichheitsskala zwischen der höheren und der niedrigeren Bezugsprobe, die in Schritt 6 für das Panel ausgewählt worden sind.)

f. REAKTION DER TEILNEHMER

[0064] "Haben Sie irgendwelche Fragen zum Testverfahren?"

g. BESTÄTIGUNG

[0065] "Abschließend überlegen Sie bitte nicht zu lange bei jeder Entscheidung. Ihre Meinung ist so gut wie die jedes anderen. Es gibt keine richtigen oder falschen Antworten!"

1. Reichen Sie jede Kombination aus Probekissen und Bezugskissen jedem Panelmitglied und bitten Sie sie, die bevorzugte Probe auszuwählen und dann den Unterschied einzureihen unter Verwendung der Zuordnungsskala der Weichheit von 1 bis 9. Jedes Panelmitglied sollte die Paare in zufällmässiger Reihenfolge erhalten, um Irrtümer in der Abfolge zu vermeiden.
2. Zeichnen Sie die Ergebnisse jedes Paares als XY_n auf. Dabei ist X der Code der bevorzugten Probe, Y der Code der nicht bevorzugten Probe und n der Skalenwert (1 bis 9).

Datenanalyse

[0066] Die gepaarten Vergleichsergebnisse werden so behandelt, als gehörten sie zu einer Verhältnisskala. Die Definition einer Verhältnisskala wird wie folgt angegeben: Eine Skala ist eine Verhältnisskala, wenn diese Skala unter positiven linearen Transformationen der Form $y = ax$, $a > 0$ invariant ist.

[0067] Die Datenpaare und Verhältnissgewichte für "n" Anzahl von Kissen werden in eine quadratische Matrix der folgenden Form eingegeben.

	O_1	O_2	O_n
O_1	W_1	W_1W_1	
	W_1	W_2W_n	
O_2	W_2	W_2W_2	
	W_1	W_2W_n	
O_n	W_n	W_nW_n	
	W_1	W_2W_n	

[0068] Dabei sind O_i die einzelnen Proben und W_i sind die Skalenwerte (Verhältnissgewichte) für jedes Paar.

[0069] Für quadratische Matrizen dieser Art existiert die folgende Eigenschaft

$$AW = MW$$

[0070] Wobei $W = (W_1, W_2, \dots, W_n)$. Der Gewichtsvektor W ist der Eigenvektor der Matrix A , der seinem Eigenwert n entspricht. Saaty hat gezeigt (Siehe Saaty, T. L. "A Scaling Method for Priorities in Hierarchical Structures", Journal of Mathematical Psychology, 15, 234–281 (1977) und Saaty, T. L., "Measuring the Fuzziness of Sets", Journal of Cybernetics, 4(4), 53–61 (1974)), dass es, um den Eigenvektor W aus den geschätzten Gewichten zu extrahieren, erforderlich ist, den größten Eigenwert von A (λ_{max}) zu finden. Ein Computerprogramm, um λ_{max} und W zu lösen, ist in McConnell, Wes, "Product Development Using Fuzzy Sets", INDA Tenth Technical Symposium, S. 55–72, 17.–19. November 1982, bereitgestellt. Der entstehende Eigenvektor W ist die beste Schätz-Verhältnisskala der gepaarten Eingaben. Das Bilden des Logarithmus von jedem Element dieses Vektors schafft die bekanntere gleiche Intervallskala, bei der die Abstände zwischen den Objekten

linear sind. Die Normweichheitswerte werden in Abhängigkeit von den geschätzten gleichen Intervallskalenwerten aufgezeichnet und den unbekanntnen Proben werden durch Interpolation numerische Werte zugeordnet.

[0071] Die mittlere und Standardabweichung der Normweichheitswerte jeder unbekanntnen Probe werden aus den berechneten Normweichheitswerten für alle Panelmitglieder berechnet. Wenn irgendein einzelner Wert eines Panelmitgliedes außerhalb von 2 Standardabweichungen vom Mittel fällt, wird dieser Wert entfernt und die mittlere und Standardabweichung werden wieder berechnet. Das Mittel der Normweichheitswerte, wobei keine Werte außerhalb von 2 Standardabweichungen vom Mittel fallen, ist der Norm-Griffweichheitswert für diese unbekanntne Probe.

GRIFFWEICHHEITSSKALA

0 --- 10 --- 20 --- 30 --- 40 --- 50 --- 60 --- 70 --- 80 --- 90 --- 100

20

86

(3j)

(3b)

