



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 699 22 530 T2** 2005.12.15

(12) **Übersetzung der europäischen Patentschrift**

(97) **EP 1 121 488 B1**

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: **D21H 21/22**

(21) Deutsches Aktenzeichen: **699 22 530.2**

(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US99/23593**

(96) Europäisches Aktenzeichen: **99 951 898.8**

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 00/22231**

(86) PCT-Anmeldetag: **08.10.1999**

(87) Veröffentlichungstag  
der PCT-Anmeldung: **20.04.2000**

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **08.08.2001**

(97) Veröffentlichungstag  
der Patenterteilung beim EPA: **08.12.2004**

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **15.12.2005**

(30) Unionspriorität:

**104371 P      15.10.1998      US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

**AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT,  
LI, LU, MC, NL, PT, SE**

(73) Patentinhaber:

**The Procter & Gamble Company, Cincinnati, Ohio,  
US**

(72) Erfinder:

**VINSON, Douglas, Kenneth, Cincinnati, US; KARL,  
Jo, Amy, Mason, US; WAHL, Hoffman, Errol,  
Cincinnati, US; FRANKENBACH, Marie, Gayle,  
Cincinnati, US**

(74) Vertreter:

**Patentanwälte Rau, Schneck & Hübner, 90402  
Nürnberg**

(54) Bezeichnung: **WEICHES SEIDENPAPIER**

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**

## TECHNISCHES GEBIET

**[0001]** Diese Erfindung bezieht sich ganz allgemein auf das Weichmachen von Tissuepapier und insbesondere auf eine Zusammensetzung, welche auf die Oberfläche eines Tissuepapiers aufgebracht werden kann, um dessen Weichheit zu verbessern.

## HINTERGRUND DER ERFINDUNG

**[0002]** Sanitäre Papiertissueprodukte sind weit verbreitet. Solche Artikel werden im Handel in Formaten angeboten, die für eine Vielzahl von Verwendung, wie als Gesichtstissues, Toilettentissues und absorbierende Tücher zugeschnitten sind.

**[0003]** Alle diese sanitären Produkte teilen sich eine allgemeine Anforderung, insbesondere weich beim Berühren zu sein. Die Weichheit ist ein komplexer taktiler Eindruck, der von einem Produkt erweckt wird, wenn es an der Haut entlang gestrichen wird. Der Zweck, weich zu sein, besteht dahin gehend, dass diese Produkte verwendet werden können, die Haut zu reinigen, ohne sie zu irritieren. Ein effektives Reinigen der Haut ist ein anhaltendes persönliches Hygieneproblem für viele Leute. Unangenehme Ausscheidungen von Urin, Menstruationsfluiden und Stuhlgangmaterial aus dem perinealen Bereich oder Otorhinolaryngo-Schleimausscheidungen treten nicht immer zu einem Zeitpunkt auf, der für jemanden gelegen ist, um eine intensive Reinigung, wie beispielsweise mit Seife und reichlichen Wassermengen, durchzuführen. Als Ersatz für intensives Reinigen werden eine breite Vielfalt von Tissue- und Handtuchprodukten angeboten, um bei der Aufgabe zu helfen, solche Ausscheidungen von der Haut zu entfernen und in einer hygienischen Weise zur Entsorgung zurück zu halten. Es ist nicht überraschend, dass die Verwendung der Produkte nicht den Grad an Reinlichkeit erreicht, der durch intensivere Reinigungsverfahren erreicht werden kann, und die Hersteller von Tissue- und Handtuchprodukten bemühen sich andauernd, ihre Produkte konkurrenzfähiger zu Intensivreinigungsverfahren zu machen.

**[0004]** Nachteile bei Tissueprodukten veranlassen z.B. viele, den Reinigungsvorgang zu beenden, bevor die Haut vollständig gereinigt ist. Ein solcher Verhalten wird durch die Rauigkeit des Tissues veranlasst, da ein fortgesetztes Reiben mit einem rauen Gerät die empfindliche Haut abscheuern kann und ernsthafte Schmerzen verursachen kann. Die Alternative, die Haut teilweise ungereinigt zu belassen, wird gewählt, obwohl dadurch häufig schlechte Gerüche ausstrahlen können und die Unterwäsche beflecken können und mit der Zeit auch Hautirritationen verursachen können.

**[0005]** Erkrankungen des Anus, z.B. Hämorrhoiden, machen das perianale Gebiet äußerst empfindlich und machen solche, die an solchen Erkrankungen leiden, durch das Bedürfnis, ihren Anus ohne Veranlassung einer Irritation zu reinigen, besonders frustriert.

**[0006]** Ein weiterer bemerkenswerter Fall, in welchem eine Frustration veranlasst wird, ist das wiederholte Schnäuzen, das notwendig ist, wenn jemand eine Erkältung hat. Wiederholte Zyklen von Schnäuzen und Abwischen können in einer wunden Nase gipfeln, selbst wenn das weichste Tissue, das heute erhältlich ist, verwendet wird.

**[0007]** Demgemäß war die Herstellung von weichem Tissue- und Tuchprodukten, welche ein bequemes Reinigen unterstützen, ohne leistungsmindernde Beeinträchtigungen, das Ziel der Ingenieure und Wissenschaftler, die sich mit der Forschung zur Verbesserung von Tissuepapier gewidmet haben. Es gab zahlreiche Versuche, den abrasiven Effekt zu reduzieren, das heißt, die Weichheit von Tissueprodukte zu verbessern.

**[0008]** Ein Gebiet, dass in dieser Hinsicht ausgebeutet wurde, war, Zellulosefasermorphologien und konstruierte Papierstrukturen auszuwählen und zu modifizieren, um die optimalen Vorteile der verschiedenen erhältlichen Morphologien zu erhalten. Der greifbare Stand der Technik auf diesem Gebiet umfasst: Vinson et al. in US-A-5,228,954, veröffentlicht am 20. Juli 1993, Vinson in US-A-5,405,499, veröffentlicht am 11. April 1995, Cochrane et al. in US-A-4,874,465, veröffentlicht am 17. Oktober 1989 und Hermans et al. in US Statutory Invention Registration H1672, veröffentlicht am 05. August 1997, die alle Verfahren zum Auswählen und Aufwerten von Faserquellen für ein Tissue und Handtuch höchster Eigenschaften offenbaren. Ein greifbarer Stand der Technik wird ferner dargestellt durch Carstens in US-A-4,300,981, veröffentlicht am 17. November 1981, welcher diskutiert, wie Fasern eingebaut werden können, um sich an Papierstrukturen anzupassen, so dass sie ein maximales Weichheitspotential haben. Obwohl solche Techniken, wie sie durch diese Beispiele des Stan-

des der Technik dargestellt sind, allgemein erkannt sind, können sie nur ein beschränkendes Potential bieten, um Tissue zu wirklich effektiven, bequemen Reinigungseinrichtungen zu machen.

**[0009]** Ein weiteres Gebiet, welches beachtliche Aufmerksamkeit erlangt hat, ist die Hinzugabe chemischer Weichmachungsmittel (hier auch als "chemische Weichmacher" bezeichnet), zu Tissue- und Handtuchprodukten.

**[0010]** Wie hier verwendet, bezieht sich der Ausdruck "chemisches Weichmachungsmittel" auf irgendeinen chemischen Inhaltsstoff, welcher die taktile Empfindung verbessert, die von dem Verbraucher wahrgenommen wird, welcher ein spezielles Papierprodukt hält und dieses über die Haut reibt. Obwohl für Handtuchprodukte in gewissen Maßen wünschenswert, ist Weichheit eine besonders wichtige Eigenschaft für Gesichts- und Toiletentissues. Eine solche taktil wahrnehmbare Weichheit kann gekennzeichnet sein durch, ist aber nichtbeschränkt darauf, Reibung, Flexibilität und Weichheit sowie subjektive Beschreibungen, wie eine fettige, samtige, seidige oder flanellartige Anfühlung, welche dem Tissue eine fettige Anfühlung verleiht. Geeignete Materialien umfassen solche, die dem Tissue eine fettige Anfühlung verleihen. Dies umfasst, nur zu beispielhaften Zwecken, Grundwachse, wie Paraffin und Bienenwachs, und Öle, wie Mineralöl und Siliconöl sowie Petrolatum und komplexere Schmiermittel und Weichmacher, wie quaternäre Ammoniumverbindungen mit langen Alkylketten, funktionalen Siliconen, Fettsäuren, Fettalkoholen und Fetteestern.

**[0011]** Das Arbeitsgebiet im Stand der Technik, das mit chemischen Weichmachern verbunden ist, hat zwei Wege genommen. Der erste Weg ist gekennzeichnet durch die Hinzugabe von Weichmachern zu der Tissuepapierbahn während ihrer Formation, entweder durch Hinzugabe eines anziehenden Inhaltsstoffes in die Büten des Zellstoffes, welcher ultimativ in eine Tissuepapierbahn geformt wird, in Zellstoffbrei, wenn dieser eine Papier machende Maschine erreicht, oder in die nasse Bahn, wenn diese auf einem Fourdrinier- oder Trocknungstuch auf einer Papier machenden Maschine liegt.

**[0012]** Der zweite Weg ist gekennzeichnet durch die Hinzugabe von chemischen Weichmachern zu einer Tissuepapierbahn, nachdem die Bahn getrocknet wurde. Aufbringungsprozesse können in den Papier machenden Vorgang eingebaut werden, z.B. durch Sprühen auf die trockene Bahn, bevor sie in eine Papierrolle gewickelt worden ist.

**[0013]** Einen beispielhaften Stand der Technik, bezogen auf den früheren Weg, der durch die Hinzugabe chemischer Weichmacher zu dem Tissuepapier vor seines Zusammenbaues in eine Bahn gekennzeichnet ist, umfasst US-A-5,264,02, veröffentlicht für Phan und Trokhan am 23. November 1993. Solche Verfahren haben eine allgemeine Anwendung in der Industrie gefunden, insbesondere dann, wenn es erwünscht ist, die Festigkeit zu verringern, welche andernfalls in dem Papier vorhanden wäre, und wenn der Papier machende Prozess, insbesondere der Kreppvorgang, robust genug ist, um den Einbau der bindungshindernden Mittel toleriert. Es gibt jedoch Probleme, die mit diesen Verfahren verbunden sind, die für die Fachleute des Standes der Technik allgemein bekannt sind. Erstens wird die Aufbringungsstelle des chemischen Weichmachers nicht gesteuert. Er wird ganz allgemein über die Papierstruktur als dem Faserstoff, auf welchen er aufzubringen ist, verteilt. Zudem gibt es einen Verlust an Papierfestigkeit, der mit der Verwendung dieser Additive auftritt. Obwohl nicht durch Theorie gebunden, wird allgemein angenommen, dass die Additive dazu neigen, die Formation von Faser-zu-Faser Wasserstoffbindungen zu verhindern. Es kann auch ein Steuerungsverlust des Flächengebildes geben, wenn es von dem Yankee-Trockner gekrepppt wird. Wiederum besteht eine weit verbreitete Theorie darin, dass die Additive sich mit dem Überzug auf dem Yankee-Trockner stören, so dass die Bindung zwischen der nassen Bahn und dem Trockner geschwächt wird. Der Stand der Technik, wie die US-A-5,487,813, veröffentlicht für Vinson et al. am 30. Januar 1996, offenbart eine chemische Kombination, um die vorerwähnten Effekte auf die Festigkeit und die Haftung an dem Kreppzylinder zu mildern; es bleibt jedoch nach wie vor ein Bedürfnis, einen chemischen Weichmacher in eine Papierbahn in einer zielgerichteten Weise mit einem minimalen Effekt auf die Bahnfestigkeit und einer minimalen Störung des Produktionsprozesses einzubauen.

**[0014]** Ein weiterer beispielhafter Stand der Technik der sich auf die Hinzugabe von chemischen Weichmachern zu der Tissuepapierbahn während ihrer Formation bezieht, umfasst US-A-5,059,282, veröffentlicht für Ampulski et al. am 22. Oktober 1991, hier durch Bezugnahme mit aufgenommen. Das Patent von Ampulski offenbart ein Verfahren zum Hinzufügen einer Polysiloxanverbindung zu einer nassen Tissuebahn (vorzugsweise mit einer Faserkonsistenz zwischen etwa 20% und etwa 35%). Ein solches Verfahren repräsentiert in einiger Hinsicht einen Fortschritt gegenüber der Hinzufügung von chemischen Mitteln in die Breibütten, welche die Papier machende Maschine versorgen. Zum Beispiel richten solche Mittel die Aufbringung auf eine der Bahnoberflächen im Gegensatz zu einem Verteilen des Additivs auf allen Fasern des Stoffes. Solche Verfahren

versagen jedoch dahin gehend, die primären Nachteile der Hinzufügung chemischer Weichmacher auf dem nassen Ende der Papier machenden Maschine zu überwinden, nämlich die Einflüsse auf die Festigkeit und die Einflüsse auf die Beschichtung des Yankee-Trockners, wenn ein solcher Trockner verwendet werden sollte.

**[0015]** Wegen der oben genannten Einflüsse auf die Festigkeit und die Unterbrechung des Papier machenden Prozesses, ist ein beachtlicher Stand der Technik entstanden, um chemische Weichmacher auf bereits getrocknete Papierbahnen entweder auf dem sogenannten trockenen Ende der Papier machenden Maschine oder in einem separaten Konvertierungsvorgang, nachfolgend dem Papier machenden Schritt, aufzubringen. Ein beispielhafter Stand der Technik von diesem Gebiet umfasst US-A-5,215,626, veröffentlicht für Ampulski et al. am 01. Juni 1993; US-A-5,246,545, veröffentlicht für Ampulski et al. am 21. September 1993 und US-A-5,525,345, veröffentlicht für Warner et al. am 11. Juni 1996. Die US-A-5,215,626 offenbart ein Verfahren zum Präparieren eines weichen Tissuepapiers durch Aufbringen eines Polysiloxans auf eine trockene Bahn. Die US-A-5,246,545 offenbart ein ähnliches Verfahren unter Verwendung einer erwärmten Übertragungsoberfläche. Schließlich offenbart das Patent von Warner Verfahren zur Aufbringung, einschließlich einer Rollenbeschichtung und Extrusion, zum Aufbringen spezieller Zusammensetzungen auf die Oberfläche einer trockenen Tissuebahn.

**[0016]** Die US-A-5,814,188 beschreibt ein starkes und weiches Tissuepapierprodukt, in welchem wenigstens eine äußere Oberfläche des Produkts gleichförmige diskrete Oberflächenablagerungen eines im Wesentlichen festgelegten chemischen Weichmachermittels aufweist, dass eine quaternäre Ammoniumverbindung umfasst. Solche Weichmachermittel können durch ein Offset-Druckverfahren aufgebracht werden.

**[0017]** Die US-A-5,753,079 offenbart ein Verfahren zum Herstellen von Papier, dass die Zugabe auf der nassen Seite des Papiermacherprozesses einer Zusammensetzung mit einer quaternären Ammoniumverbindung und einer nicht ionischen Komponente (Diol) umfasst.

**[0018]** Die US-A-4,441,962, US-A-4,351,699 und DE-A-3 836 847 offenbaren ein Verfahren zum Herstellen eines weichen Tissuepapiers mit dem Schritt einer Behandlung eines Breies von Papiermacherfasern mit einer verdünnten Weichmacherzusammensetzung, umfassend: (1) ein Vehikel (z.B. Wasser); (2) einen weich machenden aktiven Inhaltsstoff mit einer quaternären Ammoniumverbindung; und (4) einen "Doppelschicht-Zerbrecher" (das heißt, einen nicht ionischen grenzflächenaktiven Stoff).

**[0019]** Obwohl jede dieser Druckschriften einen Vorteile gegenüber den früheren sogenannten nassseitigen Verfahren zeigt, insbesondere im Hinblick auf das Beseitigen von Degradierungseffekten in Verbindung mit dem Papiermacherverfahren, bleibt ein Bedürfnis, eine Weichmacherzusammensetzung bereit zu stellen, die einen minimalen Effekt auf Festigkeitseigenschaften einer Tissuebahn hat. Eine der wichtigsten physikalischen Eigenschaften in Bezug auf die Weichheit wird von den Fachleuten des Standes der Technik allgemein als die Festigkeit der Bahn angesehen. Eine Aufbringung einer Weichmacherzusammensetzung bewirkt im Allgemeinen eine Reduktion der Festigkeit einer Tissuebahn (Die Festigkeit ist die Fähigkeit des Produkts und ihrer Bestandteile, eine physikalische Integrität zu behalten und einem Reißen, Bersten und Zerschreddern und Benutzungsbedingungen zu widerstehen). Es wird geglaubt, dass diese Reduktion ein Ergebnis einer Zerstörung von Wasserstoffbindungen zwischen den Papiermacherfasern ist, die als ein Ergebnis des Papiermacherprozesses gebildet werden. Ein Erreichen hoher Weichheit ohne ein Verschlechtern der Festigkeit wurde lang als ein Mittel zum Bereitstellen verbesserter Tissueprodukte erkannt.

**[0020]** Demgemäß besteht ein fortdauerndes Bedürfnis nach weichen Tissuepapierprodukten mit guten Festigkeitseigenschaften. Es gibt auch ein Bedürfnis nach verbesserten Weichmacherzusammensetzungen; die auf solche Tissueprodukte aufgebracht werden können, um die notwendige Weichheit bereit zu stellen, ohne dabei die Festigkeit des Produkts oder andere wichtige Eigenschaften desselben unakzeptabel zu verschlechtern.

**[0021]** Solche verbesserten Produkte und Zusammensetzungen werden durch die vorliegende Erfindung bereit gestellt, wie sie in der folgenden Offenbarung gezeigt wird.

#### ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

**[0022]** Die vorliegende Erfindung beschreibt Weichmacherzusammensetzungen, die, wenn sie auf Tissuebahnen aufgebracht werden, vorzugsweise auf getrocknete Tissuebahnen, ein weiches, starkes, absorbierendes und ästhetisch gefälliges Tissuepapier liefern, wie es im angehängten Anspruch 1 definiert ist. Die Zusammensetzung ist eine Dispersion, umfassend:

eine effektive Menge eines aktiven Weichmacher-Inhaltsstoffes;  
 ein Vehikel, in welchem der aktive Weichmacher-Inhaltsstoff dispergiert ist;  
 einen Elektrolyten, der in dem Vehikel aufgelöst ist, wobei der Elektrolyt die Viskosität der Zusammensetzung dazu veranlasst, geringer zu sein als die Viskosität einer Dispersion der Weichmacherzusammensetzung in dem Vehikel alleine; und einen Doppelschicht-Zerbrecher, um die Viskosität der Weichmacherzusammensetzung weiter zu reduzieren.

**[0023]** Der Ausdruck "Vehikel", wie hier verwendet, bedeutet ein Fluid, das ein chemisches Papiermacheradditiv vollständig auflöst, oder ein Fluid, das dazu verwendet wird, ein chemisches Papiermacheradditiv zu emulgieren, oder ein Fluid, das dazu verwendet wird, ein chemisches Papiermacheradditiv in Suspension zu bringen. Das Vehikel kann auch als ein Träger dienen, der ein chemisches Additiv enthält oder bei der Abgabe eines chemischen Papiermacher-Additivs hilft. Alle Bezeichnungen sollen untereinander austauschbar sein und sind nicht beschränkend. Die Dispersion ist das Fluid, welches das chemische Papiermacher-Additiv enthält. Der Ausdruck "Dispersion", wie hier verwendet, umfasst echte Lösungen, Suspensionen und Emulsionen. Für die Zwecke für diese Erfindung sind alle Ausdrücke untereinander austauschbar und nicht beschränkend. Falls das Vehikel Wasser oder eine wässrige Lösung ist, dann wird vorzugsweise die heiße Bahn auf einen Feuchtigkeitsgrad getrocknet, der unter dem Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt liegt (unter Standardbedingungen), bevor sie mit der Zusammensetzung in Kontakt gebracht wird.

**[0024]** Dieses Verfahren ist jedoch auch anwendbar auf Tissuepapier mit oder nahe an seinem Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt.

**[0025]** Die Menge des Papiermacher-Additivs, die auf das Tissuepapier aufgebracht wird, beträgt vorzugsweise zwischen etwa 0,1% und etwa 10%, basierend auf dem Gesamtgewicht der Weichmacherzusammensetzung, im Vergleich zu dem Gesamtgewicht des resultierenden Tissuepapiers. Das resultierende Tissuepapier hat vorzugsweise eine Flächenmasse von etwa 10 bis etwa 80 g/m<sup>2</sup> und eine Faserdichte von weniger als etwa 0,6 g/cm<sup>3</sup>.

**[0026]** Alle Prozentangaben, Verhältnisse und Proportionen erfolgen hier gewichtsabhängig, sofern dies nicht anders angegeben ist.

#### KURZBESCHREIBUNG DER FIGUR

**[0027]** Obwohl die Beschreibung mit Ansprüchen zusammenpasst, welche die vorliegende Erfindung besonders heraus stellen und deutlich beanspruchen, wird angenommen, dass die vorliegende Erfindung aus der folgenden Beschreibung in Verbindung mit dem angehängten Beispiel und mit der folgenden Zeichnung besser verstanden wird, in welcher gleiche Bezugszeichen identische Elemente identifizieren, und in welcher: Die Figur eine schematische Darstellung ist, welche eine bevorzugte Ausführungsform des Verfahrens der vorliegenden Erfindung darstellt, nämlich die Hinzugabe chemischer Papiermacher-Additivverbindungen zu einer Tissuebahn.

**[0028]** Die vorliegende Erfindung wird unten in größerem Detail beschrieben.

#### DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

**[0029]** Kurz gesagt, stellt die vorliegende Erfindung eine Zusammensetzung bereit, welche auf eine trockene Tissuebahn oder auf eine halb trockene Tissuebahn aufgebracht werden kann. Das resultierende Tissuepapier hat eine verbesserte taktil wahrnehmbare Weichheit. Der Ausdruck "trockene Tissuebahn", wie hier verwendet, umfasst sowohl Bahnen, welche auf einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als dem Leichtgewichts-Feuchtigkeitsgehalt derselben (über trocken – siehe unten) getrocknet sind, und Bahnen, welche sich auf einem Feuchtigkeitsgehalt im Gleichgewicht mit der Atmosphärenfeuchtigkeit befinden. Eine halb trockene Tissuepapierbahn umfasst eine Tissuebahn mit einem Feuchtigkeitsgehalt, der seinen Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt übersteigt. Äußert bevorzugt wird die Zusammensetzung hier auf eine trockene Tissuepapierbahn aufgebracht.

**[0030]** Die Weichmacherzusammensetzung sowie ein Verfahren zum Herstellen der Kombination und ein Verfahren zum Aufbringen derselben auf ein Tissue, werden auch beschrieben.

**[0031]** Es wurde überraschend heraus gefunden, dass sehr geringe Anteile von Weichmacher-Additiven, zum Beispiel kanonische Weichmacher, einen signifikanten Tissue-Weichmachereffekt liefern, wenn sie auf die

Oberfläche von Tissuebahnen in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung aufgebracht werden. Es ist wichtig, dass heraus gefunden wurde, dass die Anteile von Weichmacher-Additiven, die dazu verwendet werden, das Tissuepapier weich zu machen, so gering sind, dass das Tissuepapier eine hohe Benetzbarkeit behält. Ferner kann die Zusammensetzung, weil die Weichmacherzusammensetzung ein hohes aktives Niveau hat, wenn die Weichmacherzusammensetzung aufgebracht wird, auf trockene Tissuebahnen aufgebracht werden, ohne dass ein weiteres Trocknen der Tissuebahn erforderlich ist. Ferner hat die Zusammensetzung, da die Weichmacherzusammensetzung der vorliegenden Erfindung einen minimalen Anteil von nicht funktionalen Inhaltsstoffen enthält, einen minimalen Effekt auf die Festigkeit einer Tissuebahn, nachdem sie aufgebracht wurde.

**[0032]** Wie hier verwendet, bezieht sich der Ausdruck "heiße Tissuebahn" auf eine Tissuebahn, welche sich auf einer erhöhten Temperatur in Bezug zur Raumtemperatur befindet. Vorzugsweise liegt die erhöhte Temperatur der Bahn bei wenigstens etwa 43°C, und ganz bevorzugt bei wenigstens etwa 65°C.

**[0033]** Der Feuchtigkeitsgehalt einer Tissuebahn bezieht sich auf die Temperatur der Bahn und die relative Feuchtigkeit der Umgebung, in welcher die Bahn angeordnet ist. Wie hier verwendet, bezieht sich eine "über-trocknete Tissuebahn" auf eine Tissuebahn, die auf einen Feuchtigkeitsgehalt getrocknet ist, der geringer ist als der Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt bei Standard-Testbedingungen von 23°C und 50% relativer Feuchtigkeit. Der Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt einer Tissuebahn, die unter Standard-Testbedingungen bei 23°C und 50% relativer Feuchtigkeit angeordnet wird, beträgt etwa 7%. Eine Tissuebahn der vorliegenden Erfindung kann übertrocknet werden, indem sie durch Verwendung eines Trocknungsmittels, das im Stand der Technik bekannt ist, wie beispielsweise einen Yankee-Trockner, oder durch eine Durchlufttrocknung, auf eine erhöhte Temperatur angehoben wird. Vorzugsweise wird eine übertrocknete Tissuebahn einen Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 7 Gew.%, ganz bevorzugt weniger als etwa 0 bis etwa 6 Gew.% und äußerst bevorzugt einen Feuchtigkeitsgehalt von etwa 0 bis 3 Gew.% haben.

**[0034]** Ein Papier, das der normalen Umgebung ausgesetzt ist, hat typischerweise einen Gleichgewichts-Feuchtigkeitsgehalt in Bereich von 5 bis 8%. Wenn Papier getrocknet und gekreppt wird, ist der Feuchtigkeitsgehalt in dem Flächengebilde im Allgemeinen geringer als 3%. Nach der Herstellung absorbiert das Papier Wasser aus der Atmosphäre. In dem bevorzugten Verfahren der vorliegenden Erfindung wird der Vorteil des geringen Feuchtigkeitsgehaltes im Papier, wenn dieses die Abstreichklinge verlässt, wenn es von dem Yankee-Trockner entfernt wird, genutzt (oder der Feuchtigkeitsgehalt ähnlicher Bahnen, wie solcher Bahnen, die von anderen Trocknungsmitteln entfernt werden, falls der Prozess einen Yankee-Trockner nicht umfasst).

**[0035]** In einer bevorzugten Ausführungsform wird die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auf eine übertrocknete Tissuebahn kurz nachdem sie von einem Trocknungsmittel separiert worden ist und bevor sie auf eine Mutterrolle aufgewickelt wird, aufgebracht. Alternativ kann die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auf eine halb trockene Tissuebahn aufgebracht werden, zum Beispiel während sich die Bahn auf dem Fourdrinier-Tuch, auf einem Trocknungsfilz oder Gewebe befindet, oder während die Bahn sich in Kontakt mit dem Yankee-Trockner oder einem alternativen Trocknungsmittel befindet. Schließlich kann die Zusammensetzung auch auf eine trockene Tissuebahn in einem Feuchtigkeits-Gleichgewicht mit seiner Umgebung aufgebracht werden, wenn die Bahn von einer Mutterrolle abgewickelt wird, wie zum Beispiel während eines Off-Line-Konvertierungsvorgangs.

#### Tissuepapier

**[0036]** Die vorliegende Erfindung ist anwendbar auf Tissuepapier im Allgemeinen, einschließlich, aber nicht beschränkt darauf, herkömmliches, filzgepresstes Tissuepapier; musterverdichtetes Tissuepapier, wie beispielhaft angegeben durch Sanford-Sisson und seinen Nachfolgern; und hoch bauschiges, unkompaktiertes Tissuepapier, wie beispielhaft angegeben durch Salvucci. Das Tissuepapier kann eine homogene oder mehrschichtige Konstruktion haben; und Tissuepapierprodukte, die darauf hergestellt werden, können einen einlagigen oder mehrlagigen Aufbau haben. Das Tissuepapier hat vorzugsweise eine Flächenmasse von zwischen etwa 10 G/m<sup>2</sup> und etwa 80 g/m<sup>2</sup> und eine Dichte von etwa 0,60 g/cm<sup>3</sup> oder weniger. Vorzugsweise wird die Flächenmasse unter etwa 35 g/m<sup>2</sup> oder weniger liegen; und die Dichte wird etwa 0,30 g/cm<sup>3</sup> oder weniger betragen. Äußerst bevorzugt wird die Dichte zwischen etwa 0,04 g/cm<sup>3</sup> und etwa 0,20 g/cm<sup>3</sup> betragen.

**[0037]** Herkömmlich gepresstes Tissuepapier und Verfahren zum Herstellen eines solchen Papiers sind im Stand der Technik bekannt. Ein solches Papier wird typischerweise hergestellt durch Abscheiden eines Papier machenden Stoffes auf einem foraminösen Formungsdraht. Dieser Formungsdraht wird im Stand der Technik häufig als Fourdrinier-Sieb bezeichnet. Wenn der Stoff auf dem Formungsdraht abgeschieden ist, wird dieser

als eine Bahn bezeichnet. Insgesamt wird Wasser aus der Bahn durch Vakuum, mechanisches Pressen und durch thermische Mittel entfernt. Die Bahn wird durch Pressen der Bahn und durch Trocknen bei erhöhter Temperatur entwässert. Die besonderen Techniken und die typische Anlage zum Herstellen von Bahnen gemäß dem gerade Verfahren sind für die Fachleute des Standes der Technik allgemein bekannt. In einem typischen Verfahren wird ein Zellstoff von geringer Konsistenz in einem unter Druck gesetzten Stoffauflaufkasten bereit gestellt. Der Stoffauflaufkasten hat eine Öffnung zum Ausgeben einer dünnen Ablagerung des Zellstoffes auf das Fourdrinier-Sieb, um eine nasse Bahn zu bilden. Die Bahn wird dann typischerweise auf eine Faserkonsistenz von zwischen etwa 7% und etwa 45% (Basis ist das gesamte Bahngewicht) durch eine Vakuumentwässerung entwässert und weiter durch Pressvorgänge getrocknet, bei welchen die Bahn einem durch gegenüber liegende mechanische Elemente, z.B. zylindrische Walzen, entwickelten Druck ausgesetzt wird. Die entwässerte Bahn wird dann weiter gepresst und durch eine Stromtrommelvorrichtung getrocknet, die im Stand der Technik als Yankee-Trockner bekannt ist. Der Druck kann an dem Yankee-Trockner durch mechanische Mittel entwickelt werden, wie beispielsweise einer gegenüber liegenden Zylindertrommel, die gegen die Bahn drückt. Mehrere Yankee-Trocknertrommeln können verwendet werden, wodurch ein zusätzliches Pressen zwischen den Trommeln optional herbei geführt werden kann. Die Tissuepapierstrukturen, welche gebildet werden, werden nachfolgend als herkömmliche, gepresste Tissuepapierstrukturen bezeichnet. Solche Flächengebilde werden als kompaktiert angesehen, da die Bahn im Wesentlichen überall wirkenden mechanischen Kompressionskräften ausgesetzt ist, während die Fasern feucht sind und dann in einem komprimierten Zustand getrocknet werden. Die resultierende Struktur ist stark und im Allgemeinen von einheitlicher Dichte, aber sehr gering in ihrer Fülligkeit, in ihrem Absorptionsvermögen und in ihrer Weichheit.

**[0038]** Ein musterverdichtetes Tissuepapier ist dadurch gekennzeichnet, dass es ein relativ hoch bauschiges Gebiet relativ geringer Faserdichte und eine Anordnung von verdichteten Zonen relativ hoher Faserdichte aufweist. Das hoch bauschige Gebiet ist alternativ gekennzeichnet als Gebiet von Kissenregionen. Die verdichteten Zonen werden alternativ als Strebregionen bezeichnet. Die verdichteten Zonen können innerhalb des hoch bauschigen Gebietes diskret in Abstand zueinander liegen oder können entweder vollständig oder teilweise innerhalb des hoch bauschigen Gebietes miteinander verbunden sein. Bevorzugte Verfahren zum Herstellen von musterverdichteten Tissuebahnen sind offenbart im vorerwähnten US Patent Nr. 3,301,746, US Patent Nr. 3,974,025, veröffentlicht für Ayers am 10. August 1976 und US Patent Nr. 4,191,609, veröffentlicht am 04. März 1980 und US Patent Nr. 4,637,859, veröffentlicht am 20. Januar 1987; wobei die Offenbarung derselben hier durch Bezugnahme aufgenommen ist.

**[0039]** Im Allgemeinen werden musterverdichtete Bahnen vorzugsweise präpariert, indem ein Papier machender Stoff auf einem foraminösen Formungsdraht, wie einem Fourdrinier-Sieb, abgeschieden wird, um eine nasse Bahn zu bilden, und dann die Bahn an einer Anordnung von Stützen angeordnet wird, wenn sie von dem Formungsdraht zu einer Struktur mit solchen Stützen zur weiteren Trocknung übertragen wird. Die Bahn wird an die Anordnung von Stützen gedrückt, was zu verdichteten Zonen in der Bahn an den Stellen führt, die geographisch den Kontaktpunkten zwischen der Anordnung von Stützen und der nassen Bahn entsprechen. Der Rest dieses Vorgangs nicht komprimierten Bahn wird als das hoch bauschige Gebiet bezeichnet. Dieses hoch bauschige Gebiet kann durch Aufbringung eines Fluiddruckes weiter entdichtet werden, wie beispielsweise mit einer Vakuum-Einrichtung oder einem Durchblastrockner oder durch ein mechanisches Pressen der Bahn gegen die Anordnung von Stützen. Die Bahn wird entwässert und optional vorgetrocknet, in der Weise, dass eine Kompression des hoch bauschigen Gebietes im Wesentlichen vermieden wird. Dies wird vorzugsweise durch einen Fluiddruck herbei geführt, beispielsweise mit einer Vakuum-Einrichtung oder einem Durchblästockner, oder ansonsten durch ein mechanisches Pressen der Bahn gegen eine Anordnung von Stützen, wobei das hoch bauschige Gebiet nicht komprimiert wird. Die Vorgänge des Entwässerns, des optionalen Vortrocknens und der Formation der verdichteten Zonen können integriert oder teilweise integriert sein, um die Gesamtzahl der durchgeführten Verarbeitungsschritte zu reduzieren. Nachfolgend auf die Formation der verdichteten Zonen, der Entwässerung und des optionalen Vortrocknens wird die Bahn fertig getrocknet, vorzugsweise noch unter Vermeidung eines mechanischen Pressens. Vorzugsweise umfassen etwa 8% bis etwa 65% der Tissuepapieroberfläche verdichtete Streben, wobei die Streben vorzugsweise eine relative Dichte von wenigstens 125% der Dichte des hoch bauschigen Gebietes aufweisen.

**[0040]** Die Struktur mit einer Anordnung von Stützen ist vorzugsweise ein eindrückender Träger-Textilstoff mit einer gemusterten Anordnung von Streben, welche als die Anordnung von Stützen arbeiten, welche die Formation der verdichteten Zonen bei Aufbringung von Druck erleichtern. Das Muster von Streben bildet die vorher erwähnte Anordnung von Stützen. Eindrückende Träger-Textilstoffe sind offenbart in US Patent Nr. 3,301,746, veröffentlicht für Sanford und Sisson am 31. Januar 1967, US Patent Nr. 3,821,068, veröffentlicht für Salvucci, Jr. et al. am 21. Mai 1974, US Patent Nr. 3,974,025, veröffentlicht für Ayers am 10. August 1976, US Patent Nr. 3,573,164, veröffentlicht für Friedberg et al. am 30. März 1971, US Patent Nr. 3,473,576, veröf-

fentlicht für Amneus am 21. Oktober 1969; US Patent Nr. 4,239,065, veröffentlicht für Trokhan am 16. Dezember 1980 und US Patent Nr. 4,528,239, veröffentlicht für Trokhan am 09. Juli 1985; wobei die Offenbarung derselben durch Bezugnahme mit aufgenommen ist.

**[0041]** Vorzugsweise wird der Stoff zuerst auf einem foraminösen Formungsdraht, wie einem Fourdrinier-Sieb, in eine nasse Bahn geformt. Die Bahn wird entwässert und auf ein eindrückendes Gewebe überführt. Der Stoff kann alternativ anfänglich auf einem foraminösen, abstützenden Träger abgelagert werden, welcher auch als ein eindrückendes Gewebe arbeitet. Einmal geformt, wird die nasse Bahn entwässert und vorzugsweise thermisch auf eine ausgewählte Faserkonsistenz von zwischen etwa 40% und etwa 80% vorge trocknet. Das Entwässern wird vorzugsweise durch Saugkästen oder durch andere Vakuum-Einrichtungen oder mit Durchblastrocknern durchgeführt. Der Strebeindruck des eindrückenden Textilstoffes wird in die Bahn, wie oben diskutiert, eingedrückt, und zwar vor dem endgültigen Trocknen der Bahn. Ein Verfahren zum Herbeiführen von diesem erfolgt durch Aufbringung eines mechanischen Druckes. Das kann z.B. durch Pressen einer Spaltwalze, welche das eindrückende Gewebe trägt, gegen die Fläche einer Trocknungstrommel, wie einem Yankee-Trockner, erfolgen, wobei die Bahn zwischen der Spaltwalze und der Trocknungstrommel angeordnet ist. Vorzugsweise wird die Bahn auch an dem eindrückenden Gewebe vor der Beendigung des Trocknungsvorganges durch Aufbringung eines Fluiddruckes mit einer Vakuumeinrichtung, wie einem Saugkasten, oder mit einem Durchblastrockner, angeformt. Der Fluiddruck kann aufgebracht werden, um den Eindruck der verdichteten Zonen während einer anfänglichen Entwässerung, in einer separaten, nachfolgenden Verfahrensstufe oder in einer Kombination davon zu induzieren.