Zugfestigkeit

[0072] Zugfestigkeitswerte, die hier für tissueartige Papierprodukte angegeben sind, werden gemessen durch einen Reißlängetest (TAPPI Test Method Nr. T494om-88) unter Verwendung einer Probenspannweite von 5,08 cm und einer Laufholmgeschwindigkeit von 5,08 cm/Minute. Typischerweise sind die Tissuefestigkeiten in Maschinenrichtung gegenüber der Maschinenquerrichtung des Blattes unterschiedlich. Ebenso variiert das Flächengewicht von Tissueproben, was die Zugfestigkeit beeinflusst. Um die Zugfestigkeit verschiedener Tissueproben besser vergleichen zu können, ist es wichtig, die Unterschiede im Flächengewicht der Proben und Unterschiede in der Zugfestigkeit auf Grund der Maschinenrichtung auszugleichen. Dieser Ausgleich wird durch Berechnen einer "flächengewichts- und richtungsmäßig normierten Zugfestigkeit" (Basis Weight and Directionally Normalized Tensile Strength) (nachfolgend "normierte Zugfestigkeit" oder NTS (Normalized Tensile Strength)) erreicht. NTS wird berechnet als der Quotient, der sich ergibt, indem die Quadratwurzel des Produktes der Zugfestigkeit in Maschinenrichtung und der Zugfestigkeit in Maschinenquerrichtung durch das Flächengewicht dividiert wird. Es ist festgestellt worden, dass Zugfestigkeitsberechnungen, die in Bezug auf Unterschiede im Flächengewicht und Maschinenrichtung normiert worden sind, bessere Vergleiche von Tissueproben zulassen. Zugfestigkeiten werden sowohl in Maschinenrichtung als auch in Maschinenquerrichtung gemessen, und das Flächengewicht für die Tissueprobe wird gemäß TAPPI Test Method Nr. T410om-88 gemessen. Wenn sie in metrischen Einheiten berechnet wird, wird die Zugfestigkeit in Gramm pro Zentimeter und das Flächengewicht in Gramm pro Quadratmeter gemessen. Unter Verwendung der Abkürzungen MDT für Zugfestigkeit in Maschinenrichtung (machine direction tensile), CDT für Zugfestigkeit in Maschinenquerrichtung (cross machine direction tensile) und BW für Flächengewicht (basis weight) ist die mathematische Berechnung der flächengewichts- und richtungsmäßig normierten Zugfestigkeit (NTS) folgende:

$$NTS = (MDT \times CDT)^{1/2} / BW$$

TISSUEHERSTELLUNGSVERFAHREN

[0073] Die ölhaltigen, Enzym-modifizierten Fasern der vorliegenden Erfindung können in jedem beliebigen, allgemein bekannten Papierherstellungsverfahren zur Herstellung von weichen, bauschigen Sanitärpapierbahnen, wie z. B. Tissue, Handtücher, Servietten und Gesichtstissue verwendet werden. Viele verschiedene Papierherstellungsverfahren, einschließlich jener Verfahren, bei denen die Bahn durch Büchsentrocknen, Durchtrocknen, thermisches Trocknen und Kombinationen davon getrocknet wird, sind geeignet. Beispiele für die Arten von Papierherstellungsverfahren, die in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung verwendet werden könnten, sind die Verfahren, die in US-Patentschrift Nr. 3,301,746 an Sanford et al., 3,821,068 an Shaw, 3,812,000 an Salvucci et al., 3,994,771 an Morgan, Jr. et al., 4,102,737 an Morton, 4,158,594 an Becker et al., 4,440,597 an Wells et al. und 5,048,589 an Cook et al. gelehrt werden.

[0074] Das bevorzugte Papierherstellungsverfahren ist allgemein als Trockenkreppverfahren bekannt. Es umfasst im Allgemeinen die Verwendung des Papierfasermaterials der vorliegenden Erfindung, zu dem vorzugsweise Trockenfestigkeitschemikalien hinzugefügt werden, um Zugfestigkeit zu erzeugen, und andere Papierherstellungschemikalien können hinzugefügt werden. Das Papierfasermaterial wird dann aus einer Maschinenbütte gepumpt und fließt zu einem Stoffauflaufkasten und bei einer Konsistenz von 0,1 bis 0,4% durch einen Austrittsspalt auf eine horizontale Oberfläche eines Langsiebes, durch das Wasser entzogen wird und

die Bahnbildung stattfindet. Der Siebstoff wird um eine Brustwalze und mehrere Registerwalzen und dann auf eine Gitterdrehwalze mitgezogen, von der er um eine Gautschwalze und mehrere Führungswalzen zurück zur Brustwalze geführt wird. Eine der Walzen wird angetrieben, um das Langsieb vorwärts zu treiben. Ein oder mehrere Vakuümkästen, Ablenkvorrichtungen oder Streichleisten können zwischen den Registerwalzen verwendet werden, um die Wasserentfernung zu verbessern.

[0075] Die nasse Bahn wird auf der oberen Oberfläche der Langsiebpapiermaschine gebildet und auf einen Filz übertragen, indem die Bahn durch eine Gautschwalze auf den Filz gedrückt wird oder das Blatt durch einen Abnahmeschuh auf den Filz übertragen wird. Der Filz transportiert die Bahn zu einer Pressanordnung. Der Filz bewegt sich dann um eine oder zwei Presswalzen, von denen eine eine Saugwalze sein kann, und wird dann um Führungswalzen mitgezogen und rotiert zurück zur Gautschwalze. Brausen und Schutzbretter können an verschiedenen Stellen auf der Filzoberfläche verwendet werden, um bei der Aufnahme, Reinigung und Aufbereitung der Filzoberfläche zu helfen. Die Pressanordnung umfasst entweder eine einzelne Presswalze oder eine obere und eine untere Presswalze. Die Feuchtigkeit wird im Spalt der Pressanordnung entfernt und in den Filz übertragen.

[0076] Die geformte und gepresste Bahn wird auf die Oberfläche eines rotierenden Trocknungszyinders übertragen, der als Zylindertrockner bezeichnet wird. Die Trocknungsanordnung kann auch eine Heißlufthaube umfassen, die den oberen Abschnitt des Zylinders umgibt. Die Haube weist Heißluftdüsen auf, die auf der Bahn auftreffen und bei der Feuchtigkeitsentfernung helfen. Die Haube umfasst einen Auslass, um Luft von der Außenkammer zu entfernen, um die Temperatur zu steuern. Die Bahn wird von der Trockneroberfläche unter Verwendung eines Schabmessers entfernt, um die Bahn zu krepfen. Um das Entfernen der Bahn von der Trockneroberfläche in einem kontrollierten, gleichmäßigen Zustand zu unterstützen, wird ein Krepfhafmittel auf die Zylinderoberfläche mit Hilfe eines Sprühsystems aufgetragen. Das Sprühsystem ist eine Serie von Sprühdüsen, die auf einem Verteilerrohr befestigt ist, das sich über die Breite der Trockneroberfläche erstreckt. Das Krepfhafmittel kann jedes von den Arten sein, die allgemein in der Tissue-Papierherstellungstechnologie verwendet werden.

[0077] Die Papierbahn, die vom Trocknungszyinder gekreppt wird, wird durch einen Spalt geführt, der durch ein Paar Walzen gebildet wird, und zu einer großen Rolle gewickelt, die als Ausgangsrolle bezeichnet wird.

[0078] Das Tissueherstellungsverfahren, das in den Beispielen verwendet wird, kann allgemein als leichtes Trockenkreppverfahren bezeichnet werden. Eine 0,36 m (14 Inch) breite Versuchsvorrichtung wurde wie folgt betrieben: Vor der Bahnbildung wird das Papierfasermaterial in einer Maschinenbütte enthalten, wo Trockenfestigkeitszusatzstoffe, Farbstoffe oder andere chemische Zusatzstoffe untergemengt werden. Das Papierfasermaterial wird über eine Gebläsepumpe abgegeben und fließt von einem Auflaufkasten durch einen Austrittsspalt bei 0,1% bis 0,4% Fasergehalt auf die horizontale Oberfläche eines Langsiebes, durch das Wasser entzogen wird und die Bahnbildung stattfindet. Das Sieb wird um eine Saugbrustwalze mitgezogen, was bei der Wasserentfernung und bei der Bahnbildung hilft. Das Sieb wird um mehrere Führungswalzen und eine Siebdrehwalze mitgezogen und wird zurück zur Brustwalze geführt. Eine dieser Walzen wird angetrieben, um das Langsieb vorwärts zu treiben.

[0079] Die nasse Bahn wird auf der oberen Oberfläche der Langsiebmaschine gebildet und mittels eines Vakuümabnehmers auf einen Filz übertragen. Der Filz transportiert das Blatt zu einer Druckwalzenanordnung. Der Filz bewegt sich um eine Druckwalze, eine feste Gummiwalze, und wird um Führungswalzen mitgezogen und rotiert zurück zum Vakuümabnehmer. Feuchtigkeit wird im Spalt der Druckwalze entfernt und in den Filz übertragen.

[0080] Die gebildete Bahn wird gepresst und zur Oberfläche eines rotierenden Trocknungszyinders übertragen, der im Allgemeinen als Zylindertrockner bezeichnet wird. Die Bahn wird von der Oberfläche des Zylinders bei einer Bahntrockenheit zwischen 95% und 96% entfernt unter Verwendung eines Schabmessers. Um beim Entfernen der Bahn von der Trockneroberfläche in einem kontrolliert gleichmäßigen Zustand zu helfen, wird ein Krepfhafmittel unter Verwendung einer Sprühdüse auf die Zylinderoberfläche aufgetragen. Die Haftmittelmischung, die bei diesen Beispielen verwendet wurde, war eine 70/30-Mischung aus 70% Polyvinylalkohol und 30% eines Latex auf Stärkebasis (National Starch Latex 4441).

[0081] Die Papierbahn, die vom Trocknungszyinder gekreppt wurde, wurde durch einen Spalt geführt, der durch ein Paar Walzen gebildet wurde, und zu einer Ausgangsrolle von gewünschter Größe für das Testen gewickelt. Die Papiermaschine bildete eine 0,36 m (14 Inch) breite Bahn und lief mit einer Haspelgeschwindigkeit von 12,2 bis 15,2 m/min (40 bis 50 Fuß/Minute). Alle trockengekreppten Tissueproben in den Beispielen wurden mit einem Flächengewicht von 17 g/m² (10 pounds/ream) und 18–20 Krepp hergestellt. Die Proben wurden zu einem 2-lagigen Tissue mit 34 g/m² (20 pounds/ream) für alle Tests umgewandelt.

[0082] Das synergistische Ergebnis aus der Kombination aus Ölen, groben Fasern und oberflächenaktiven Mitteln wird in den folgenden Beispielen dargestellt. Alle Proportionen, die hier verwendet werden, sind nach Gewicht, falls nicht anders festgelegt, und Fasergewicht basiert auf dem luftgetrockneten Gewicht der Faser, falls nicht anders angegeben.

Beispiel 1

[0083] Bevor die Probestests und -ergebnisse beschrieben werden, kann es hilfreich sein, die Daten in Tabelle I zu verstehen. Die erste Spalte mit der Überschrift "PROBENUMMER" listet die Proben 1a bis 1o auf. Es sollte angemerkt werden, dass die Proben 1a bis 1k die Proben 3a bis 3k sind, die von Tabelle III von US-Patentanmeldung Seriennummer 08/268,232, eingereicht am 29. Juni 1994, kommen und darin getestet worden sind. Probe 1a bis 1k sind zu Vergleichszwecken in Tabelle I eingefügt worden.