**[0042]** Unkompaktierte, nicht musterverdichtete Tissuepapierstrukturen sind beschrieben in US Patent Nr. 3,812,000, veröffentlicht für Joseph L. Salvucci, Jr. und Peter N. Yiannos am 21. Mai 1974 und US Patent Nr. 4,208,459, veröffentlicht für Henry E. Becker, Albert L. McConnell und Richard Schufte am 17. Juni 1981). Im Allgemeinen gilt, dass unkompaktierte, nicht musterverdichtete Tissuepapierstrukturen präpariert werden, indem ein Papier machender Stoff auf einen foraminösen Formungsdraht, wie einem Fourdrinier-Sieb, abgelagert werden, um eine nasse Bahn zu bilden, die Bahn drainiert wird und zugesetztes Wasser ohne mechanische Komprimierung entfernt wird, bis die Bahn eine Faserkonsistenz von wenigstens 80% aufweist, und die Bahn gekreppt wird. Das Wasser wird aus der Bahn durch eine Vakuumentwässerung und durch eine thermische Trocknung entfernt. Die resultierende Struktur ist ein weiches, aber schwaches, hoch bauschiges Flächengebilde aus relativ unkompaktierten Fasern. Ein Bindematerial wird vorzugsweise auf Bereiche der Bahn vor dem Krepfen aufgebracht.

**[0043]** Die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung kann auch nützlich sein zum Weichmachen eines ungekrepten Tissuepapiers. Ein ungekreptes Tissuepapier, einem hier verwendeten Ausdruck, bezieht sich auf ein Tissuepapier, welches nicht unter Kompression getrocknet wird, äußerst bevorzugt durch Lufttrocknung getrocknet wird. Resultierende mit Durchluft getrocknete Bahnen sind musterverdichtet, derart, dass Zonen relativ hoher Dichte innerhalb eines hochfülligen Feldes dispergiert sind, einschließlich musterverdichteter Zonen, in welchen Zonen relativ hoher Dichte kontinuierlich sind und das hochfüllige Feld diskret ist.

**[0044]** Um ungekrepte Tissuepapierbahnen zu erzeugen, wird eine embryonische Bahn von dem foraminösen Formungsträger, auf welchem sie abgelegt ist, auf einen sich langsamer bewegenden, Überführungs-Gewebeträger mit hoher Faserabstützung überführt. Die Bahn wird dann zu einem Trocknungsgewebe überführt, auf welchem sie auf einen endgültigen Trocknungsgrad getrocknet wird. Solche Bahnen können einige Vorteile in Bezug auf die Oberflächenglätte bieten, im Vergleich zu gekrepten Papierbahnen.

**[0045]** Die Techniken, ein ungekreptes Tissue in dieser Weise herzustellen, werden im Stand der Technik gelehrt. Zum Beispiel lehrt Wendt et al. in dem US Patent 5,672,248, veröffentlicht am 30. September 1997 und hier durch Bezugnahme mit aufgenommen, von einem Verfahren zum Herstellen weicher Tissueprodukte ohne Krepfen. In einem weiteren Fall lehrt Hyland et al. in der europäischen Patentanmeldung 0 617 164 A1, veröffentlicht am 28. September 1994 und hier durch Bezugnahme mit aufgenommen, von einem Verfahren zum Herstellen glatter, ungekrepter, mit Durchluft getrockneter Flächengebilde. Schließlich beschreibt die Offenbarung von Farrington et al. in US Patent 5,656,132, veröffentlicht am 12. August 1997, die hier durch Bezugnahme mit aufgenommen ist, die Verwendung einer Maschine, um weiche, mit Durchluft getrocknete Tissues ohne die Verwendung eines Yankee-Trockners zu verwenden.



## Faserstoff

## Papier machende Fasern

**[0046]** Die Papier machenden Fasern, die für die vorliegende Erfindung verwendet werden, werden normalerweise Fasern umfassen, die aus Holzzellstoff abgeleitet werden, andere zelluloseartige, faserige Zellstofffasern, wie Baumwollinter, Bagasse, etc., können verwendet werden und sollen im Schutzbereich dieser Erfindung liegen. Synthetische Fasern, wie Rayon, Polyethylen- und Polypropylenfasern, können auch in Kombination mit natürlichen Zellulosefasern verwendet werden. Eine beispielhafte Polyethylenfaser, welche verwendet werden kann, ist Pulpex®, erhältlich von Hercules, Inc. (Wilmington, DE).

**[0047]** Verwendbare Holzzellstoffe umfassen chemische Zellstoffe, wie Kraft-, Sulfit-, und Sulfatzellstoffe, sowie mechanische Zellstoffe, einschließlich z.B. Holzmehl, thermomechanischer Zellstoff und chemisch modifizierter, thermomechanischer Zellstoff. Chemische Zellstoffe werden jedoch bevorzugt, da sie Tissue-Flächen gebilden, die daraus hergestellt sind, ein besseres taktils Weichheitsempfinden verleihen. Zellstoffe, die sowohl von Laubbäumen (nachfolgend auch als "Hartholz" bezeichnet) als auch von Nadelbäumen (nachfolgend auch als "Weichholz" bezeichnet) abgeleitet werden, können verwendet werden. Auch verwendbar für die vorliegende Erfindung sind Fasern, die von recyceltem Papier hergeleitet werden, welche eine oder alle der obigen Kategorien sowie andere nicht faserige Materialien, wie Füllstoffe und Haftmittel, die verwendet wurden, um die ursprüngliche Papierherstellung zu erleichtern, enthalten können.

## Optionale Chemische Additive

**[0048]** Weitere Materialien, die dem wässrigen Papier machenden Stoff bzw. der embryonischen Bahn hinzu gegeben werden können, um dem Produkt andere Eigenschaften zu verleihen oder um den Papier machenden Prozess zu verbessern, solange sie mit der Chemie der weich machenden, Zusammensetzung kompatibel sind, und die Weichheit oder den Festigkeitscharakter der vorliegenden Erfindung nicht signifikant und nachteilig beeinflussen. Die folgenden Materialien sind ausdrücklich enthalten, ihr Einschluss ist jedoch nicht abschließend erwähnt. Weitere Materialien können ebenfalls enthalten sein, solange sie die Vorteile der vorliegenden Erfindung nicht stören oder diesen entgegen wirken.

**[0049]** Es ist üblich, dem Papier machenden Prozess eine Spezies hinzu zu geben, welche eine kationische Ladung erzeugt, um das Zeta-Potential des wässrigen Papier machenden Stoffes zu kontrollieren, wenn dieser dem Papier machenden Prozess zugeführt wird. Diese Materialien werden verwendet, weil die meisten der Feststoffe in der Natur negative Oberflächenladungen haben, einschließlich der Oberflächen von Zellulosefasern und Feinstoffen und den meisten anorganischen Füllstoffen. Eine traditionell verwendete kationische Ladung erzeugende Spezies ist Alaun. In jüngster Zeit wird die Ladung im Stand der Technik durch Verwendung von kationischen synthetischen Polymeren mit relativ geringem Molekulargewicht erzeugt, vorzugsweise mit einem Molekulargewicht von nicht mehr als etwa 500.000 und ganz bevorzugt nicht mehr als etwa 200.000 oder sogar etwa 100.000. Die Ladungsdichten solcher kationischer synthetischer Polymere mit geringem Molekulargewicht sind relativ hoch. Diese Ladungsdichten liegen im Bereich von etwa 4 bis etwa 8 Äquivalenten von kationischem Stickstoff pro Kilogramm Polymer. Ein Beispielmateriale ist Cypro 514®, ein Produkt von Cytec, Inc. aus Stamford, CT. Die Verwendung solche Materialien liegt ausdrücklich innerhalb der praktischen Umsetzung der vorliegenden Erfindung.

**[0050]** Die Verwendung von stark anionisch geladenen Mikroteilchen mit hohem Oberflächenbereich für die Zwecke einer Verbesserung der Formation, Drainage, Festigkeit und Retention wird im Stand der Technik gelehrt. Siehe z.B. US Patent 5,221,435, veröffentlicht für Smith am 22. Juni 1993. Übliche Materialien für diesen Zweck sind ein Silicakolloid oder Bentonitton. Der Einbau solcher Materialien ist ausdrücklich im Schutzbereich der vorliegenden Erfindung enthalten.

**[0051]** Falls eine dauerhafte Nassfestigkeit erwünscht ist, umfasst die Gruppe von Chemikalien: Polyamid-epichlorhydrin, Polyacrylamide, Styrol-Butadien ungelöster Polyvinylalkohol; Ureaformaldehyd; Polyethylenimin; Chitosanpolymere und Mischungen davon können dem Papier machenden Stoff oder der embryonischen Bahn hinzu gegeben werden. bevorzugte Harze sind kationische naßfeste Harze, wie Polyamid-Epichlorhydrinharze. Geeignete Typen solcher Harze sind beschrieben in US Patent Nrn. 3,700,623, veröffentlicht am 24. Oktober 1972 und 3,772,076, veröffentlicht am 13. November 1973, beide für Keim. Eine im Handel erhältlich Quelle nützlicher Polyamid-Epichlorhydrinharze ist Hercules, Inc. aus Wilmington, Delaware, welche ein solches Harz unter der Marke Kymene 557H® vermarktet.

**[0052]** Viele Papierprodukte müssen eine begrenzte Festigkeit haben, wenn sie nass sind, weil das Bedürfnis besteht, diese durch Toiletten in Abwasser- oder Klärsysteme zu entsorgen. Falls diesen Produkten eine Nassfestigkeit verliehen wird, wird eine flüchtige Nassfestigkeit, gekennzeichnet durch einen Abbau eines Teils oder der Gesamtheit der anfänglichen Festigkeit beim Stehen in Wasser bevorzugt. Falls eine flüchtige Nassfestigkeit erwünscht ist; können die Bindermaterialien aus der Gruppe bestehend aus Dialdehydstärke oder anderen Harzen mit Aldehydfunktionalität ausgewählt werden, wie Co-Bond 1000®, angeboten von National Starch and Chemical Company aus Scarborough, ME; Parex 750®, angeboten durch Cytec aus Stamford, CT; und das Harz, das beschrieben ist in US Patent Nr. 4,981,557, veröffentlicht am 01. Januar 1991 für Bjorkquist; wobei die Offenbarung derselben hier durch Bezugnahme aufgenommen ist; und andere solche Harze mit den Abbaueigenschaften, die oben beschrieben wurden, wie sie aus dem Stand der Technik bekannt sein können.

**[0053]** Falls eine verbesserte Absorptionsfähigkeit benötigt wird, können grenzflächenaktive Stoffe verwendet werden, um die Tissuepapierbahnen der vorliegenden Erfindung zu behandeln. Der Anteil eines grenzflächenaktiven Stoffes, falls verwendet, beträgt vorzugsweise von etwa 0,01 Gew.% bis etwa 2,0 Gew.%, basierend auf dem trockenen Fasergewicht der Tissuebahn. Die grenzflächenaktiven Stoffe haben vorzugsweise Alkylketten mit acht oder mehr Kohlenstoffatomen. Beispielhafte anionische grenzflächenaktive Stoffe enthalten lineare Alkylsulfonate und Alkylbenzolsulfonate. Beispielhafte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe enthalten Alkylglycoside, einschließlich Alkylglycosidester; wie Crodesta SL-40®, welches erhältlich ist von Croda, Inc. (New York, NY); Alkylglycosidether, wie beschrieben in US Patent 4,011,389, veröffentlicht für W. K. Langdon et al. am 08. März 1977 und alkylpolyethoxylierte Ester, wie Pegosperse 200 ML, erhältlich von Glyco Chemicals, Inc. (Greenwich, CT) und IGEPA RC-520®, erhältlich von Rhone Poulenc Corporation (Cranbury, NJ). Alternativ können kationische aktive Weichmacherstoffe mit einem hohen Grad ungesättigten (mono und/oder poly) und/oder verzweigten Alkylgruppen die Absorptionsfähigkeit stark verbessern.

**[0054]** Obwohl der Kern der vorliegenden Erfindung im Vorhandensein einer Weichmachermittel-Zusammensetzung zu sehen ist, die auf der Tissuebahnoberfläche abgeschieden wird, umfasst die Erfindung ausdrücklich auch Variationen, in welchen chemisch weich machende Mittel als ein Teil des Papier machenden Prozesses hinzu gegeben werden. Zum Beispiel können chemisch weich machende Mittel durch eine Hinzugabe am nassen Ende enthalten sein bevorzugte chemisch weich machende Mittel umfassen quaternäre Ammoniumverbindungen, einschließlich, aber nicht beschränkt darauf, die allgemein bekannten Dialkyldimethylammoniumsalze (Ditalowdimethylammioniumchlorid; Ditalowdimethylammoniummethylsulfat, Di(hydriertes tallow)dimethylammoniumchlorid, etc.). Besonders bevorzugte Varianten dieser weich machenden Mittel sind die, welche als Mono- oder Diestervariationen der vorerwähnten Dialkyldimethylammoniumsalze angesehen werden.

**[0055]** Eine weitere Klasse von Papier machenden, hinzu gegebenen chemisch weich machenden Mitteln umfassen die allgemein bekannten organoreaktiven Polydimethylsiloxan-Inhaltsstoffe, einschließlich des am meisten bevorzugten aminofunktionalen Polydimethylsiloxans.

**[0056]** Füllmaterialien können auch in die Tissuepapiere der vorliegenden Erfindung eingebaut werden. Das US Patent Nr. 5,611,890, veröffentlicht für Vinson et al. am 18. März 1997 offenbart gefüllte Tissuepapierprodukte, die als Substrate für die vorliegende Erfindung akzeptabel sind.

**[0057]** Die obigen Auflistung optionaler chemischer Additive sollen nur von beispielhafter Natur sein und sollen nicht den Schutzbereich der Erfindung beschränken.

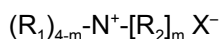
#### Weichmachende Zusammensetzung

**[0058]** Im Allgemeinen umfasst die weich machende Zusammensetzung der bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung eine Dispersion eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in einem Vehikel. Wenn sie auf ein Tissuepapier aufgebracht wird, wie dies hier beschrieben wird, sind solche Zusammensetzungen effektiv hinsichtlich einer Weichmachung des Tissuepapiers. Vorzugsweise hat die Weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung Eigenschaften (z.B. Inhaltsstoffe, Rheologie, pH-Wert, etc.), welche eine leichte Aufbringung derselben in wirtschaftlicher Größenordnung erlauben. Zum Beispiel sind, obwohl bestimmte flüchtige organische Lösungsmittel ohne Weiteres hohe Konzentrationen effektiver weich machender Materialien lösen können, solche Lösungsmittel nicht erwünscht, und zwar wegen der erhöhten Prozesssicherheit und der Umweltbelastung (VOC), die durch solche Lösungsmittel entstehen. Das Folgende diskutiert jene der Komponenten der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung, die Eigenschaften der Zusammensetzung, die Verfahren zum Herstellen der Zusammensetzung und die Verfahren zum Aufbringen der Zusammensetzung.

## Komponenten

## Weich machende aktive Inhaltsstoffe

**[0059]** Quaternäre Verbindungen mit der Formel:



in welcher:

m 1 bis 3 ist;

jedes  $R_1$  eine  $C_1$ - $C_6$  Alkylgruppe, Hydroxyalkylgruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbylgruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzylgruppe oder Mischungen davon ist;

jedes  $R_2$  eine  $C_{14}$ - $C_{22}$  Alkylgruppe, Hydroxyalkylgruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbylgruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzylgruppe oder Mischungen davon ist; und

$X^-$  irgendein Weichmacher kompatibles Anion ist

und in der vorliegenden Erfindung verwendet werden. Vorzugsweise ist jedes  $R_1$  eine Methyl und ist  $X^-$  ein Chlorid oder ein Methylsulfat. Vorzugsweise ist jedes  $R_2$  ein  $C_{16}$ - $C_{18}$  Alkyl oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ist jedes  $R_2$  ein geradkettiges  $C_{18}$  Alkyl oder Alkenyl. Optional kann der  $R_2$ -Substituent abgeleitet werden von pflanzlichen Ölquellen. Mehrere Typen von pflanzlichen Ölen (z.B. Olive, Canola, Saflor, Sonnenblume, etc.) können als Quellen für Fettsäuren verwendet werden, um die quaternäre Ammoniumverbindung zu synthetisieren.

**[0060]** Solche Strukturen umfassen die allgemein bekannten Dialkyldimethylammoniumsalze (z.B. Ditallow-dimethylammoniumchlorid, Ditalwodimethylammoniummethylsulfat, Di(hydriertes tallow)dimethylammoniumchlorid, etc.), in welchem  $R_1$  Methylgruppen sind,  $R_2$  Talgruppen variierender Sättigungsgraden sind, und  $X^-$  ein Chlorid oder ein Methylsulfat ist.

**[0061]** Wie in Swern, Ed. in Bailey's Industrial Oil and Fat Products, dritte Ausgabe, John Wiley and Sons (New York 1964) diskutiert, ist Tal ein natürlich auftretendes Material mit einer variablen Zusammensetzung. Die Tabelle 6.13 in der oben genannten Druckschrift, die von Swern heraus gegeben wurde, gibt an, dass typischerweise 78% oder mehr der Fettsäuren von Tal 16 oder 18 Kohlenstoffatome enthalten. Typischerweise sind die Hälfte der Fettsäuren, die im Tal vorhanden sind, ungesättigt, primär in Form von Oleinsäure. Synthetische sowie auch natürliche "Tale" fallen in den Schutzbereich der vorliegenden Erfindung. Es ist auch bekannt, dass in Abhängigkeit von den Produkt-Eigenschaftsanforderungen der Sättigungsgrad des Ditallow von nicht hydriert (weich) bis berührungsfreundlich (teilweise hydriert) oder vollständig hydriert (hart) zugeschnitten sein. Alle der oben beschriebenen Sättigungsgrade sollen ausdrücklich im Schutzbereich der vorliegenden Erfindung enthalten sein.

**[0062]** Besonders bevorzugte Varianten dieser weich machenden aktiven Inhaltsstoffe sind die, welche als Mono- oder Diestervariationen dieser quaternären Ammoniumverbindungen angesehen werden, mit der Formel:



in welcher

Y ist -O-(O)C-, oder -C(O)-O-, oder -NH-C(O)-, oder -C(O)-NH-;

m 1 bis 3 ist;

n 0 bis 4 ist;

jedes  $R_1$  eine  $C_1$ - $C_6$  Alkylgruppe, eine Hydroxylalkylgruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbylgruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzylgruppe oder Mischungen davon ist;

jedes  $R_3$  eine  $C_{13}$ - $C_{21}$  Alkylgruppe, Hydroxyalkylgruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbylgruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzylgruppe oder Mischungen davon ist; und

$X^-$  ein weichmacherkompatibles Anion ist.

**[0063]** Vorzugsweise ist Y = -O-(O)C-, oder -C(O)-; m = 2; und n = 2. Jeder  $R_1$  Substituent ist vorzugsweise ein  $C_1$ - $C_3$ , Alkylgruppe, wobei Methyl am meisten bevorzugt wird. Vorzugsweise ist jedes  $R_3$  ein  $C_{13}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl, ganz bevorzugt ist  $R_3$  ein geradkettiges  $C_{15}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl,  $C_{15}$ - $C_{17}$  Alkyl, äußerst bevorzugt ist jedes  $R_3$  ein geradkettiges  $C_{17}$  Alkyl. Optional kann der  $R_3$ -Substituent abgeleitet werden aus pflanzlichen Ölquellen. Mehrere Typen von pflanzlichen Ölen (z.B. Olive, Canola, Saflor, Sonnenblume, etc.) können als Quellen für Fettsäuren verwendet werden, um die quaternäre Ammoniumverbindung zu synthetisieren.

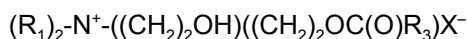
sieren. Vorzugsweise werden Olivenöle, Canolaöle, hoch oleinisches Saflor und/oder Rübsamenöle mit hohem Erucaanteil verwendet, um die quaternäre Ammoniumverbindung zu synthetisieren.