[0084] Eine Fasermischung wurde hergestellt, die 100% frische Fasern von der Art aufwies, wie sie in den Vereinigten Staaten für die Herstellung von Zeitungspapier verwendet werden. Die Pulpenprobe enthielt 60% chemischthermomechanische Weichholzpulpe (SWCTMP) mit geringer Freeness (etwa 250° CSF), 30% Weichholz-Steinschliffpulpe und 10% nordische Weichholzkraftpulpe. Dieses 60/30/10-Gemisch aus frischen Fasern wurde ausgewählt, um die Gemische zu simulieren, die in Zeitungspapier zu finden sind. Frische Fasern wurden eingesetzt, weil sie keinerlei Verunreinigungen bei der Herstellung von Zeitungspapier eingeführt enthalten. Die Pulpe wurde zu einem Blatt flachen Papiers geformt und ohne jegliche chemische Zusatzstoffe getrocknet. Das flache Papier wurde in repräsentative Proben geteilt, und separate Fasermaterialien zur Papierherstellung wurden von jeder flachen Papierprobe hergestellt, und ein trockenes gekrepptes Tissueprodukt wurde von jeder flachen Papierfasermaterialprobe auf einer 0,36 m (14") breiten Trockenkrepptissuemaschine hergestellt, wie oben beschrieben.

[0085] Die Proben von flachem Papier wurden als Beispiel 1n und 1o bezeichnet. Während Probe 1n ohne Verunreinigung blieb, wurde Probe 1o mit oberflächenaktivem Mittel und mit Enzymen verunreinigt, auf einen Fasergehalt von etwa 25–35% entwässert; zerkrümelt, um Faserkrümel herzustellen; und durch einen Faserdispersierer geführt und mit 0,50–2% Sojabohnenöl gemischt, während die Fasertemperatur durch eingeleiteten Dampf bei 82,2°C (etwa 180°F) gehalten wurde, bevor sie wieder gepulpt und zu leichtem Trockenkrepptissue verarbeitet wurde. Leichte Trockenkrepptissueprodukte wurden aus jeder der Proben 1n und 1o hergestellt:

[0086] Eine separate Pulpenaufschlammung wurde mit jeder Tissueprobe hergestellt. Ein kationisches Stärke-Trockenfestigkeitsharz Solvitose®-N (erhältlich von Nalco Chemical Co.) wurde in einer Menge von 1% des Fasergewichtes hinzugefügt. Die Pulpenaufschlammung wurde bei einem Fasergehalt von etwa 6% für 15 Minuten auf eine Temperatur von 82,2°C (180°F) erhitzt. Nachdem sie gepulpt und für 15 Minuten auf der erhöhten Temperatur gehalten worden war, wurde die Pulpenaufschlammung, die aus der Probe (verunreinigt mit Sojabohnenöl) hergestellt worden war, auf etwa 60°C (etwa 140°F) abgekühlt und auf einen Fasergehalt von 5% verdünnt, und der pH-Wert wurde von Umgebungs-pH, der nur mit Pulpe und Leitungswasser erreicht wird, auf einen pH-Wert von 5 verringert durch die geringe Zugabe von Schwefelsäure. Oberflächenaktives Mittel und eine Enzymmischung aus Cellulaseenzym (Celluclast 1,5L, Novo Nordisk Bioindustrials, Inc.), Xylanase (Pulpzyme HA, Novo Nordisk Bioindustrials, Inc.) und Resinase (Resinase A 2X, Novo Nordisk Bioindustrials, Inc.) wurden zu den Fasermaterialien mit 5% Fasergehalt von Probe 1o hinzugefügt. Die Enzymzugabe verwendet 66,5 ml Cellulase zu 16,5 ml Xylanase und 16,5 ml Resinase pro 45,4 kg (100 lbs) luftgetrockneter Pulpe. Nach der Zugabe der Enzyme wurde die Pulpenaufschlammung von Probe 1o für 30 Minuten mit leichter Bewegung bei etwa 82,2°C (etwa 140°F) gehalten und dann gekühlt und auf einen pH-wert von 7 eingestellt, wobei Natriumhydroxid erhöht wurde.

[0087] Die Pulpe wurde entwässert auf einen Fasergehalt von 25– 35%. Die entwässerten Fasern wurden dann zerkrümelt und durch einen Faserdispersierer geführt und mit dem Sojabohnenöl gemischt, während die Fasertemperatur durch eingeleiteten Dampf bei etwa 82,2°C (etwa 180°F) gehalten wurde.

[0088] Die Pulpenaufschlammung wurde dann verwendet, um leichtes Trockenkrepptissue herzustellen, wie oben beschrieben. Deutliche Weichheit in Bezug auf Griff wurde für diese Probe beobachtet. Tabelle I zeigt die Ergebnisse der normierten Zugfestigkeit (flächengewichts- und richtungsmäßig normiert) und des Griffs für die Tissueproben 1n und 1o.