**[0064]** Wie oben erwähnt, kann  $X^-$  irgendein weichmacherkompatibles Anion sein, z.B. ein Acetat, Chlorid, Bromid, Methylsulfat; Format, Sulfat, Nitrat und dergleichen, können in der vorliegenden Erfindung auch verwendet werden. Vorzugsweise ist  $X^-$  ein Chlorid oder Methylsulfat.

**[0065]** Spezifische Beispiele von esterfunktionalen quaternären Ammoniumverbindungen mit den oben genannten Strukturen und geeignet für die Verwendung in der vorliegenden Erfindung umfassen die allgemein bekannten Diesterdialkyldimethylammoniumsalze, wie Diesterditallowdimethylammoniumchlorid, Monoesterditallowdimethylammoniumchlorid, Diesterditallowdimethylammoniummethylsulfat, Diesterdi(hydriertes)tallowdimethylammoniummethylsulfat, Diesterdi(hydriertes)tallowdimethylammoniumchlorid und Mischungen davon. Diesterditallowdimethylammoniumchlorid und Diesterdi(hydriertes)tallowdimethylammoniumchlorid werden besonders bevorzugt. Diese speziellen Materialien sind im Handel erhältlich von Witco Chemical Company Inc. aus Dublin, OH, unter dem Handelsnamen "ADOGEN SDMC".

**[0066]** Wie oben erwähnt, ist typischerweise die Hälfte der in Talg vorhandenen Fettsäuren ungesättigt, primär in Form von Oleinsäure. Synthetische sowie auch natürliche "Talge" fallen in den Schutzbereich der vorliegenden Erfindung. Es ist auch bekannt, daß in Abhängigkeit von den Produkt-Eigenschaftsanforderungen der Grad der Sättigungsgrad für solchen Talge zugeschnitten sein kann von nicht hydriert (weich) bis teilweise hydriert (berührungsfreundlich) bis vollständig hydriert (hart). Alle oben beschriebenen Sättigungsgrade sollen ausdrücklich im Schutzbereich der vorliegenden Erfindung enthalten sein.

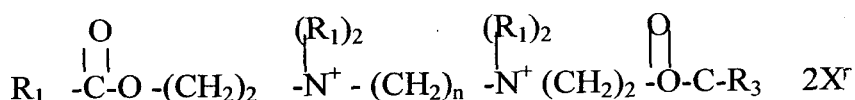
**[0067]** Es ist klar, dass die Substituenten  $R_1$ ,  $R_2$  und  $R_3$  optional wie Alkoxyl, Hydroxyl, oder verzweigt sein können. Wie oben erwähnt, ist vorzugsweise jedes  $R_1$  ein Methyl oder Hydroxylethyl. Vorzugsweise ist jedes  $R_2$  ein  $C_{12}$ - $C_{18}$  Alkyl und/oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ist jedes  $R_2$  ein geradkettiges  $C_{16}$ - $C_{18}$  Alkyl und/oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ist jedes  $R_2$  ein geradkettiges  $C_{18}$  Alkyl oder Alkenyl. Vorzugsweise ist  $R_3$  ein  $C_{13}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ist  $R_3$  ein geradkettiges  $C_{15}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl. Vorzugsweise ist  $X^-$  ein Chlorid oder Methylsulfat. Ferner können die esterfunktionalen quaternären Ammoniumverbindungen optional bis zu etwa 10% der Mono-/langkettigen Alkyl-)Derivate enthalten, zum Beispiel:



als untergeordnete Inhaltsstoffe. Diese untergeordneten Inhaltsstoffe können als Emulgatoren wirken und in der vorliegenden Erfindung sein.

**[0068]** Weitere Typen geeigneter quaternärer Ammoniumverbindungen für die Verwendung in der vorliegenden Erfindung sind beschrieben in US-A-5,54:3,067, veröffentlicht für Phan et al. am 06. August 1996; US Patent 5,538,595, veröffentlicht für Trokhan et al. am 23. Juli 1996; US Patent Nr. 5,510,000, veröffentlicht für Phan et al. am 23. April 1996; US Patent Nr. 5,415,737, veröffentlicht für Phan et al. am 16. Mai 1995; und europäische Patentanmeldung Nr. 0 688 901 A2, übertragen auf die Kimberly-Clark Corporation, veröffentlicht am 12. Dezember 1995.

**[0069]** Di-quat-Variationen der esterfunktionalen quaternären Ammoniumverbindungen können auch verwendet werden und sollen in den Schutzbereich der vorliegenden Erfindung fallen. Diese Verbindungen haben die Formel:



**[0070]** In der oben genannten Struktur ist jedes  $R_1$  ein  $C_1$ - $C_6$  Alkyl oder eine Hydroxyalkylgruppe, ist  $R_3$  eine  $C_{11}$ - $C_{21}$  Hydrocarbylgruppe,  $n$  ist gleich 2 bis 4 und  $X^-$  ist ein geeignetes Anion, wie ein Halid (z.B. Chlorid oder Bromid) oder ein Methylsulfat. Vorzugsweise ist jedes  $R_3$  ein  $C_{13}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ist jedes  $R_3$  ein geradkettiges  $C_{15}$ - $C_{17}$  Alkyl und/oder Alkenyl und ist  $R_1$  ein Methyl.

**[0071]** Obwohl nicht durch Theorie gebunden sein zu wollen, wird angenommen, dass der oder die Esteranteil(e) der vorerwähnten quaternären Verbindungen ein Maß der Biodegradierbarkeit solcher Verbindungen liefern. Es ist wichtig, dass die esterfunktionalen quaternären Ammoniumverbindungen, die hier verwendet werden, sich schneller biologisch abbauen als chemische Dialkyldimethylammonium-Weichmacher machen.

**[0072]** Die Verwendung quaternärer Ammoniuminhaltsstoffe, wie dies oben beschrieben wurde, wird äußerst effektiv herbei geführt, wenn der quaternäre Ammoniuminhaltsstoff durch einen geeigneten Plastifizierer begleitet wird. Der Ausdruck Plastifizierer, wie er hier verwendet wird, bezieht sich auf einen Inhaltsstoff, der in der Lage ist, den Schmelzpunkt und die Viskosität bei einer gegebenen Temperatur eines quaternären Ammoniuminhaltsstoffes zu reduzieren. Der Plastifizierer kann während des Quaternisierungsschrittes bei der Herstellung des quaternären Ammoniuminhaltsstoffes hinzu gegeben werden oder er kann nachfolgend auf die Quaternierung, aber vor der Aufbringung als weich machender, aktiver Inhaltsstoff hinzu gegeben werden. Der Plastifizierer ist dadurch gekennzeichnet, dass dieser im Wesentlichen während der chemischen Synthese inert ist, aber als ein Viskositätsverringerer wirkt, um bei der Synthese zu helfen. Bevorzugte Plastifizierer sind nicht flüchtige Polyhydroxyverbindungen. Bevorzugte Polyhydroxyverbindungen umfassen Glycerol und Polyethylenglycole mit einem Molekulargewicht von etwa 200 bis etwa 2000, wobei Polyethylenglycol mit einem Molekulargewicht von etwa 200 bis 600 besonders bevorzugt wird. Wenn solche Plastifizierer während der Herstellung des quaternären Ammoniuminhaltsstoffes hinzu gegeben werden, umfassen sie zwischen etwa 5% und etwa 75% des Produktes einer solchen Herstellung. Ein besonders bevorzugtes Gemisch umfasst zwischen etwa 15% und etwa 50% Plastifizierer.

#### Vehikel

**[0073]** Wie hier verwendet, wird ein "Vehikel" benutzt, um die aktiven Inhaltsstoffe der Zusammensetzungen, die hier zur Bildung der Dispersion der vorliegenden Erfindung beschrieben wurden, zu verdünnen. Ein Vehikel kann solche Komponenten (wahre Lösung oder micellare Lösung) lösen oder solche Komponenten können in dem Vehikel (Dispersion, Emulsion oder Schwammphase) dispergiert sein. Das Vehikel einer Suspension oder Emulsion ist typischerweise die kontinuierliche Phase derselben. Das heißt, andere Komponenten der Dispersion oder Emulsion sind auf Molekularniveau oder als diskrete Teilchen in dem Vehikel dispergiert.

**[0074]** Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung besteht ein Zweck, dem das Vehikel dient, darin, die Konzentration der weich machenden aktiven Inhaltsstoffe zu verdünnen, so dass solche Inhaltsstoffe effizient und ökonomisch auf eine Tissuebahn aufgebracht werden können. Zum Beispiel besteht, wie unten diskutiert wird, ein Weg des Auftragens solcher aktiven Inhaltsstoffe darin, diese auf eine Rolle zu sprühen, welche dann die aktiven Inhaltsstoffe auf eine sich bewegendende Tissuebahn überträgt. Typischerweise werden nur sehr geringe Anteile (z.B. in der Größenordnung von 2 Gew.% des zugehörigen Tissues) von weich machenden aktiven Inhaltsstoffen benötigt, um das taktile Empfinden von Weichheit eines Tissues zu verbessern. Dies bedeutet, dass sehr genaue Dosierungs- und Sprühsysteme benötigt würden, um einen "reinen" weich machenden aktiven Inhaltsstoff über die volle Breite einer handelsmäßigen Tissuebahn zu verteilen.

**[0075]** Ein weiterer Zweck des Vehikels ist, die aktive weich machende Zusammensetzung in einer Form auszugeben, in welcher sie weniger anfällig ist, mit Bezug auf die Tissuestruktur mobil zu werden. Es wird insbesondere erwünscht, die Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung so aufzubringen, dass der aktive Inhaltsstoff der Zusammensetzung primär auf der Oberfläche der absorbierenden Tissuebahn ruht, und zwar mit einer minimalen Absorption in das Innere der Bahn. Obwohl nicht durch Theorie gebunden sein zu wollen, glauben die Anmelder, dass die Interaktion der weich machenden Zusammensetzung mit bevorzugten Vehikeln, ein in Suspension befindliches Teilchen erzeugt, welches schneller und dauerhafter bindet, als wenn der aktive Inhaltsstoff ohne das Vehikel aufgebracht würde. Es wird z.B. geglaubt, dass Suspensionen quaternärer Weichmacher in Wasser eine micellare Form annehmen, welche in wesentlichem Maße auf die Oberfläche der Fasern der Oberfläche der Tissuepapierbahn abgeschieden werden können. Quaternäre Weichmacher, die ohne die Hilfe des Vehikels aufgebracht werden, das heißt, in geschmolzener Form aufgebracht werden, neigen dagegen dazu, in das Innere der Tissuebahn gezogen zu werden.

**[0076]** Die Anmelder haben Vehikel und weich machende Zusammensetzungen entdeckt, welche solche Vehikel umfassen, die besonders nützlich sind, um die Auftragung weich machender aktiver Inhaltsstoffe auf Tissuebahnen in wirtschaftlichem Maße zu erleichtern.

**[0077]** Obwohl weich machende Inhaltsstoffe in einem eine Lösung bildenden Vehikel gelöst sein können, sind jedoch Materialien, die als Lösungsmittel für geeignete weich machende aktive Inhaltsstoffe geeignet sind, wirtschaftlich aus Sicherheitsgründen und aus Umweltschutzgründen nicht erwünscht. Deshalb sollte ein Material, um für die Verwendung in dem Vehikel für die Zwecke der vorliegenden Erfindung geeignet zu sein, mit den hier beschriebenen weich machenden aktiven Inhaltsstoffen und mit dem Tissuesubstrat, auf welchem die weich machenden Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung abgeschieden werden kompatibel sein. Ferner sollte ein geeignetes Material keine Inhaltsstoffe enthalten, die Sicherheitsprobleme erzeugen (weder beim Tissueherstellungsverfahren noch bei den Benutzern der Tissueprodukte, welche die hier beschriebenen

weich machenden Zusammensetzungen verwenden) und keine unakzeptierbare Gefahr für die Umgebung erzeugen. Geeignete Materialien für das Vehikel der vorliegenden Erfindung umfassen Hydroxyl-funktionale Flüssigkeiten, äußerst bevorzugt Wasser.

#### Elektrolyt

**[0078]** Obwohl Wasser ein gebräuchliches Material für die Verwendung als Vehikel im Stand der Technik ist, ist Wasser alleine kein Vehikel für die vorliegende Erfindung. Insbesondere hat die Dispersion, wenn weich machende aktive Inhaltsstoffe der vorliegenden Erfindung in Wasser in einem Anteil dispergiert sind, der für die Auftragung auf eine Tissuebahn geeignet ist, eine inakzeptabel hohe Viskosität. Obwohl nicht durch Theorie gebunden, glauben die Anmelder, dass ein Kombinieren von Wasser mit den weich machenden aktiven Inhaltsstoffen der vorliegenden Erfindung, um solche Dispersionen zu bilden, eine flüssige kristalline Phase mit hoher Viskosität erzeugt. Zusammensetzungen mit einer solchen hohen Viskosität können nur schwer auf Tissuebahnen für weich machende Zwecke auftragen werden.

**[0079]** Die Anmelder haben entdeckt, dass die Viskosität von Dispersionen von weich machenden aktiven Inhaltsstoffen in Wasser wesentlich reduziert werden kann, während gleichzeitig der wünschenswerte hohe Anteil des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in der weich machenden Zusammensetzung beibehalten wird, indem einfach ein geeigneter Elektrolyt dem Vehikel hinzu gegeben wird. Wieder glauben die Anmelder, nicht durch Theorie gebunden, dass eine solche Hinzugabe die Größe der geladenen Doppelschicht um jedes kationisch geladene Spezies oder Teilchen in der Dispersion herum beeinflusst und eine Veränderung in der Phasenstruktur des ternären weich machendem aktiven Inhaltsstoff/Wasser/Elektrolyt bewirkt, wobei sich darauf eine Reduktion in der Viskosität des Systems ergibt.

**[0080]** Jeder Elektrolyt, der die oben beschriebenen allgemeinen Kriterien für Materialien, die für die Verwendung in dem Vehikel der vorliegenden Erfindung geeignet sind, erfüllt und welcher bei der Reduzierung einer Viskosität einer Dispersion eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in Wasser effektiv ist, ist für die Verwendung in dem Vehikel der vorliegenden Erfindung geeignet. Insbesondere können alle bekannten, wasserlöslichen Elektrolyte, welche die obigen Kriterien erfüllen, in dem Vehikel der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung enthalten sein. Wenn vorhanden, kann der Elektrolyt, in Mengen von bis zu etwa 25 Gew.% der weich machenden Zusammensetzung, vorzugsweise aber nicht mehr als 15 Gew.% der weich machenden Zusammensetzung verwendet werden, Vorzugsweise liegt der Anteil des Elektrolyts zwischen etwa 0,1 Gew.% und etwa 10 Gew.% der weich machenden Zusammensetzung, basierend auf dem wasserfreien Gewicht des Elektrolyten. Noch bevorzugter wird der Elektrolyt mit einem Anteil von zwischen etwa 0,3 Gew.% und etwa 1,0 Gew.% der weich machenden Zusammensetzung verwendet. Die minimale des Elektrolyten wird die Menge sein, die ausreicht, um die gewünschte Viskosität zu schaffen. Die Dispersionen zeigen typischerweise eine Nicht-Newton'sche Rheologie, und eine Scherausdünnung mit einer gewünschten Viskosität, im Allgemeinen im Bereich von etwa 10 Centipoise (cp) bis zu etwa 1000 cp liegt, vorzugsweise im Bereich von zwischen etwa 10 und etwa 200 cp, gemessen bei 25°C und bei einer Scherrate von 100 sec<sup>-1</sup> unter Verwendung des Verfahrens, das im unten stehenden Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahrens. Geeignete Elektrolyten umfassen die Halid-, Nitrat-, Nitrit- und Sulfatsalze von Alkali- oder Erdalkalimetallen sowie die entsprechenden Ammoniumsalze. Weitere nützliche Elektrolyte enthalten die Alkali- und Erdalkalisalze einfacher organischer Säuren, wie Natriumformat und Natriumacetat sowie die entsprechenden Ammoniumsalze. Bevorzugte Elektrolyte enthalten die Chloridsalze von Natrium, Calcium und Magnesium. Calciumchlorid ist ein besonders bevorzugter Elektrolyt für die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung. Obwohl nicht durch Theorie gebunden machen Befeuchtungseigenschaften von Calciumchlorid und die dauerhafte Veränderung im Gleichgewicht-Feuchtigkeitsgehalt, dem dieses dem absorbierenden Tissueprodukt verleiht, auf welchem die Zusammensetzung aufgebracht wird, Calciumchlorid besonders bevorzugt. Das heißt, die Anmelder glauben, dass die Feuchthalteeigenschaften von Calciumchlorid dieses zu einem Feuchtigkeitsreservoir machen, das der Zellulosestruktur des Tissues Feuchtigkeit liefern kann. Wie im Stand der Technik bekannt ist, dient Feuchtigkeit als Plastifizierer für Zellulose. Deshalb ermöglicht die durch das hydrierte Calciumchlorid gelieferte Feuchtigkeit der Zellulose, in erwünschte Weise weich zu sein, und zwar über einen breiteren Bereich relativer Feuchtigkeiten der Umgebung als ähnliche Strukturen in welchen kein Calciumchlorid vorhanden ist. Bedarfsweise sind kompatible Vermischungen verschiedener Elektrolyten auch geeignet.

#### Zweischichtspalter

**[0081]** Ein Zweischichtspalter ist eine wesentlichen Komponente der Erfindung. Obwohl, wie dies oben gezeigt wurde, das Vehikel, insbesondere die darin gelöste Elektrolytkomponente, eine wesentliche Funktion

beim Präparieren der Zellulosestrukturen der vorliegenden Erfindung einnimmt, ist es auch wünschenswert, die Konzentration des weich machenden, aktiven Inhaltsstoffes zu maximieren und gleichzeitig eine akzeptable Viskosität beizubehalten. Wie oben angemerkt, erlaubt die Hinzugabe eines Elektrolyten die Zunahme der Konzentration des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in der weich machenden Zusammensetzung, ohne die Viskosität unnötig zu erhöhen. Falls jedoch zu viel Elektrolyt verwendet wird, kann eine Phasentrennung auftreten. Es hat sich heraus gestellt, dass die Hinzugabe eines Zweischichtspalters der weich machenden Zusammensetzung erlaubt, das mehr eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes darin eingebaut werden kann, während gleichzeitig die Viskosität auf einem akzeptablen Niveau gehalten wird. Wie hier verwendet, ist ein "Zweischichtspalter" ein organisches Material, das, wenn es mit einer Dispersion eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in einem Vehikel gemischt ist, mit wenigstens einem der Vehikel oder dem weich machenden aktiven Inhaltsstoff kompatibel ist und eine Reduktion der Viskosität der Dispersion verursacht.

**[0082]** Nicht durch Theorie gebunden, wird angenommen, dass Zweischichtspalter dadurch funktionieren, dass diese die Palisadenschicht der flüssigen kristallinen Struktur der Dispersion des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in dem Vehikel durchdringt und die Ordnung der flüssigen kristallinen Struktur zerstört. Von einer solchen Zerstörung wird angenommen, dass diese die Grenzflächenspannung an der hydrophoben Wassergrenzfläche reduziert, wodurch die Flexibilität mit einer darauf resultierenden Verringerung der Viskosität unterstützt wird. Wie hier verwendet, ist mit dem Ausdruck "Palisadenschicht" gemeint, die Fläche zwischen hydrophilen Gruppen und den ersten wenigen Kohlenstoffatomen in der hydrophoben Schicht (MJ Rosen, *Surfactants and interfacial phenomena*, zweite Ausgabe, Seiten 125 und 126).