Beispiel 2

[0089] Drei Pulpenfasermaterialien, die aus verschiedenen Quellen von Fasern mit hoher Grobheit hergestellt wurden, wurden behandelt und zu leichten Trockenkrepptissueprodukten verarbeitet unter Verwendung der selben Papierherstellungsverfahren wie in Beispiel 1. Zwei Tissueproben, die als 1k und 1l bezeichnet werden, wurden aus einer Pulpe hergestellt, die durch erneutes Pulpen alter Zeitungen (ONP) erhalten wurde. Die andere Tissueprobe, die als 1m bezeichnet wird, wurde aus 70 ONP und 30% Flexo-Zeitungspapier hergestellt. Alle Tissueproben wurden zuerst hergestellt durch Aufschlammern der Pulpe mit Wasser bei 6% Fasergehalt. Die Aufschlammung wurde auf eine Temperatur von 82,2°C (180 °F) erhitzt und für 30 Minuten auf der erhöhten Temperatur gehalten.

[0090] Jede der Pulpenaufschlammungen von Probe 1k, 1l und 1m wurden einer zusätzlichen Behandlung unterworfen, bevor sie im Papierherstellungsverfahren verwendet wurden. Diese zusätzliche Behandlung be-

stand aus Verringern der Temperatur der Pulpenaufschlammung von 82,2°C (180°F) auf 60°C (140°F), Einstellen des pH-Wertes mit Schwefelsäure auf 5,0 und Anpassen des Fasergehaltes auf 5% durch Zugabe eines oberflächenaktiven Mittels und einer Enzymmischung. Die Enzymzugabe erfolgte in einer Menge von 66,5 ml Cellulase, 16,5 ml Xylanase und 16,5 ml Lipase pro 45,4 kg (100 Pfund) Pulpe, und die Enzyme wurden zu den Aufschlämmungen, die für die Herstellung dieser Tissueproben verwendet werden sollten, bei 60°C (140°F) und 5% Fasergehalt hinzugefügt. Nach der Enzymbehandlung wurde die Aufschlammung auf einen Fasergehalt von etwa 25–35% entwässert. Die entwässerten gepulpten Fasern wurden dann zerkrümelt, um Faserkrümel herzustellen. Die Faserkrümel von Probe 1l und 1m wurden dann durch einen Micar geleitet.

[0091] Probe 1l wurde mit 1% Mineralöl gemischt, während die Fasern durch eingeleiteten Dampf auf einer Temperatur von 82,2°C (etwa 180°F) gehalten wurde.

[0092] Probe 1m, die aus 70% ONP/30% Flexo-Zeitungspapier hergestellt wurde, wurde mit 1,0% Mineralöl gemischt, während die Fasern durch eingeleiteten Dampf auf einer Temperatur von 82,2°C (etwa 180°F) gehalten wurden.

[0093] Die Aufschlämmungen mit 5% Fasergehalt für alle Proben wurden dann für 30 Minuten auf 60°C (140°F) gehalten, gekühlt, eingestellt auf pH 7 mit Natriumhydroxid und als Fasermaterial für die Herstellung eines Trockenkreppptissues mit der Ausrüstung und dem Verfahren zur Papierherstellung, die in Beispiel 1 beschrieben sind, verwendet. Das kationische Trockenfestigkeitsharz Solvitose® N wurde zu dem Fasermaterial in einer Menge von 1% hinzugefügt, basierend auf dem Gewicht der Fasern. Die Tissueproben 1k, 1l und 1m wurden dann auf Griff, Zugfestigkeit sowohl in Maschinenrichtung als auch quer zur Maschinenrichtung und auf Flächengewicht getestet. Die Ergebnisse sind in Tabelle I gezeigt. Die Daten für Zugfestigkeit und Flächengewicht wurden in der mathematischen Berechnung der richtungsmäßig normierten Zugfestigkeit (NTS) verwendet. Die Ergebnisse stellten die Vorteile der Zugabe von Ölen und Dampf zu den Fasern mit einer Grobheit von 17 mg/100 Meter und mehr nach der Enzymbehandlung dar.

Beispiel 3

[0094] Zwei Tissueproben mit der Bezeichnung A und F wurden hergestellt aus einer Pulpe, die durch erneutes Pulpen alter Zeitungen erhalten wurde. Beide Tissueproben wurden zuerst hergestellt durch Aufschlammung der Pulpe mit Wasser bei 6% Fasergehalt. Die Aufschlammung wurde auf eine Temperatur von 82,2°C (180°F) erhitzt und für etwa 30 Minuten auf der erhöhten Temperatur gehalten.

[0095] Jede der Pulpenaufschlämmungen wurde einer zusätzlichen Behandlung unterworfen, bevor sie im Papierherstellungsverfahren verwendet wurde. Diese zusätzliche Behandlung bestand aus dem Verringern der Temperatur der Pulpenaufschlammung von 82,2°C (180°F) auf 60°C (140°F), Einstellen des pH-Wertes mit Schwefelsäure auf 5,0 und Anpassen des Fasergehaltes auf etwa 5,0%. Ein oberflächenaktives Mittel und eine Enzymmischung, die aus 66,5 ml Cellulase, 16,5 ml Xylanase und 16,5 ml Lipase bestand, wurden pro 45,4 kg (100 Pfund) Pulpe bei 60°C (140°F) hinzugefügt. Nach der Enzymbehandlung wurde die Aufschlammung auf einen Fasergehalt zwischen etwa 25% und 35% entwässert. Die Krümelproben wurden dann durch einen Dispergierer geleitet.