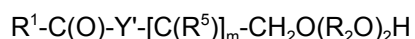
**[0083]** Zusätzlich zur Bereitstellung der oben diskutierten Viskositäts-Reduktionsvorteile sollten Materialien, die für die Verwendung als ein Zweischichtspalter geeignet sind, mit anderen Komponenten der weich machenden Zusammensetzung kompatibel sein. Zum Beispiel sollte ein geeignetes Material nicht mit anderen Komponenten der weich machenden Zusammensetzung reagieren, um so die weich machende Zusammensetzung zu veranlassen, ihre weich machende Fähigkeit zu verlieren.

**[0084]** Zweischichtspalter, die in den Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung nützlich sind, sind oberflächenaktive Materialien. Solche Materialien umfassen sowohl hydrophobe als auch hydrophile Anteile. Ein bevorzugter hydrophiler Anteil ist eine polyalkoxylierte Gruppe, vorzugsweise eine polyethoxylierte Gruppe. Solche bevorzugten Materialien werden verwendet in Anteilen von zwischen etwa 2% und etwa 15% des Anteils des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes. Vorzugsweise ist der Zweischichtspalter mit einem Anteil von zwischen etwa 3% und etwa 10% des Anteils des weich machenden, aktiven Inhaltsstoffes vorhanden.

**[0085]** Der Zweischichtspalter in der vorliegenden Erfindung wird ausgewählt der Gruppe, die in Anspruch 1 aufgelistet ist. Besonders bevorzugte Zweischichtspalter sind nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe, die von gesättigten und/oder ungesättigten primären und/oder sekundären Amin-, Amid-, Aminoxid-, Fettalkohol-, Fettsäure-, Alkylphenol- und/oder Alkyaryl-Carboxylsäureverbindungen abgeleitet werden, die jeweils vorzugsweise von etwa 6 bis etwa 22, ganz bevorzugt von etwa 8 bis etwa 18 Kohlenstoffatome in einer hydrophoben Kette, ganz bevorzugt einer Akyl- oder Alkylenkette, haben, wobei wenigstens ein aktiver Wasserstoff der Verbindungen mit  $\leq 50$ , vorzugsweise  $\leq 30$ , ganz bevorzugt von etwa 3 bis etwa 15 und noch bevorzugter von etwa 5 bis etwa 12 Ethylenoxidanteilen ethoxyliert ist, um einen HLB-Wert von etwa 6 bis etwa 20, vorzugsweise von etwa 8 bis etwa 18 und ganz bevorzugt von etwa 10 bis etwa 15 zu schaffen.

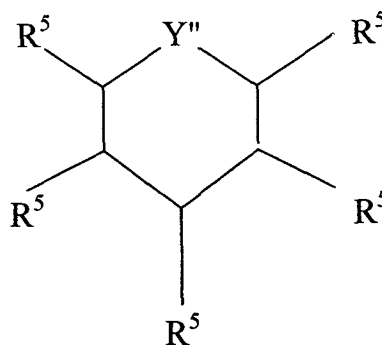
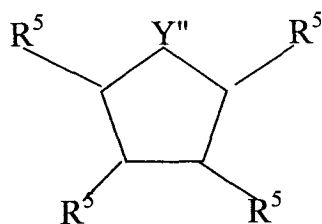
**[0086]** Geeignete Zweischichtspalter umfassen auch nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe mit voluminösen Kopfgruppen ausgewählt von:

a. grenzflächenaktiven Stoffen mit der Formel



in welcher  $R^1$  ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus gesättigten oder ungesättigten, primären, sekundären oder verzweigten Alkyl- oder Akyl- Arylkohlenwasserstoffen; wobei die Kohlenwasserstoffkette eine Länge von etwa 6 bis etwa 22 hat;  $Y'$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen: -O-; -N(A)-; und Mischungen davon; und A ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen: H;  $R^1$ ;  $-(R^2-O)_2-H$ ;  $-(CH_2)_3CH_3$ ; Phenyl, oder substituiertes Aryl, wobei  $0 \leq x \leq$  etwa 3 und  $z$  von etwa 5 bis etwa 30 beträgt; jedes  $R^2$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen oder Kombinationen der folgenden Gruppen:  $-(CH_2)_n-$  und/oder  $-[CH(CH_3)CH_2]-$ ; und jedes  $R^5$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen: -OH; und  $-O(R^2O)_2-H$ ; und  $m$  von 2 bis etwa 4 beträgt;

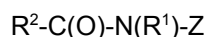
b. grenzflächenaktiven Stoffen mit den Formeln:



in welchen Y'' = N oder O; und jedes R<sup>5</sup> ausgewählt ist unabhängig von dem Folgenden:

-H, -OH, -(CH<sub>2</sub>)<sub>x</sub>CH<sub>3</sub>, -O(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-H, -OR<sup>1</sup>, -OC(O)R<sup>1</sup>, und -CH(CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-H)-CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-C(O)R<sup>1</sup>, wobei x und R<sup>1</sup> wie oben definiert sind und 5 ≤ z, z' ist und z'' ≤ 20, ganz bevorzugt 5 ≤ z + z' + z'' ≤ 20, und äußerst bevorzugt der heterozyklische Ring ein fünfteiliger Ring ist, mit Y'' = O, ein R<sup>5</sup> gleich -H ist, zwei R<sup>5</sup> gleich -O-(R<sup>2</sup>O)<sub>z</sub>-H sind und wenigstens ein R<sup>5</sup> die folgende Struktur ist -CH(CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-H)-CH<sub>2</sub>-(OR<sup>2</sup>)<sub>z</sub>-C(O)R<sup>1</sup>, mit 8 ≤ z + z' + z'' ≤ 20 und R<sup>1</sup> ein Kohlenwasserstoff mit von 8 bis 20 Kohlenstoffatomen und keiner Arylgruppe ist;

c. Polyhydroxyfettsäureamid-grenzflächenaktiven Stoffen der Formel:



in welcher: jedes R<sup>1</sup> ein H, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Hydrocarbyl, C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> Alkoxyalkyl oder Hydroxyalkyl ist; R<sup>2</sup> ein C<sub>5</sub>-C<sub>31</sub> Hydrocarbylanteil ist; und jedes Z ein Polyhydroxyhydrocarbylanteil mit einer linearen Hydrocarbylkette mit wenigstens 3 Hydroxylen ist, die direkt mit der Kette verbunden sind oder ein ethoxyliertes Derivat davon ist; und jedes R' ein H oder ein zyklisches Mono- oder Polysaccharid oder ein alkoxyliertes Derivat davon ist; und

geeignete Phasenstabilisierer umfassen auch grenzflächenaktive Komplexe, die durch ein grenzflächenaktives Ion gebildet werden, das mit einem grenzflächenaktiven Ion einer entgegen gesetzten Ladung oder einem Elektrolytion, das für die Reduzierung der Viskosität der Verdünnung geeignet ist, neutralisiert wird.

**[0087]** Beispiele repräsentativer Zweischichtspalter umfassen:

(1) Alkyl- oder alkoxylierte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe

**[0088]** Geeignete Alkyl alkoxylierte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe werden im Allgemeinen abgeleitet von gesättigten oder ungesättigten primären und sekundären Fettalkoholen, Fettsäuren, Alkylphenolen oder Alkylaryl(z.B. Benzoe)-Carboxylsäure, in welchem das/die aktive(n) Wasserstoff(e) alkoxyliert ist mit ≤ etwa 30 Alkylenoxidanteilen, vorzugsweise Ethylenoxidanteilen (z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid). Diese nicht ionischen grenzflächenaktiven Stoffe, die hier für die Verwendung geeignet sind, haben vorzugsweise von etwa 6 bis etwa 22 Kohlenstoffatome auf der Alkyl- oder Alkenylkette und haben eine geradkettige Ausbildung, vorzugsweise geradkettige Ausbildungen mit von etwa 8 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen, wobei das Alkylenoxid vorzugsweise an der primären Position in mittleren Mengen von ≤ etwa 30 Molen Alkylenoxid pro Alkylkette, ganz bevorzugt von etwa 3 bis etwa 15 Molen Alkylenoxid und äußerst bevorzugt von etwa 6 bis etwa 12 Mol Alkylenoxid vorhanden ist. Bevorzugte Materialien dieser Klasse haben auch Schwachpunkte von weniger als etwa 70°F (21°C) und/oder verfestigen nicht in diesen weich machenden Zusammensetzungen. Beispiele von Alkyl alkoxylierten grenzflächenaktiven Stoffen mit geraden Ketten Neodol® 91-8, 23-5, 25-9, 1-9, 25-12, 1-9 und 45-13 von Shell, Plurafac® B-26 und C-17 von BASF und Brij R76 und 35 von ICI grenzflächenaktiven Stoffe. Beispiele von Alkyl-Aryl alkoxylierten grenzflächenaktiven Stoffen umfassen: Surfonic N-120 von Huntsman, Igepal® CO-620 und CO-710 von Rhone Poulenc, Triton® N-111 und N-150 von Union Carbide, Dowfax® 9N5 von Dow und Lutensol® AP9, AP14 von BASF.

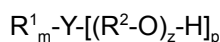
(2) Nicht ionische alkoxylierte grenzflächenaktive Stoffe auf Alkyl- oder Alkyl- Aryl-Amin- oder Aminoxidbasis

**[0089]** Geeignete Alkyl alkoxylierte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe mit einer Aminfunktionalität werden im Allgemeinen abgeleitet von gesättigten oder ungesättigten, primären und sekundären Fettalkoholen, Fettsäuren, fetten Methylestern, Alkylphenol, Alkylbenzoaten und Alkylbenzoesäuren, die zu Aminen, Aminoxyden konvertiert und optional mit einem zweiten Alkyl oder Alkylarylwasserstoffkohlenstoff mit einer oder mit zwei Alkylenoxidketten substituiert ist, die an der Aminfunktionalität angebracht sind, wobei jede ≤ etwa 50 Mol Alkylenoxidanteile (z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid) pro Mol Amin hat. Die Amin-Amid- oder Amino-



xid-grenzflächenaktiven Stoffe für die hier vorliegende Verwendung haben von etwa 6 bis etwa 22 Kohlenstoffatome und liegen in einer entweder geradkettigen oder verzweigten Konfiguration vor; vorzugsweise gibt es einen Kohlenwasserstoff in einer geradkettigen Ausbildung mit etwa 8 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen mit 1 oder 2 Alkylenoxidketten an dem Aminanteil angebracht, in mittleren Mengen von  $\leq 50$  Mol Alkylenoxid pro Aminanteil ganz bevorzugt von etwa 3 bis etwa 15 Mol Alkylenoxid und äußerst bevorzugt einer einzelnen Alkylenoxidkette auf dem Aminanteil, die von etwa 6 bis etwa 12 Mol Alkylenoxid pro Aminanteil enthält. Bevorzugte Materialien dieser Klasse haben auch Schwächepunkte von weniger als etwa 70°F (21°C) und/oder verfestigen nicht in diesen weich machenden Zusammensetzungen. Beispiele ethoxylierter Amin-grenzflächenaktiver Stoffe enthalten Berol® 397 und 303 von Rhone Poulenc und Ethomeens® C/20, C25, T/25, S/20, S/25 und Ethodumeens® T/20 und T/25 von Akzo.

**[0090]** Vorzugsweise haben die Verbindungen von mit Alkylaryl alkoxylierten grenzflächenaktiven Stoffen und mit Alkyl oder Alky-Arylamin, Amid und Aminoxid alkoxylierten grenzflächenaktiven Stoffe die folgende allgemeine Formel:



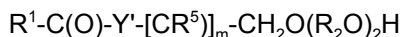
in welcher jedes  $R^1$  ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus gesättigten oder ungesättigten, primären, sekundären oder verzweigten Alkyl- oder Alkyl-Arylkohlenwasserstoffen ist; wobei die Kohlenwasserstoffkette vorzugsweise eine Länge von etwa 6 bis etwa 22 hat; ganz bevorzugt von etwa 8 bis 18 Kohlenstoffatome und noch bevorzugter von etwa 8 bis etwa 15 Kohlenstoffatome, vorzugsweise linear und ohne einen Arylanteil; wobei jedes  $R^2$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen oder Kombinationen der folgenden Gruppen:  $-(CH_2)_n-$  und/oder  $[CH(CH_3)CH_2]-$ ; wobei etwa  $1 < n \leq$  etwa 3; Y ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $-O-$ ;  $-N(A)_q-$ ;  $-C(O)O-$ ;  $-(O-)N(A)_q-$ ;  $-B-R^3-O-$ ;  $B-R^3-N(A)_q-$ ;  $-B-R^3-C(O)O-$ ;  $-B-R^3-N(-O)(A)-$ ; und Mischungen davon; wobei A ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen: H;  $R^1$ ;  $-(R^2O)_2-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; Phenyl oder ein substituiertes Aryl; wobei  $0 \leq x \leq$  etwa 3 ist und B ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen  $-O-$ ;  $-N(A)-$ ;  $-C(O)O-$  und Mischungen davon, in welchen A wie oben definiert ist; und wobei jedes  $R^3$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $R^2$ ; Phenyl oder ein substituiertes Aryl. Das am Ende stehende Wasserstoff in jeder Alkoxykette kann ersetzt werden durch ein kurzkettiges  $C_{1-4}$  Alkyl oder eine Acylgruppe, um die Alkoxykette zu "deckeln". z beträgt von etwa 5 bis 30, P ist die Anzahl der ethoxylierten Ketten, typischerweise 1 oder 2, vorzugsweise 1, und n ist die Anzahl der hydrophoben Ketten, typischerweise 1 oder 2, vorzugsweise 1, und q ist eine Anzahl, welche die Struktur vervollständigt, gewöhnlich 1.

**[0091]** Bevorzugte Strukturen sind solche, in welchen  $m = 1$ ,  $p = 1$  oder 2 und  $5 \leq z \leq 30$  und q 1 oder 0 sein kann, wenn aber  $p = 2$  ist, muss q 0 sein; ganz bevorzugt sind Strukturen, in welchen  $n = 1$ ,  $p = 1$  oder 2 und  $7 \leq z \leq 20$  ist; und noch bevorzugter sind Strukturen, in welchen  $m = 1$ ,  $p = 1$  oder 2 und  $9 \leq z \leq 12$  ist. Der bevorzugte Wert für y ist 0.

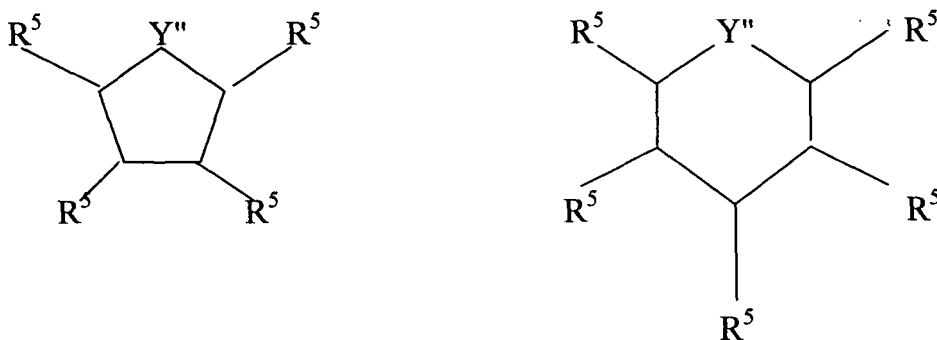
(3) Alkoxylierte und nicht alkoxylierte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe mit voluminösen Kopfgruppen

**[0092]** Geeignete alkoxylierte und nicht alkoxylierte Zweischichtspalter mit voluminösen Kopfgruppen werden im Allgemeinen abgeleitet von gesättigten oder ungesättigten, primären und sekundären Fettalkoholen, Fettsäuren, Alkylphenol und Alkyl-Benzoesäuren, die mit einer Carbohydratgruppe oder einer heterozyklischen Kopfgruppe derivatisiert sind. Diese Struktur kann dann optional mit mehreren mit Alkyl oder Alkylaryl alkoxylierten oder alkoxylierten Kohlenwasserstoffen substituiert werden. Das heterozyklische Carbohydrat wird alkoxyliert mit ein oder mehreren Alkylenoxidketten (z.B. Ethylenoxid und/oder Propylenoxid), die jeweils  $\leq$  etwa 50, vorzugsweise  $\leq$  etwa 30 Mol pro Mol heterozyklisches Carbohydrat haben. Die Kohlenstoffgruppen auf dem Carbohydrat oder dem heterozyklischen grenzflächenaktiven Stoff für die hier vorliegende Verwendung, haben von etwa 6 bis etwa 22 Kohlenstoffatome und haben eine geradkettige Konfiguration, vorzugsweise gibt es einen Kohlenwasserstoff mit von etwa 8 bis 18 Kohlenstoffatomen mit einer oder mit zwei Alkylenoxidketten am Carbohydrat oder mit einem heterozyklischen Anteil, wobei jede Alkylenoxidkette, die vorhanden ist, im Mittel etwa  $\leq$  etwa 50, vorzugsweise  $\leq$  etwa 30 Mol Carbohydrat oder heterozyklischen Anteil hat, ganz bevorzugt von etwa 3 bis 15 Mol Alkylenoxid pro Alkylenoxidkette und äußerst bevorzugt zwischen etwa 6 und etwa 12 Mol Alkylenoxid insgesamt pro grenzflächenaktivem Stoff-Molekül, einschließlich Alkenoxid sowohl auf der Kohlenwasserstoffkette als auch auf dem heterozyklischen oder Kohlenhydratanteil. Beispiele von Zweischichtspaltern in dieser Klasse sind Tween® 40, 60 und 80, erhältlich von ICI Surfactants.