[0096] Probe A wurde mit 1% Mineralöl gemischt, während die Fasern durch eingeleiteten Dampf auf einer Temperatur von 82,2°C (etwa 180°F) gehalten wurden, während Probe F mit Castoröl gemischt wurde, während die Fasern durch eingeleiteten Dampf auf 82,2°C (180°F) gehalten wurden.

[0097] Die entwässerten Proben wurden dann auf einen Fasergehalt von 5% eingestellt und als Fasermaterial für die Herstellung von Trockenkreppptissue mit der Ausrüstung und dem Verfahren zur Papierherstellung, die in Beispiel 1 beschrieben sind, verwendet. Die Tissueproben A und F wurden dann auf Griff, Zugfestigkeit sowohl in Maschinenrichtung als auch quer zur Maschinenrichtung und Flächengewicht getestet. Die Daten für Zugfestigkeit und Flächengewicht wurden in der mathematischen Berechnung der richtungsmäßig normierten Zugfestigkeit verwendet. Diese Ergebnisse sind in Tabelle II angeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Art von Pflanzenöl, die im Dispergierer verwendet wird, eine wesentliche Auswirkung auf die Weichheit hat. Das Castoröl wird dem Mineralöl vorgezogen.

Beispiel 4

[0098] Eine Fasermischung wurde hergestellt unter Verwendung von 100% frischen Fasern von der Art, wie sie in den Vereinigten Staaten für die Herstellung von Zeitungspapier verwendet werden. Die Pulpenmischung enthielt 60% chemisch-thermomechanische Pulpe (SWCTMP) mit geringer Freeness (etwa 250 CSF), 30% Weichholz-Steinschliffpulpe und 10% nordischen Weichholzkraftzellstoff. Dieses 60/30/10-Gemisch aus frischen Fasern wurde ausgewählt, um die Gemische zu simulieren, die in Zeitungspapier zu finden sind. Frische Fasern wurden verwendet, da sie keinerlei Verunreinigungen in der Herstellung und im Druck von Zeitungen eingeführt enthalten. Trockengekreppte Tissueproben wurden bei zwei verschiedenen Zugfestigkeitsniveaus auf einer 0,36 m (14") breiten Trockenkreppptissuemaschine hergestellt, wie oben beschrieben. Diese Proben

werden in Tabelle III als A1 bis A4 bezeichnet.

[0099] Vier Pulpenfasermaterialien, Probe B, C, D und E aus altem Zeitungspapier wurden bei 5% Fasergehalt hergestellt, auf einen Fasergehalt von 25 bis 35 entwässert und dann zerkrümelt. Probe B wurde durch einen Faserdispargierer geleitet und mit Mineralöl gemischt, wurde aber keiner Dampfbehandlung unterworfen. Probe C wurde durch einen Dispergierer geleitet und einer Dampfbehandlung bei 82,2°C (180°F) unterworfen, aber nicht mit Öl gemischt. Probe D und Probe E wurden durch einen Dispergierer geleitet und mit 0,5 bis 2,0% Mineralöl gemischt, während die Faserbehandlung mit Dampf auf 82,2°C (180°F) gehalten wurde.

[0100] Die vier behandelten Fasermaterialien wurden getrennt auf einen Fasergehalt von 5% aufgeschlämmt und einer Behandlung mit Enzymen und oberflächenaktivem Mittel unterworfen, wie in Beispiel I beschrieben.

[0101] Die Enzym-behandelten Proben wurden dann als Fasermaterial für die Herstellung von Trockenkrepp-tissue mit der Ausrüstung zur Papierherstellung, die in Beispiel 1 beschrieben ist, verwendet.

[0102] Probe D und Probe E wurden durch den Dispergierer geleitet und mit Öl gemischt und einer Dampf-behandlung unterworfen und bei zwei verschiedenen Zugfestigkeitsniveaus hergestellt.

[0103] Die Tissueproben A bis E wurden auf Griff, Zugfestigkeit sowohl in Maschinenrichtung als auch quer zur Maschinenrichtung und Flächengewicht getestet. Die Daten für Zugfestigkeit und Flächengewicht wurden in der mathematischen Berechnung der richtungsmäßig normierten Zugfestigkeit verwendet.

[0104] Die Ergebnisse in Tabelle III zeigen die Weichheitsgrade von Probe B bis E und der Kontrollproben bei gleicher NTS.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von Sanitärpapierprodukten aus Cellulose-Fasern, umfassend:

(a) Pulpen der Cellulose-Fasern in Wasser unter Bewegung, um eine Pulpenaufschlammung zu erzeugen, wobei die Aufschlammung einen Fasergehalt zwischen etwa 3% bis etwa 18% und einen pH-Wert unterhalb von etwa 8,0 aufweist;

(b) Zugeben zur Aufschlammung eines oberflächenaktiven Mittels und wenigstens eines Enzyms, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Cellulase, Hemicellulase und Lipase und Halten der Pulpenaufschlammung bei einer Temperatur oberhalb von etwa 37,7°C (etwa 100°F) während wenigstens 15 Minuten;

(c) Entwässern der Aufschlammung auf einen Fasergehalt von etwa 25% bis etwa 35%;

(d) Zerkrümeln der entwässerten Aufschlammung, wodurch Faserkrümel erzeugt werden;

(e) Leiten der Faserkrümel durch einen Faserdispargierer und Mischen von Öl, ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Pflanzen-, Mineral- oder Lanolinöl oder deren Derivate, mit der Faser, während die Fasern bei einer Temperatur gehalten werden, welche ausreicht, dass die Öle in oder auf den Fasern gehalten werden können, wobei ölproduktthaltige behandelte Pulpe erzeugt wird, und

(f) Verwenden der behandelten Pulpe als eine Faserquelle in einem Papierherstellungsverfahren zur Erzeugung von Sanitärpapierprodukten.

2. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei die Cellulose-Faser Faser von hoher Grobheit ist.

3. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei die Cellulose-Faser Faser von geringer Grobheit ist.

4. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei die Hemicellulase Xylanase ist.

5. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei das Sanitärpapierprodukt ein Tissue-Papier ist, welches mit einem Flächengewicht zwischen 11,9 und 59,5 g/m² (7 und 35 pounds per ream) hergestellt wurde.

6. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei das Sanitärpapierprodukt ein Papier-Handtuch ist, welches mit einem Flächengewicht zwischen 34 und 68 g/m² (20 und 40 pounds per ream) hergestellt wurde.

7. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei der pH der Pulpenaufschlammung zwischen 4 und 7 gehalten wird.

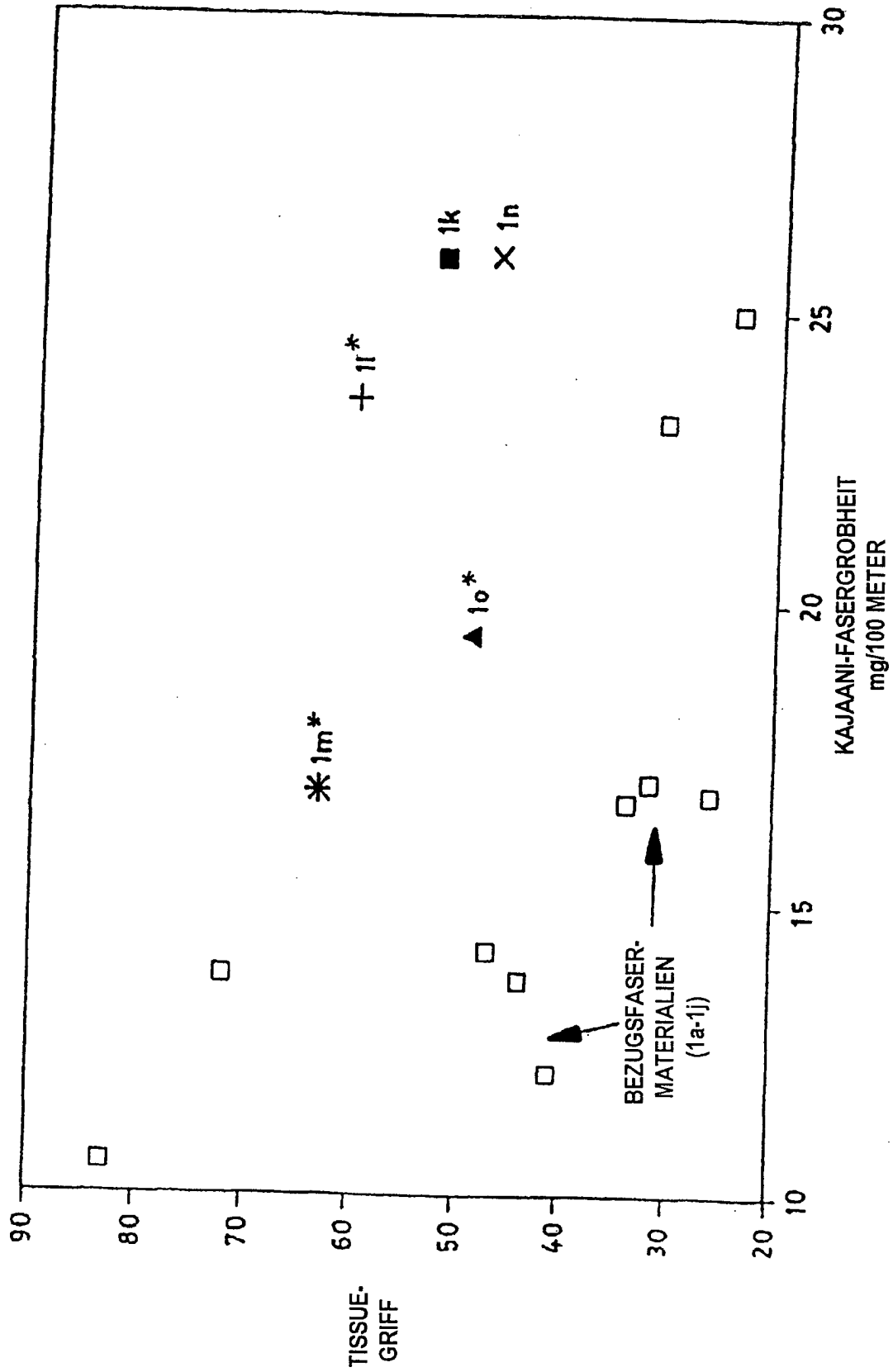
8. Verfahren gemäss Anspruch 1, wobei der pH und chemische Zusätze zu der Pulpenaufschlammung nicht ausreichend sind, um die Ölkomponenten zu verseifen.