**[0093]** Vorzugsweise haben die Verbindungen der alkoxylierten und nicht alkoxylierten nicht ionischen grenzflächenaktiven Stoffe mit voluminösen Kopfgruppen die folgenden allgemeine Formeln:



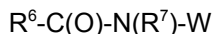
**[0094]** In welcher  $R^1$  ausgewählt ist aus der Gruppe bestehend aus gesättigten oder ungesättigten, primären, sekundären oder verzweigten Alkyl- oder Alkylarylkohlenwasserstoffen; wobei die Kohlenstoffkette eine Länge von etwa 6 oder 22 hat;  $Y'$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $-O-$ ;  $-N(A)-$ ; und Mischungen davon; und  $A$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $H$ ;  $R^1$ ;  $-(R^2-O)_2-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; Phenyl oder substituiertes Aryl, wobei  $0 \leq x \leq$  etwa 3 und  $z$  von etwa 5 bis etwa 30 ist; jedes  $R^2$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen oder Kombinationen der folgenden Gruppen:  $-(CH_2)_n-$  und/oder  $-[CH(CH_3)CH_2]-$ ; und jedes  $R^5$  ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $-OH$ ; und  $-O(R_2O)_z-H$ ; und  $m$  von etwa 2 bis etwa 4 beträgt; eine weitere nützliche allgemeine Formel für diese Klasse von grenzflächenaktiven Stoffen ist



in welchen  $Y'' = N$  oder  $O$ ; und jedes  $R^5$  ausgewählt ist unabhängig von dem Folgenden:

$-H$ ,  $-OH$ ,  $-(CH_2)_xCH_3$ ,  $-O(OR^2)_z-H$ ,  $-OR^1$ ,  $-OC(O)R^1$ , und  $-CH(CH_2-(OR^2)_z-H)-CH_2-(OR^2)_z-C(O)R^1$ , wobei  $x$  und  $R^1$  wie oben definiert sind und  $5 \leq z$ ,  $z'$  ist und  $z'' \leq 20$ , ganz bevorzugt beträgt die Gesamtzahl von  $z + z' + z''$  von etwa  $5 \leq$  bis  $\leq$  etwa 20. In einer besonders bevorzugten Form der Struktur ist der heterozyklische Ring ein fünfteiliger Ring mit  $Y'' = O$ , ein  $R^5$  gleich  $-H$  ist, zwei  $R^5$  gleich  $-O-(R^2O)_z-H$  sind und wenigstens ein  $R^5$  die folgenden Struktur hat  $-CH(CH_2-(OR^2)_z-H)-CH_2-(OR^2)_z-OC(O)R^1$ , mit der Gesamtheit  $z + z' + z'' =$  to von etwa 8  $\leq$  to  $\leq 20$  und  $R^1$  ein Kohlenwasserstoff ist von etwa 8 bis etwa 20 Kohlenstoffatomen und keiner Arylgruppe.

**[0095]** Eine weitere Gruppe von grenzflächenaktiven Stoffen, die verwendet werden können, sind Polyhydroxy-Fettsäureamid-grenzflächenaktive Stoffe mit der Formel:



**[0096]** In welcher: jedes  $R^7$  ein  $H$  ist,  $C_1-C_4$  Hydrocarbyl,  $C_1-C_4$  Alkoxyalkyl oder Hydroxyalkyl ist, z.B. 2-Hydroxyethyl; 2-Hydroxypropyl, etc., vorzugsweise ein  $C_1-C_4$  Alkyl, ganz bevorzugt ein  $C_1$  oder  $C_2$  Alkyl, äußerst bevorzugt ein  $C_1$  Alkyl (das heißt, Methyl) oder Methoxyalkyl ist; und  $R^6$  ein  $C_5-C_{31}$  Hydrocarbylanteil, vorzugsweise ein geradkettiges  $C_7-C_{19}$  Alkyl oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ein geradkettiges  $C_9-C_{17}$  Alkyl oder Alkenyl, äußerst bevorzugt ein geradkettiges  $C_{11}-C_{17}$  Alkyl oder Alkenyl oder Mischungen davon ist; und  $W$  eine Polyhydroxyhydrocarbylanteil mit einer linearen Hydrocarbylkette mit wenigstens 3 Hydroxylen ist, die direkt mit der Kette verbunden sind, oder ein alkoxyliertes Derivat (vorzugsweise ethoxyliert oder propoxyliert) davon ist.  $W$  wird vorzugsweise abgeleitet von einem reduzierenden Zucker in einer reduktiven Aminationsreaktion; ganz bevorzugt ist  $W$  ein Glycylanteil.  $W$  wird vorzugsweise ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus  $-CH_2-(CHOH)_n-CH_2OH$ ,  $-CH(CH_2OH)-(CHOH)_n-CH_2OH$ ,  $-CH_2-(CHOH)_2(CHOH')(CHOH)-CH_2OH$ , in welcher  $n$  eine ganze Zahl von 3 bis 5 einschließlich ist, und  $R'$  ein  $H$  ist oder ein zyklisches Mono- oder Polysaccharid und alkoxylierte Derivate davon ist. Äußert bevorzugt sind Glycyle, in welchen  $n$  gleich 4 ist, insbesondere  $-CH_2-(CHOH)_4-CH_2O$ . Mischungen der obigen  $W$ -Anteile sind wünschenswert.

**[0097]**  $R^6$  kann z.B. sein N-Methyl, N-Ethyl, N-Propyl, N-Isopropyl, N-Butyl, N-Isobutyl, N-2-Hydroxyethyl, N-1-Methoxypropyl oder N-2-Hydroxypropyl.

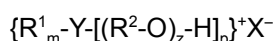
**[0098]**  $R^6-CO-N<$  kann z.B. sein Cocamid, Stearamid, Oleamid, Lauramid, Myristamid, Capricamid, Palmitamid, Tallowamid, etc.

**[0099]**  $W$  kann sein ein 2-Deoxyglucityl, 2-Deoxyfructityl, 1-Deoxymaltityl, 1-Deoxylactityl, 1-Deoxygalactityl, 1-Deoxymannityl, 1-Deoxymaltotriosityl, etc.

## (4) Grenzflächenaktive Stoffe auf der Basis eines alkoxylierten kationischen quaternären Ammoniums

**[0100]** Grenzflächenaktive Stoffe auf der Basis von alkoxyliertem kationischem quaternären Ammonium, die geeignet sind für diese Erfindung werden im Allgemeinen abgeleitet von Fettalkoholen, Fettsäuren, fetten Methylestern, mit Alkyl substituierten Phenolen, mit Alkyl substituierten Benzoesäuren und/oder mit Alkyl substituierten Benzoatestern und/oder Fettsäuren, die zu Aminen konvertiert sind, welche optional weiter in Reaktion gebracht werden können mit einer anderen langkettigen Alkyl- oder Alkyl-Aryl-Gruppe; diese Aminverbindung wird dann mit ein oder zwei Alkylenoxidketten alkoxyliert, die jeweils  $\leq$  etwa 50 Mol Alkylenoxidanteile (z.B. Ethylenoxid oder Propylenoxid) pro Mol Amin haben. Typisch für diese Klasse sind Produkte, die erhalten werden aus der Quaternisierung von aliphatischen gesättigten oder ungesättigten, primären, sekundären oder verzweigten Aminen mit ein oder zwei Kohlenstoffketten von etwa 6 bis etwa 22 Kohlenstoffatomen; die mit einer oder mit zwei Alkylenoxidketten auf dem Aminatom alkoxyliert sind und jeweils weniger als  $\leq$  etwa 50 Alkylenoxidanteile haben. Die Amin-Kohlenwasserstoffe für die hier vorliegende Verwendung haben von etwa 6 bis etwa 22 Kohlenstoffatome und haben entweder geradkettige oder verzweigte Ausbildung, vorzugsweise gibt es eine Alkyl-Kohlenwasserstoffgruppe in einer geradkettigen Ausbildung mit etwa 8 bis etwa 18 Kohlenstoffatomen. Geeignete grenzflächenaktive Stoffe auf der Basis von quaternärem Ammonium werden hergestellt mit ein oder zwei Alkylenoxidketten, die an dem Aminanteil angehängt sind, und zwar mit mittleren Mengen von  $\leq$  etwa 50 Mol Alkylenoxid pro Alkylkette, ganz bevorzugt von etwa 3 bis etwa 20 Mol Alkylenoxid und äußerst bevorzugt von etwa 5 bis etwa 12 Mol Alkylenoxid pro hydrophober Gruppe, z.B. Alkylgruppe. Bevorzugte Materialien dieser Klasse haben auch einen Fließpunkt unterhalb etwa 70°F (21°C) und/oder verfestigen nicht in diesen weich machenden Zusammensetzungen. Beispiele geeigneter Zweischichtspalter dieses Typs umfassen Ethoquad® 18/25, C/25 und O25 für Akzo und Variquat®-66 (weiches Tallowalkyl bis(Polyoxyethyl)Ammoniummethylsulfat mit insgesamt etwa 16 Ethoxyeinheiten) von Witco.

**[0101]** Vorzugsweise haben die Verbindungen der mit Ammonium alkoxytierten kationischen grenzflächenaktiven Stoffe die folgende allgemeine Formel:



in welcher  $R^1$  und  $R^2$  vorher oben in Abschnitt D definiert wurden;

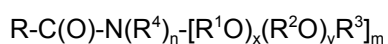
Y ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $=N^+-(A)_q$ ;  $-(CH_2)_n-N^+-(A)_q$ ;  $-B-(CH_2)_n-N^+-(A)_2$ ;  $-(Phenyl)-N^+-(A)_q$ ;  $-(B-Phenyl)-N^+-(A)_q$ ; wobei n von etwa 1 bis etwa 4 beträgt.

**[0102]** Jedes A wird unabhängig ausgewählt aus den folgenden Gruppen: H;  $R^1$ ;  $-(R^2O)_z-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; Phenyl und substituiertes Aryl; wobei  $0 \leq x \leq$  etwa 3 ist; und B ausgewählt ist aus den folgenden Gruppen:  $-O-$ ;  $-NA-$ ;  $-NA_2$ ;  $-C(O)O-$ ; und  $-C(O)N(A)-$ ; wobei  $R_2$  wie vorstehend definiert ist;  $q = 1$  oder  $2$ ; und  $X^-$  ein Anion ist, welches kompatibel ist mit dem weich machenden aktiven Inhaltsstoff und anderen Komponenten der weich machenden Zusammensetzung.

**[0103]** Bevorzugte Strukturen sind solche, in welchen  $m = 1$ ,  $p = 1$  oder  $2$  und etwa  $5 \leq z \leq$  etwa 50 ist, noch bevorzugter sind Strukturen, in welchen  $m = 1$ ,  $p = 1$  oder  $2$  und etwa  $7 \leq z \leq$  etwa 20 ist, und äußerst bevorzugt sind Strukturen, in welchen  $m = 1$ ,  $p = 1$  oder  $2$  und etwa  $9 \leq z \leq$  etwa 12 ist.

## (5) Mit Alkylamid alkoxylierte nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe

**[0104]** Geeignete grenzflächenaktive Stoffe haben die Formel:



**[0105]** In welcher R ein  $C_{7-21}$  lineares Alkyl, ein  $C_{7-21}$  ein zweites Alkyl, ein  $C_{7-21}$  lineares Alkenyl, ein  $C_{7-21}$  verzweigtes Alkenyl und Mischungen davon ist. Vorzugsweise ist R ein  $C_{8-18}$  lineares Alkyl oder Alkenyl.

**[0106]**  $R^1$  ist  $-CH_2-CH_2-$ ,  $R^2$  ist  $C_3-C_4$  lineares Alkyl, ein  $C_3-C_4$  verzweigtes Alkyl und Mischungen davon; vorzugsweise ist  $R^2$  ein  $-CH(CH_3)-CH_2-$ . Grenzflächenaktive Stoffe, welche ein Gemisch aus  $R^1$ - und  $R^2$ -Einheiten umfassen, umfassen vorzugsweise von etwa 4 bis etwa 12  $-CH_2-CH_2$  Einheiten in Kombination mit von etwa 1 bis etwa 4  $-CH(CH_3)-CH_2-$  Einheiten. Die Einheiten können abwechseln oder in Gruppen zusammen gefügt sein, in einer beliebigen Kombination, die für den Formulator geeignet ist. Vorzugsweise beträgt das Verhältnis von  $R^1$ -Einheiten zu  $R^2$ -Einheiten von etwa 4:1 bis etwa 8:1. Vorzugsweise ist eine  $R^2$ -Einheit (das heißt,  $-C(CH_3)H-CH_2-$ ) an dem Stickstoffatom angebracht, zum Ausgleich der Kette; die von etwa 4 bis 8  $-CH_2-CH_2$ -Einheiten aufweist.

**[0107]**  $R^3$  ist Wasserstoff,  $C_1$ - $C_4$  lineares Alkyl,  $C_3$ - $C_4$  verzweigtes Alkyl und Mischungen davon; vorzugsweise ein Wasserstoff oder Methyl, ganz bevorzugt ein Wasserstoff.

**[0108]**  $R^4$  ist Wasserstoff,  $C_1$ - $C_4$  lineares Alkyl,  $C_3$ - $C_4$  verzweigtes Alkyl und Mischungen davon; vorzugsweise ein Wasserstoff. Wenn der Index n gleich 2 ist, muss der Index n gleich 0 sein und die  $R^4$ -Einheit ist nicht vorhanden.

**[0109]** Der Index m ist 1 oder 2, der Index n ist 0 oder 1, vorausgesetzt, dass  $m + n$  gleich 2 ist; vorausgesetzt m ist gleich 1 und n ist gleich 1, wird es zu einer  $-(R^1O)_x(R^2O)_yR^3$ -Einheit und einem  $R^4$  die auf dem Stickstoff vorhanden sind. Der Index x ist von 0 bis etwa 50, vorzugsweise von etwa 3 bis etwa 25, ganz bevorzugt von etwa 3 bis etwa 10. Der Index y ist von 0 bis etwa 10, vorzugsweise 0, wenn jedoch der Index y nicht gleich 0 ist, ist y von etwa 1 bis etwa 4. Vorzugsweise sind alle Alkylenoxi-Einheiten Ethylenoxi-Einheiten.

**[0110]** Beispiele geeigneter grenzflächenaktiver Stoffe auf der Basis eines ethoxylierten Alkylamids sind Rewopal® C<sub>6</sub> von Witco, Amidox® C5 von Stepan und Ethomid® O/17 und Ethomid® HAT/60 Von Akzo.

#### Untergeordnete Komponenten der weich machenden Zusammensetzung

**[0111]** Das Vehikel kann auch untergeordnete Inhaltsstoffe umfassen, wie sie im Stand der Technik bekannt sind. Beispiele umfassen: Mineralsäuren oder Puffersysteme für die pH-Wert-Einstellung (können erforderlich sein, um die hydrolytische Stabilität für bestimmte weich machende aktive Inhaltsstoffe beizubehalten) und Antischaum-Inhaltsstoffe (z.B. eine Siliconemulsion, wie sie erhältlich ist von Dow Corning, Corp. aus Midland, MI als Dow Corning 2310), als Verfahrenshilfe, um die Schaumbildung zu reduzieren, wenn die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung verwendet wird.

**[0112]** Es kann auch wünschenswert sein, Mittel bereit zu stellen, um die Aktivität unerwünschter Mikroorganismen in der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung zu kontrollieren. Es ist bekannt, dass Organismen, wie Bakterien, Schimmelpilze, Hefepilze und dergleichen eine Zersetzung der Zusammensetzung bei der Aufbewahrung bewirken können. Unerwünschte Organismen können auch auf Benutzer von Tissuepapierprodukten, die mit einer Zusammensetzung gemäß der vorliegenden Erfindung weich gemacht sind, und die durch solche Organismen verunreinigt ist, potentiell übertragen werden. Diese unerwünschten Organismen können kontrolliert werden, indem eine effektive Menge eines bioziden Materials zu der weich machenden Zusammensetzung hinzu gegeben wird. Proxel GXL, wie es erhältlich ist von Avencia, Inc. aus Wilmington, DE, hat sich als ein effektives Biozid in der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung heraus gestellt, wenn es mit einem Anteil von etwa 0,1% verwendet wird. Alternativ kann der pH-Wert der Zusammensetzung saurer gemacht werden, um eine feindlichere Umgebung für unerwünschte Mikroorganismen zu erzeugen. Mittel, wie solche, die oben beschrieben wurden, können verwendet werden, um den pH-Wert in einem Bereich von zwischen etwa 2,5 bis 4,0: vorzugsweise zwischen etwa 2,5 und 3,5, ganz bevorzugt zwischen etwa 2,5 und etwa 3,0 einzustellen, um so eine solche feindliche Umgebung zu erzeugen.

**[0113]** Stabilisatoren können auch verwendet werden, um die Gleichförmigkeit und die Aufbewahrungszeit der Dispersion zu verbessern. Zum Beispiel kann ein ethoxyliertes Polyester, HOE S 4060, erhältlich von Clariant Corporation aus Charlotte, NC für diesen Zweck enthalten sein.

**[0114]** Verfahrenshilfen können auch verwendet werden, einschließlich zum Beispiel ein Aufheller, wie Tinopal CBS-X, erhältlich von CIBA-GEIGY aus Greensboro, NC, kann der Dispersion hinzu gegeben werden, um eine leichte qualitative Betrachtung der Auftrags-Gleichförmigkeit zu erlauben, und zwar wegen einer Inspektion der fertigen Tissuebahn unter UV-Licht, die eine auf die Oberfläche aufgetragene weich machende Zusammensetzung enthält.

#### Formung der weich machenden Zusammensetzung

**[0115]** Wie oben angemerkt, ist die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung eine Dispersion eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in einem Vehikel. In Abhängigkeit von dem gewählten weich machenden aktiven Inhaltsstoff, dem gewünschten Auftragsgrad und anderen Faktoren, die für einen bestimmten Anteil eines weich machenden aktiven Inhaltsstoffes in der Zusammensetzung erforderlich sein können, kann der Anteil des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes zwischen etwa 10% der Zusammensetzung und etwa 50% der Zusammensetzung variieren. Vorzugsweise umfasst der weich machende aktive Inhaltsstoff zwischen etwa 25% und etwa 45% der Zusammensetzung. Ganz bevorzugt umfasst der weich machende aktive Inhaltsstoff zwischen etwa 30% und etwa 40% der Zusammensetzung. Der nicht ionische grenz-

flächenaktive Stoff ist in einem Anteil zwischen etwa 1% und etwa 15% des Anteils des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes, vorzugsweise zwischen etwa 2% und etwa 15%, äußerst bevorzugt zwischen etwa 2% und 10% vorhanden. In Abhängigkeit von dem Verfahren, das verwendet wird, um den weich machenden aktiven Inhaltsstoff zu produzieren, kann die weich machende Zusammensetzung auch zwischen etwa 2% und etwa 30%, vorzugsweise zwischen etwa 5% und etwa 25% eines Plastifizierers umfassen. Wie oben angemerkt, ist die bevorzugte primäre Komponente des Vehikels Wasser. Zudem umfasst das Vehikel vorzugsweise einen Alkali- oder Erdalkali-Halid-Elektrolyten und kann untergeordnete Inhaltsstoffe umfassen, um einen pH-Wert einzustellen, den Schaum zu kontrollieren oder bei der Stabilität der Dispersion zu helfen. Das Folgende beschreibt eine Präparierung einer besonders bevorzugten weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung.

**[0116]** Eine besonders bevorzugte weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung (Zusammensetzung 1) wird wie folgt präpariert. Die Materialien sind in der Tabelle spezifischer definiert, welche Zusammensetzung 1 im Einzelnen angibt, und welche dieser Beschreibung folgt. Die in jedem Schritt verwendeten Mengen sind ausreichend, um zu der in dieser Tabelle im Detail angegebenen fertigen Zusammensetzung zu gelangen. Die geeignete Menge von Wasser wird erhitzt (extra hinzu gegeben, um den Verdampfungsverlust auszugleichen), und zwar auf etwa 165°F (75°C). Die Salzsäure (25% Lösung) und ein Antischaum-Inhaltsstoff werden hinzu gegeben. Gleichzeitig wird das Gemisch aus weich machendem aktiven Inhaltsstoff, Plastifizierer und nicht ionischem grenzflächenaktiven Stoff geschmolzen, indem dieses auf eine Temperatur von etwa 150°F (65°C) erhitzt wird. Das geschmolzene Gemisch des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes, Plastifizierer und des nicht ionischen grenzflächenaktiven Stoffes wird dann langsam der erhitzten sauren wässrigen Phase unter Mischung hinzu gegeben, um die disperse Phase in dem Vehikel gleichmäßig zu verteilen. (Die Wasserlöslichkeit des Polyethylenglycols trägt möglicherweise dieses in das Dispersionsmittel, dies ist aber für die Erfindung nicht wichtig, und Weichmacher, welche hydrophober sind und somit mit den Alkylketten der quaternären Ammoniumverbindung assoziiert bleiben, sollen auch in den Schutzbereich der vorliegenden Erfindung fallen.) Nach dem der weich machende aktive Inhaltsstoff durch und durch dispergiert ist, wird ein Teil des Calciumchlorids hinzu gegeben (als eine 2,5% Lösung), intermittierend unter Mischung, um eine anfängliche Viskositätsreduktion zu schaffen. Der Stabilisierer wird dann langsam zu dem Gemisch unter kontinuierlicher Rührung hinzu gegeben. Schließlich wird der Rest des Calciumchlorids (als 25% Lösung) unter kontinuierlicher Mischung hinzu gegeben.

#### Zusammensetzung 1

Komponente	Konzentration
Dispersionsmittel	
Wasser	QS bis 100%
Elektrolyt <sup>1</sup>	0,6%
Antischaum <sup>2</sup>	0,2%
Zweischichtspalter <sup>3,5</sup>	1,0%
Salzsäure <sup>4</sup>	0,04%
Plastifizierer <sup>5</sup>	19%
Stabilisator <sup>6</sup>	0,5%
Disperse Phase	
Weich machender aktiver Inhaltsstoff <sup>5</sup>	40,0%

<sup>1</sup>0,38% der 2,5% wässrigen Calciumchlorid-Lösung und 0,22% der 25% wässrigen Calciumchloridlösung

<sup>2</sup>Siliconemulsion (10% Aktiv)-Dow Corning 2310®, vermarktet von Dow Corning Corp., Midland, MI

<sup>3</sup>Geeignete nicht ionische grenzflächenaktive Stoffe sind erhältlich von Shell Chemical aus Houston, TX unter dem Markennamen NEODOL 91-8.

<sup>4</sup>Erhältlich als 25% Lösung von J.T. Baker Chemical Company aus Phillipsburg, NJ.

<sup>5</sup>Zweischichtspalter, Plastifizierer und weich machender aktiver Inhaltsstoff erhältlich vorgemischt von Witco Chemical Company aus Dublin OH (etwa 2 Teile Neodol 91-8, etwa 29 Teile Polyethylenglycol 400 und etwa 69 Teile Tallowdiester quaternär)

<sup>6</sup>Stabilisierer ist HOE S 4060 von Clariant Corp., Charlotte, NC

**[0117]** Die resultierende chemische weich machende Zusammensetzung ist eine milchige, gering viskose Dispersion, die für die Aufbringung auf Zellulosestrukturen, wie dies unten beschrieben wird, geeignet ist, um eine erwünschte taktile Weichheit solchen Strukturen zu verleihen. Sie zeigt eine scherentzähende Nicht-Newton'sche Viskosität. In geeigneter Weise hat die Zusammensetzung eine Viskosität von weniger als etwa 1000 Centipoise (cp), gemessen bei 25°C und eine Scherrate von 100 sec<sup>-1</sup> unter Verwendung des in dem unten

stehenden Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahrens. Vorzugsweise hat die Zusammensetzung eine Viskosität von weniger als etwa 500 cp. Ganz bevorzugt ist die Viskosität geringer als etwa 300 cp.

#### Aufbringungsverfahren

**[0118]** In einer bevorzugten Ausführungsform kann die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung aufgebracht werden, nachdem die Tissuebahn getrocknet und gekreppt wurde, und insbesondere während sich die Bahn noch auf einer erhöhten Temperatur befindet. Vorzugsweise wird die weich machende Zusammensetzung auf die getrocknete und gekreppte Tissuebahn aufgebracht, bevor die Bahn auf die Mutterrolle aufgewickelt wird. So wird in einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung die weich machende Zusammensetzung auf eine heiße, überrocknete Tissuebahn aufgebracht, nachdem die Bahn gekreppt wurde, als die Bahn durch die Kalandrierwalzen hindurch gegangen sind, welche die Dicke steuern.

**[0119]** Die oben beschriebene weich machende Zusammensetzung wird vorzugsweise auf eine heiße Übertragungsfläche aufgebracht, welche dann die Zusammensetzung auf die Tissuepapierbahn aufbringt. Die weich machende Zusammensetzung sollte auf die erhitzte Übertragungsfläche in einer makroskopisch gleichförmigen Weise für eine nachfolgende Übertragung auf die Tissuepapierbahn aufgebracht werden, so dass im Wesentlichen die gesamte Lage von dem Effekt der weich machenden Zusammensetzung profitiert. Nach der Auftragung auf die erhitzte Übertragungsoberfläche verdampft wenigstens ein Teil der flüchtigen Komponenten des Vehikels vorzugsweise und hinterlässt vorzugsweise einen dünnen Film, der einen verbleibenden, unverdampften Anteil der flüchtigen Komponenten des Vehikels, den weich machenden aktiven Inhaltsstoff und weitere nicht flüchtige Komponenten der weich machenden Zusammensetzung enthält. Mit "dünnen Film" ist ein dünner Überzug, Schleier oder Nebel auf der Übertragungsoberfläche gemeint. Dieser dünne Film kann mikroskopisch kontinuierlich sein oder aus diskreten Elementen zusammen gesetzt sein. Falls der dünne Film aus diskreten Elementen zusammen gesetzt ist, können die Elemente eine gleichförmige Größe oder eine variierende Größe haben; ferner können sie in einem gleichmäßigen Muster oder in einem ungleichmäßigen Muster angeordnet sein, makroskopisch ist der Film aber gleichförmig. Vorzugsweise ist der dünne Film aus diskreten Elementen zusammengesetzt.

**[0120]** Die weich machende Zusammensetzung kann einer Seite der Tissuebahn oder auf beiden Seiten hin- zu gegeben werden.

**[0121]** Verfahren für ein makroskopisch gleichförmiges Auftragen der weich machenden Zusammensetzung auf die heiße Übertragungsoberfläche umfassen ein Sprühen und Drucken. Das Sprühen hat sich als ökonomisch heraus gestellt und kann im Hinblick auf die Menge und die Verteilung der weich machenden Zusammensetzung genau kontrolliert werden, so dass dieses mehr bevorzugt wird. Vorzugsweise wird die dispergierte weich machende Zusammensetzung von der Übertragungsoberfläche auf die getrocknete, gekreppte Tissuebahn nach dem Yankee-Trockner und vor der Mutterrolle aufgebracht. Ein besonders angenehmes Mittel zum Herbeiführen dieser Auftragung ist, die Weichmacherzusammensetzung auf eine oder auf zwei eines Paares erhitzter Kalandrierwalzen aufzubringen, welche zudem als heiße Übertragungsoberflächen für die vorliegende weich machende Zusammensetzung dienen, und auch dazu dienen, die Dicke der getrockneten Tissuebahn auf die gewünschte Dicke des fertigen Produkts zu verringern und diese zu regulieren.

**[0122]** [Fig. 1](#) zeigt ein bevorzugtes Verfahren zum Auftragen der weich machenden Zusammensetzung auf die Tissuebahn. Mit Bezug auf [Fig. 1](#) befindet sich eine nasse Tissuebahn **1** auf einem Trägergewebe **14**, geht an einer Drehrolle **2** vorbei und wird auf den Yankee-Trockner **5** durch die Wirkung einer Druckrolle **3** übertragen, während sich das Trägergewebe **14** an der Drehrolle **16** vorbei bewegt. Die Bahn ist an der zylindrischen Oberfläche des Yankee-Trockners **5** durch ein Haftmittel, das durch einen Sprüh-Applikator **4** aufgebracht ist, haftend befestigt. Das Trocknen wird durch einen dampferhitzten Yankee-Trockner **5** und durch heiße Luft beendet, welche durch eine Trocknungshaube **6** erhitzt und in dieser in Bewegung versetzt wird, und zwar mit Mitteln, die nicht dargestellt sind. Die Bahn wird dann von dem Yankee-Trockner **5** mit einer Abstreifklinge **7** abgekreppt, wonach sie als gekrepptes Papier-Flächengebilde **15** bezeichnet wird. Die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung wird auf eine obere erhitzte Übertragungsfläche gesprüht, die als eine obere Kalandrierwalze **10** bezeichnet wird, und/oder auf eine untere erhitzte Übertragungsfläche, die als untere Kalandrierwalze **11** bezeichnet wird, und zwar mit Sprüh-Applikatoren **8** und **9**, je nachdem, ob die weich machende Zusammensetzung auf beide Seiten der Tissuebahn oder nur auf eine Seite aufgetragen wird. Das Papier-Flächengebilde **15** berührt dann die erhitzten Übertragungsflächen **10** und **11**, nachdem ein Teil des Vehikels verdampft ist. Die behandelte Bahn bewegt sich dann über einen Umfangsbereich einer Spule **12** und wird dann auf eine Mutterrolle **13** aufgewickelt.

**[0123]** Beispielhafte Materialien, die für die erhitzten Übertragungsflächen **10**, **11** geeignet sind, umfassen Metall (z.B. Stahl, Edelstahl und Chrom), nicht Metall (z.B. geeignete Polymere, Keramik, Glas) und Gummi. Eine Einrichtung, die zum Aufsprühen der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auf heiße Übertragungsflächen geeignet ist, umfasst äußere Mischluft-Atomisierungsdüsen, wie beispielsweise SU14 Luft-Atomisierungsdüsen (Air cap #73328 und Fluid cap #2850) von Spraying Systems Co. aus Wheaton, IL. Die Einrichtung, die zum Aufdrucken der weich machenden Zusammensetzung, die Flüssigkeiten enthält, auf heiße Übertragungsflächen geeignet ist, umfasst Rotationstiefdruck oder flexographische Drucker.

**[0124]** Der Temperatur der erhitzten Übertragungsfläche liegt vorzugsweise unter dem Siedepunkt der weich machenden Zusammensetzung. So sollte, falls die vorherrschende Komponente des Vehikels Wassers ist, die Temperatur der erhitzten Übertragungsfläche unter 100°C liegen. Vorzugsweise liegt die Temperatur zwischen 50 und 90°C, ganz bevorzugt zwischen 70° und 90°C, wenn Wasser als vorherrschende Komponente des Vehikels verwendet wird.

**[0125]** In einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung, die für die Herstellung von mehrlagigen Tissueepapierprodukten geeignet ist (das heißt, das Produkt umfasst wenigstens zwei Lagen), wie dies beschrieben ist in der parallel anhängigen, allgemein übertragenen provisorischen Patentanmeldung, amtliches Aktenzeichen Nr. 60/099,885, eingereicht im Namen von Vinson et al. am 11. September 1998 (die Offenbarung derselben ist hier durch Bezugnahme mit aufgenommen), wird die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung nur auf eine Seite der Tissuepapierbahn übertragen; die Seite der Tissuebahn mit den erhabenen Regionen. Zum Beispiel können solche erhabenen Regionen ein hoch voluminöses Gebiet eines musterverdichteten Tissues sein, wie dies vorstehend beschrieben wurde. Wie in der oben genannten provisorischen Patentanmeldung, amtliches Aktenzeichen Nr. 60/099,885 gezeigt wird, ist dies die Seite der Tissueepapierbahn, die zur äußeren Oberfläche orientiert ist, wenn die Bahn in ein Tissuepapierprodukt konvertiert ist.

**[0126]** Wie aus einer genauen Betrachtung der [Fig. 1](#) zu ersehen ist, bedeutet dies, dass die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung nur auf die obere Kalandervalze **10** aufgebracht wird. Das heißt, die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung wird so aufgebracht, dass die Zusammensetzung von der oberen Kalandervalze **10** auf die Seite des Papier-Flächengebildes **15** übertragen wird, die vorher das Trägergewebe **14** berührt hat, bevor das Flächengebilde auf den Yankee-Trockner **5** übertragen wurde. Ein alternatives bevorzugtes Mittel zum Auftragen der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung ist eine direkte Auftragung auf das Papier-Flächengebilde **15** unter Verwendung von Mitteln, wie ein Aufsprühen oder ein Extrusion, wie dies hier besprochen wird. In geeigneter Weise wird die weich machende Zusammensetzung in einem Anteil von zwischen etwa 0,1% und etwa 8% des Gewichts der Papier-Flächengebildes **15** angeordnet, vorzugsweise zwischen etwa 0,1% und etwa 5%, ganz bevorzugt zwischen etwa 0,1% und etwa 3%.

**[0127]** Obwohl nicht durch Theorie gebunden sein zu wollen oder die vorliegende Erfindung in anderer Weise zu beschränken, wird die folgende Beschreibung typischer Prozessbedingungen, die während der Papierherstellung auftreten und ihr Einfluss auf den in dieser Erfindung beschriebenen Prozess gegeben. Der Yankee-Trockner hebt die Temperatur des Tissue-Flächengebildes und entfernt die Feuchtigkeit. Der Dampfdruck in dem Yankee-Trockner liegt in der Größenordnung von 110 PSI (750 kPa). Dieser Druck ist ausreichend, um die Temperatur des Zylinders auf etwa 170°C ansteigen zu lassen. Die Temperatur des Papiers auf dem Zylinder wird gesteigert, wenn das Wasser in dem Flächengebilde entfernt wird. Die Temperatur des Flächengebildes, wenn dieses die Abstreichklinge verlässt, kann über 120°C liegen. Das Flächengebilde bewegt sich durch einen Raum zu der Kalandervalze und zu der Spule und verliert etwas seiner Temperatur. Die Temperatur des Papiers, das in der Spule aufgewickelt wird, wird gemessen, und soll in der Größenordnung von 60°C liegen. Möglicherweise kühlt das Flächengebilde aus Papier auf Raumtemperatur ab. Dies kann irgendetwas von Stunden bis Tagen dauern, je nachdem wie groß die Papierrolle ist. Wenn das Papier abkühlt, absorbiert es auch Feuchtigkeit aus der Atmosphäre.

**[0128]** Da die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auf das Papier aufgebracht wird, während dieses übertrocknet ist, ist das Wasser, das dem Papier mit der weich machenden Zusammensetzung durch dieses Verfahren zugefügt wird, nicht ausreichend, um das Papier zu veranlassen, eine signifikante Menge seiner Festigkeit und Dicke zu verlieren. So wird kein weiteres Trocknen benötigt.

**[0129]** Alternativ können effektive Mengen von weich machenden aktiven Inhaltsstoffen von den weich machenden Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung auch auf eine Tissuebahn aufgebracht werden, die nach einer anfänglichen Trocknung abgekühlt ist und in einen Feuchtigkeits-Ausgleich mit ihrer Umgebung ge-



langt ist. Das Verfahren des Auftragens der weich machenden Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung ist im Wesentlichen das Gleiche, wie Dasjenige, das oben für die Auftragung solcher Zusammensetzungen auf eine heiße, überrocknete Tissuebahn beschrieben wurden. Das heißt, die weich machende Zusammensetzung kann auf eine Übertragungsfläche aufgetragen werden, welche dann die Zusammensetzung auf die Tissuebahn aufbringt. Es ist nicht notwendig für solche Übertragungsflächen, dass diese erhitzt sind, weil die wünschenswerten rheologischen Eigenschaften der Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung sogar eine Auftragung über die volle Breite einer Tissuebahn erlauben. Wieder wird die weich machende Zusammensetzung vorzugsweise auf eine Übertragungsfläche in einer makroskopisch gleichförmigen Weise aufgetragen, und zwar zum Zwecke einer nachfolgenden Übertragung auf die Tissuepapierbahn, so dass im Wesentlichen das gesamte Flächegebilde von dem Effekt der weich machenden Zusammensetzung profitiert. Geeignete Übertragungsflächen umfassen gemusterte Druckwalzen, gravierte Übertragungswalzen (Anilox-Walzen) und glatte Walzen, die Teil einer Vorrichtung sein können, die speziell dazu ausgebildet ist, die weich machende Zusammensetzung aufzutragen, oder Teil einer Vorrichtung sein können, die auch für andere Funktionen im Hinblick auf die Tissuebahn ausgebildet ist. Ein Beispiel von Mitteln, die zum Auftragen der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auf eine mit der Umgebung im Ausgleich stehenden Tissuebahn geeignet ist, sind die Gravierzylinder und das Druckverfahren, die beschrieben sind in US Patent 5,814,188, veröffentlicht im Namen von Vinson et al. am 28. September 1998, deren Offenbarung hier durch Bezugnahme mit aufgenommen ist. Wie oben angemerkt, könnte die weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung auch auf eine glatte Walze (z.B. durch ein Besprühen derselben) (z.B. eine von einem Spaltpaar) einer Vorrichtung aufgetragen werden, die für andere Funktionen ausgebildet ist (z.B. dem Konvertieren der Tissuebahn in ein fertiges absorbierendes Tissueprodukt).

**[0130]** Ein alternatives bevorzugtes Applikationsmittel ist, eine Extrusionsdüse (nicht gezeigt), zu verwenden, welche den aktiven weich machenden Inhaltsstoff auf entweder eine heiße oder eine kühle Tissuebahn aufbringt. Unter Verwendung eines solchen Applikationsverfahrens werden kleine Mengen des aktiven weich machenden Inhaltsstoffes durch ein oder mehrere Öffnungen auf eine sich bewegende Bahn extrudiert. Die Extrusions-Düsenöffnung(en) kann/können einen kontinuierlichen Schlitz oder diskontinuierliche Öffnungen einer Vielzahl von Formen umfassen. Die Extrusionsdüse kann in Kontakt mit der Bahn betrieben werden oder kann alternativ so verwendet werden, dass sie den weich machenden aktiven Inhaltsstoff auf die sich bewegende Bahn treibt oder sprüht. Kompressionsluft oder andere Fluidmittel können verwendet werden, um dabei zu helfen, das Extrudat des weich machenden aktiven Inhaltsstoffes zu dispergieren und das Extrudat zu der sich bewegenden Bahn zu befördern. Geeignete Düsen werden beschrieben in größerem Detail in US Patent, amtliches Aktenzeichen Nrn. 09/258,497, eingereicht im Namen von Vinson et al. am 22. Februar 1999, 09/258,498, eingereicht im Namen von Solberg et. al am 26. Februar 1999, 09/305,765, eingereicht im Namen von Ficke et al. am 05. Mai 1999 und 09/377,661, eingereicht in den Namen von Vinson et al. am 20. August 1999.

**[0131]** Obwohl nicht durch Theorie gebunden sein zu wollen, glauben die Anmelder, dass die weich machenden Zusammensetzungen der vorliegenden Erfindung besonders geeignet sind für die Auftragung auf minder Umgebung ins Gleichgewicht gebrachte Tissuebahnen, weil:

1. Weich machende Zusammensetzungen umfassen hohe Anteile von weich machenden aktiven Inhaltsstoffen und anderen nicht flüchtigen Komponenten. Als Ergebnis davon ist die Menge von Wasser, das auf der Tissuebahn durch eine solche weich machende Zusammensetzung transportiert wird, gering. Wenn zum Beispiel die bevorzugte Zusammensetzung, die oben beschrieben wurde (Zusammensetzung 1) auf eine Tissuebahn in einem Anteil von 0,5% weich machendem Aktivstoff aufgebracht wird, werden auch etwa 1,5% Wasser auf die Bahn aufgebracht. Die Anmelder haben heraus gefunden, dass solche Bahnen noch akzeptabel fest und dimensionsstabil sind.  
und
2. Die hygroskopischen Eigenschaften des bevorzugten Elektrolyts, bindet wenigstens einen Teil des Wassers in der Zusammensetzung, so dass dieser nicht für eine unakzeptable Senkung der Zugeigenschaften der behandelten Bahn verfügbar ist.