9. Verfahren gemäss einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei in Schritt(e) die Fasern bei einer Temperatur von etwa 82°C (etwa 180°F) gehalten werden.

10. Verfahren gemäss Anspruch 9, wobei die Pulpe während des gesamten Verfahrens unterhalb von pH 8 gehalten wird.

11. Verfahren gemäss Anspruch 9 oder 10, wobei die Temperatur der dispergierten Fasern in Schritt(e) durch eingeleiteten Dampf gehalten wird.
12. Verfahren gemäss einem der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Enzym und das oberflächenaktive Mittel bei einer Temperatur unterhalb von 60°C (140°F) zu der Aufschlämmung zugegeben werden.
13. Verfahren gemäss einem der vorhergehenden Ansprüche, weiterhin umfassend das Zugeben eines kationischen Farbstoffes zu der Enzym-behandelten Pulpe.

Es folgen 5 Blatt Zeichnungen



* gemäß der vorliegenden Erfindung

FIG.1

TABELLE I
DATEN FÜR FESTIGKEIT, GRIFF UND GROBHEIT

PROBEN- NUMMER	FASERMATERIAL	PROBE #1		PROBE #2		GROBHEIT (mg/100 METER)	GRIFF @ NTS = 4.09 10 ⁴ cm
		NTS (10 ⁴ cm)	GRIFF	NTS (10 ⁴ cm)	GRIFF		
1a	70% SSWK / 30% HWCTMP	3.8	33	4.09	31	23.2	31
1b	50% NSWK / 50% BEK	3.8	86	4.29	81	10.6	83
1c	25% NSWK / 25% SSWK / 50% BEK	3.5	75	4.02	71	13.9	72
1d	100% NSWK	3.9	48	5.39	44	14.3	47
1e	50% NSWK / 50% RF	4.13	44	6.30	39	13.8	44
1f	100% RF	4.80	40	5.83	37	12.2	41
1g	33% NSWK / 33% RF / 33% SWCTMP	4.65	33	5.79	31	16.7	34
1h	50% NSWK / 50% SWCTMP	3.5	34	5.91	28	17.0	32
1i	50% RF /	3.94	26	5.91	24	16.8	26
1j	100% SWCTMP	3.7	26	5.04	20	25.0	24

FIG. 2A

TABELLE 1
DATEN FÜR FESTIGKEIT, GRIFF UND GROBHEIT

PROBEN- NUMMER	FASERMATERIAL	PROBE #1		PROBE #2		GROBHEIT (mg/100 METER)	GRIFF
		NTS (10 ⁴ cm)	GRIFF	NTS (10 ⁴ cm)	GRIFF		
1k	ONP + Enzym/ oberflächenaktives Mittel	3.4	66	4.06	52	25.9	@ NTS = 4.09 10 ⁴ cm
1l*	ONP + Enzym/ oberflächenaktives Mittel + Micar + Dampf + Öl	4.45	56	2.8	71	23.6	60
1m*	ONP / FLEVO + Enzym oberflächenaktives Mittel + Micar + Dampf + Öl	4.25	63	KEINE PROBE	KEINE PROBE	16.9	63
1n	KONTROLLPROBE = 60% SWCTMP + 30% SWGWD + 10% NSWK	2.9	53	6.22	38	25.9	47
1o*	KONTROLLPROBE + Enzym / oberflächenaktives Mittel + Micar + Dampf + Öl	4.09	49	KEINE PROBE	KEINE PROBE	19.5	49

* gemäß der vorliegenden Erfindung

FIG. 2B

TABELLE II
DATEN FÜR FESTIGKEIT, GRIFF UND GROBHEIT

<u>PROBENNUMMER</u>	<u>PROBENBESCHREIBUNG</u>	<u>GRIFF</u>	<u>NTS</u> (10 ⁴ cm)	<u>GROBHEIT</u> (mg/100 METER)
A.*	ONP + MICAR + DAMPF + MINERALÖL	71	2.8	19.3
F.*	ONP + MICAR + DAMPF + CASTORÖL	85	2.6	19.3

* gemäß der vorliegenden Erfindung

FIG. 3

TABELLE III
DATEN FÜR FESTIGKEIT, GRIFF UND GROBHEIT

<u>PROBENNUMMER</u>	<u>PROBENBESCHREIBUNG</u>	<u>GRIFF</u>	<u>NTS</u> (10 ⁴ cm)	<u>GROBHEIT</u> (mg/100 METER)
A1.	KONTROLLPROBE	53	2.9	25.9
A2.	KONTROLLPROBE	38	6.22	25.9
A3.	KONTROLLPROBE (BERECHNET BEI NTS = 4,49 10 ⁴ cm)	46	4.49	25.9
A4.	KONTROLLPROBE (BERECHNET BEI NTS = 4,17 10 ⁴ cm)	47	4.17	25.9
B.	ONP + MICAR + MINERALÖL (KEIN DAMPF)	47	4.49	25.6
C.	ONP + MICAR + DAMPF (KEIN ÖL)	50	4.17	25.6
D.*	ONP + MICAR + DAMPF + MINERALÖL	56	4.45	23.6
E.*	ONP + MICAR + DAMPF + MINERALÖL	60	4.09	23.6

* gemäß der vorliegenden Erfindung

FIG. 4