**[0132]** Wenn Bahnen, die wie oben beschrieben behandelt wurden, hinsichtlich ihrer Weichheit gemäß dem im unten stehenden Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahren bewertet wurden, wurde ermittelt, dass sie eine Verbesserung in der Weichheit von wenigstens etwa 0,2 Feldbewertungseinheiten (PSU) haben. Vorzugsweise beträgt die Verbesserung der Weichheit wenigstens etwa 0,3 PSU. Ganz bevorzugt beträgt die Verbesserung wenigstens etwa 0,5 PSU.

**[0133]** Wie mit Bezug auf die Zweischichtspalter-Komponente der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung oben angemerkt wurde, wird angenommen, dass der Zweischichtspalter durch ein Ein-



dringen der Palisadenschicht der flüssigen kristallinen Struktur der Dispersion des weich machenden aktiven Inhaltsstoffs in das Vehikel und durch ein Zerstören der Ordnung der flüssigen Kristallstruktur funktioniert. Bei diesen zerstörten flüssigen kristallinen Strukturen wurde heraus gefunden, dass diese wenigstens zwei Lamellen (bilamellar) umfassen und häufig multilamellar sind (das heißt, eine Mehrzahl von Lamellen umfassen). Solche Strukturen sind auch im Stand der Technik als Liposome bekannt. Obwohl der Stand der Technik liposomale Strukturen aus vielen Gründen verwendet hat (Tablettenabgabe, Schutz für aktive Inhaltsstoffe, verbesserte Ölgewinnung), nutzen solche Anwendung gewöhnlich die Tatsache, dass die liposomale Struktur eine flüssige kristalline "Membrane" liefert, welche eine wässrige Phase umgibt. Im Falle der vorliegenden Erfindung wird angenommen, ohne durch Theorie gebunden zu sein, dass die bilamellaren oder multilamellaren Liposome der vorliegenden Erfindung eine solche innere wässrige Phase umfassen, wenn sie in Form der weich machenden Zusammensetzung, die hier beschrieben wurde, vorliegen. Es wird jedoch ferner angenommen, dass die Liposome frei der Aufbringung auf ein Tissuesubstrat "kollabieren", so dass eine multilamellare kristalline Struktur bilden, die in mikroskopisch in Abstand zueinander liegenden Stellen auf der Oberfläche des Tissuesubstrats dispergiert ist. Es wird ferner angenommen, dass solche multilamellaren, mikroskopisch kristallinen Strukturen "Scherebenen" zwischen benachbarten Lamellen liefern, welche die Reibungskräfte auf der Oberfläche des behandelten Tissues verringern und die Vorteile der Weichheit für die vorliegende Erfindung bereit stellen.

**[0134]** Zusätzlich zu den auf eine quaternäre Ammoniumverbindung basierenden Zusammensetzungen, die oben besprochen wurden, umfasst eine nicht beschränkende Liste von Materialien, die dafür bekannt sind, liposomale Strukturen bereit zu stellen:

- |                 |  |
|-----------------|--|
| Lecithin:       | Wie hier verwendet, bezieht sich der Ausdruck "Lecithin" auf ein Material, welches ein Phosphatid ist. Natürlich auftretende oder synthetische. Phosphatide können verwendet werden. Phosphatidylcholin oder Lecithin sind ein Glycerin, das mit einem Cholinester der Phosphorsäure und zwei Fettsäuren, üblicherweise eine langkettige, gesättigte oder ungesättigte Fettsäure mit 16-20 Kohlenstoffen und bis zu 4 Doppelbindungen, esterifiziert ist. Weitere Phosphatide, die in der Lage sind, Verbindungsstrukturen zu bilden, vorzugsweise lamellare oder hexagonale Flüssigkristalle, können anstelle des Lecithins oder in Kombination mit diesem verwendet werden. Weitere Phosphatide sind Glycerolester mit zwei Fettsäuren, wie beim Lecithin, wobei aber das Cholin ersetzt wird durch Ethanolamin (einem Cephalin) oder Serin (A-Aminopropanoinsäure; Phosphatidylserin) oder ein Inositol (Phosphatidylinositol). |
| Glycolipide:    | Wie hier verwendet, bezieht sich der Ausdruck "Glycolipid" auf die Klasse chemischer Verbindungen, welche bei Hydrolyse sowohl Fettsäurereste ergeben (das heißt, eine Carbonsäure mit zwischen 12 und 22 Kohlenstoffatomen) und ein Carbohydrat (z.B. ein Saccharid). Für die Zwecke der vorliegenden Erfindung werden Materialien, die im Stand der Technik als "Polyolpolyester" bekannt sind, auch als Glycolipide angesehen. Solche Polyolpolyester werden in größerem Detail beschrieben in US Patent 5,607,760, veröffentlicht für Roe am 04. März 1997.  |
| Fettsäureamide: | Beispielhafte Fettsäureamide umfassen gesättigte Fettsäureamide mit 12 bis 22 Kohlenstoffen und Ethoxylaten davon. Im Handel erhältliche Materialien sind erhältlich von Akzo-Nobel Chemicals, Inc, aus Dobbs Ferry, NY unter dem Markennamen ETHOMID.   |

**[0135]** Auch enthalten wären flüssigkristalline Strukturen, durch welche Materialien, wie solche, die oben aufgelistet sind, mit anderen kooperieren, um eine bilamellare oder multilamellare Bläschendisersion zu schaffen, welche die hier beschriebenen Weichheitsvorteile bereit stellt.

## BEISPIELE

### Beispiel 1

**[0136]** Dieses Beispiel zeigt die Präparierung eines Tissuepapiers, das eine Ausführungsform der vorliegenden Erfindung darstellt. Dieses Beispiel zeigt die Produktion von homogenen Tissuepapierbahnen, die mit einer bevorzugten Ausführungsform der weich machenden Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung, die hergestellt wurde, wie oben beschrieben, bereit gestellt werden. Die Zusammensetzung wird auf einer Seite der Bahn aufgebracht, und die Bahnen werden in ein zweilagiges Badezimmertissueprodukt kombiniert.

**[0137]** Eine Fourdrinier-Papiermachermaschine als Pilotanlage wird verwendet für die praktische Umsetzung der vorliegenden Erfindung.

**[0138]** Ein wasserhaltige Breit aus NSK mit etwa 3% Konsistenz wird hergestellt, indem ein herkömmlicher Repulper verwendet wird und wird durch ein Vorratsrohr in Richtung des Stoffauflaufkastens des Fourdrinier-Siebes bewegt.

**[0139]** Um dem fertigen Produkt eine temporäre Nassfestigkeit zu verleihen, wird eine 1% Dispersion von Parez 750® präpariert und dem NSK-Vorratsrohr mit einer Rate zugeführt, die ausreicht, um 0,3% Parez 750® basierend auf dem Trockengewicht der NSK-Fasern auszugeben. Die Absorption des temporär nassfesten Harzes wird verbessert, indem der behandelte Brei durch einen Inline-Mischer hindurch bewegt wird.

**[0140]** Ein wasserhaltiger Brei aus Eukalyptusfasern von etwa 3 Gew.% wird hergestellt, indem ein herkömmlicher Repulper verwendet wird. Das Vorratsrohr, in welchem die Eukalyptusfasern enthalten sind, wird mit einer kationischen Stärke behandelt, RediBOND 5320®, welche als eine 2% Dispersion in Wasser abgegeben wird und mit einer Rate von 0,15% basierend auf dem Trockengewicht der Stärke und dem fertigen Trockengewicht des resultierenden gekreppten Tissueprodukts. Die Absorption der kationischen Stärke wird verbessert, indem das resultierende Gemisch durch einen Inline-Mischer hindurch bewegt wird.

**[0141]** Der Strom der NSK-Fasern und der Eukalyptusfasern wird dann vor dem Einlass der Fächerpumpe in ein einzelnes Vorratsrohr kombiniert. Die kombiniertes NSK-Fasern und Eukalyptus-Fasern, werden dann mit weißem Wasser am Einlass der Fächerpumpe auf eine Konsistenz von etwa 0,2% basierend auf dem Gesamtgewicht der NSK-Fasern und der Eukalyptusfasern verdünnt.

**[0142]** Der homogene Brei aus NSK-Fasern und Eukalyptusfasern wird in einem Mehrkanal-Stoffauflaufkasten gelenkt, der so ausgebildet ist, dass dieser den homogenen Strom halten kann, bis dieser auf ein sich bewegendes Fourdrinier-Sieb ausgeschieden wird. Der homogene Brei wird auf das sich bewegende Fourdrinier-Sieb ausgegeben und durch das Fourdrinier-Sieb entwässert und durch einen Deflektor und durch Vakuum-Kästen unterstützt.

**[0143]** Die embryonische nasse Bahn wird von dem Fourdrinier-Sieb mit einer Faserkonsistenz von etwa 15% am Übertragungspunkt auf ein gemustertes Trocknungsgewebe übertragen. Das Trocknungsgewebe ist so ausgebildet, dass ein musterverdichtetes Tissue mit diskontinuierlichen ungebogenen Flächen geringer Dichte ergibt, die in einem kontinuierlichen Netzwerk von Flächen hoher Dichte (Höckern) angeordnet sind. Dieses Trocknungsgewebe wird gebildet, indem eine undurchlässige Harzoberfläche auf ein Fasermaschen-Stützgewebe gegossen wird. Das Stützgewebe ist ein Doppelschicht-Maschengewebe mit 45 × 52 Filamenten. Die Dicke des Harzgusses beträgt etwa 10 mil über dem Stützgewebe. Der Höckerbereich beträgt etwa 40% und die offenen Zellen bleiben in einer Häufigkeit von etwa 562 pro Quadratinch.

**[0144]** Ein weiteres Entwässern wird durch eine vakuumunterstützte Drainage herbei geführt, bis die Bahn eine Faserkonsistenz von etwa 28% hat.

**[0145]** Obwohl die gemusterte Bahn in Kontakt mit dem gemusterten Formungsgewebe bleibt, wird diese durch Luft-Durchblas-Vortrockner auf einer Faserkonsistenz von etwa 62 Gew.% vorgetrocknet.

**[0146]** Die halb trockene Bahn wird dann auf den Yankee-Trockner überführt und an der Oberfläche des Yankee-Trockners mit einem aufgespritzten Krepp-Haftmittel angehaftet, das einen 0,125% wässrige Lösung aus Polyvinylalkohol umfasst. Das Krepphaftmittel wird auf die Yankee-Oberfläche in einer Rate von 0,1% Haftmittel-Feststoffe, basierend auf dem Trockengewicht der Bahn, abgegeben.

**[0147]** Die Faserkonsistenz wird auf etwa 96% erhöht, bevor die Bahn von dem Yankee-Trockner mit einer Abstreichklinge trocken gekreppt wird.

**[0148]** Die Abstreichklinge hat einen Neigungswinkel von etwa 25 Grad und ist in Bezug zu dem Yankee-Trockner so positioniert, dass ein Auftreffwinkel von etwa 81 Grad geschaffen wird. Der Yankee-Trockner wird mit einer Temperatur von etwa 350°F (177°C) betrieben und mit einer Geschwindigkeit von etwa 800 fpm (Fuß pro Minute) (etwa 244 Meter pro Minute).

**[0149]** Die Bahn wird dann zwischen zwei Kalanderwalzen hindurch bewegt. Die untere Kalander(Übertragung)-Walze wird mit einer chemischen weich machenden Zusammensetzung besprüht, weiter unten beschrieben, und zwar unter Verwendung von SU14 Luft-Atomisierungsdüsen (Luftcap #73378 und Fluidcap #2850) von Spraying Systems Co. aus Wheaton, IL. Die zwei Kombinierwalzen werden miteinander mit einem Walzengewicht vorgespannt und mit Oberflächengeschwindigkeiten von 656 fpm (etwa 200 Meter pro Minute)

betrieben, was einen prozentualen Krepp von etwa 18% erzeugt.

**[0150]** Materialien, die bei der Präparierung des chemischen Weichmachergemisches verwendet werden, sind:

1. eine quaternäre Ammoniumverbindung basierend auf einem partiell hydrierten Tallowdiesterchlorid, vorgemischt mit Polyethylenglycol 400 Das Vorgemisch besteht aus 67% quaternärer Ammoniumverbindung (Adogen SDMC-Typ von Witco Incorporated und 33% PEG 400, erhältlich von J.T. Baker Company aus Phillipsburg, NJ) als DXP-505-91.
2. Neodol 23–5, ein ethoxylierter Fettalkohol von Shell Chemical aus Houston, TX.
3. Calciumchloridpellets: von J.T. Baker Company aus Phillipsburg, NJ.
4. Polydimethylsiloxan: 10% aktive Emulsion (DC2310) von Dow Corning aus Midland, MI..
5. Salzsäure (25% Lösung) von J.T. Baker Company aus Phillipsburg, NJ.
6. Aufheller, Tinopal CBS-X, erhältlich von CIBA-GEIGY aus Greensboro, NC.
7. Stabilisierer HOE S 4060 von Clariant Corp., Charlotte, NC.

**[0151]** Diese Materialien werden wie folgt präpariert, um eine weich machende Zusammensetzung der vorliegenden Erfindung zu bilden.

**[0152]** Die chemische weich machende Zusammensetzung wird präpariert, indem zuerst die benötigte Menge von Wasser auf etwa 75°C erhitzt wird und der nicht ionische grenzflächenaktive Stoff (Neodol 23–5), der Aufheller und das Polydimethylsiloxan dem erhitzten Wasser zugegeben wird: Die Lösung wird dann unter Verwendung von Salzsäure auf einen pH-Wert von etwa 4 eingestellt. Das Vorgemisch der quaternären Verbindung und des PEG 400 wird dann auf etwa 65°C erhitzt und dosiert in das Wasservorgemisch unter Rührung abgegeben, bis das Gemisch vollständig homogen ist. Etwa die Hälfte des Calciumchlorids wird als eine 2,5% Lösung in Wasser unter kontinuierlichem Rühren hinzu gegeben. Der Stabilisierer wird dann unter kontinuierlicher Mischung hinzu gegeben. Die abschließende Viskositätsreduktion wird erreicht, indem der Rest des Calciumchlorids (als eine 25% Lösung) unter kontinuierlichem Mischen hinzu gegeben wird. Die Komponenten werden in einem Verhältnis vermengt, das ausreicht, eine Zusammensetzung zu schaffen, welche die folgenden geeigneten Konzentrationen jedes der Inhaltsstoffe aufweist:

40%	quaternäre Ammoniumverbindung auf der Basis partiell hydrierten Tallowdiesterchlorids
38%	Wasser
19%	PEG 400
2%	Neodol 23–8
0,6%	CaCl <sub>2</sub>
0,5%	Stabilisierer
0,2%	Polydimethylsiloxan
0,02%	HCl
98 ppm	Aufheller

**[0153]** Nach dem Abkühlen und der Hinzugabe von Frischwasser hat die Zusammensetzung eine Viskosität von etwa 300 cp, gemessen bei 25°C und eine Scherrate von 100 sec<sup>-1</sup> unter Verwendung des im Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahrens.

**[0154]** Die chemische weich machende Zusammensetzung wird von der unteren Kalandervalze auf eine Seite der Tissuebahn durch direktem Druck übertragen. Das resultierende Tissuepapier hat eine Flächenmasse von etwa 20,8 g/m<sup>2</sup> (12,8 lb pro 3000 ft<sup>2</sup>).

**[0155]** Die Bahn wird ein homogenes, doppelagiges, gekrepptes, musterverdichtetes Tissuepapierprodukt konvertiert. Das resultierende behandelte Tissuepapier hat eine verbesserte taktile Anfühlung von relativer Weichheit gegenüber der unbehandelten Kontrollprobe: Im Vergleich zu einem im Handel erhältlichen sanitären Tissueprodukt (Charmin Ultra®, wie es erhältlich ist von Procter & Gamble aus Cincinnati, OH), gemäß dem unten im Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahren, hat das unbehandelte Kontrollprodukt eine Weichheitsbewertung von -0,12 PSU und hat das behandelte Tissue eine Weichheitsbewertung von +1,34 PSU. Das heißt, die Weichheits-Verbesserung beträgt, 1.46 PSU.

## Beispiel 2

**[0156]** Dieses Beispiel zeigt den Effekt einer chemischen Zusammensetzung eines nicht ionischen grenzflächenaktiven Stoffes auf eine Schlüsseleigenschaft der weich machenden Zusammensetzung – der Viskosität. Chemische weich machende Zusammensetzungen werden hergestellt, indem zuerst eine Mastercharge präpariert wird, die alle Inhaltsstoffe der weich machenden Zusammensetzung enthält, mit Ausnahme eines Zweischichtspalters. Die Formel für diese Zusammensetzung ist in Tabelle 1 gegeben.

Tabelle 1

Komponente	Konzentration (%)
Quaternäre Ammoniumverbindung auf der Basis eines teilweise hydrierten Tallowdiesterchlorids	41
Wasser	39
PEG 400	19
CaCl <sub>2</sub>	0,5
Stabilisierer	0,5
Polydimethylsiloxan	0,2
HCl	0,02

**[0157]** Weich machende Test-Zusammensetzungen werden dann präpariert, indem potentielle Zweischichtspalter mit der Master-Charge in Anteilen von 1%, 2%, 3% und 4% vermengt werden. Die Viskosität jeder der weich machenden Test-Zusammensetzungen wird gemessen gemäß dem unten im Abschnitt Testverfahren beschriebenen Verfahren. Die Viskosität der Master-Charge wird auch gemessen. Tabelle listet die Testmaterialien auf, ihren HLB (ein Maß der emulgierenden Wirksamkeit) und die Viskosität jeder hergestellten Zusammensetzungen.

Tabelle 2

<u>Nicht ionischer grenzflächenaktiver Stoff</u>	<u>HLB</u>	<u>Konzentration (%)</u>	<u>Viskosität (Centipoise)</u>
Neodol 23-3 <sup>1</sup>	7,9	0	1,8x10 <sup>7*</sup>
		1	6774
		2	4375
		3	1549
		4	1365
NEODOL 23-5 <sup>1</sup>	10,7	0	2150*
		1	335
		2	260
		3	644
		4	1285
NEODOL 91-8 <sup>1</sup>	13,9	0	1,8x10 <sup>7*</sup>
		1	166
		2	1583
		3	9x10 <sup>5</sup>
		4	8x10 <sup>6</sup>
Surfonic N-120 <sup>2</sup>	14,1	0	6103*
		1	193
		2	704
		3	7595
		4	9x10 <sup>6</sup>
Acconon CC-6 <sup>3</sup>		0	6103*
		1	450
		2	421
		3	1194
		4	1,7x10 <sup>4</sup>
Tween 60 <sup>4</sup>	14,9	0	6,4x10 <sup>7*</sup>
		1	215
		2	367
		3	652
		4	2043
Plurafac B25-5 <sup>5</sup>	12,0	0	1029*
		1	442
		2	2100
		3	2,9x10 <sup>4</sup>
		4	1,1x10 <sup>7</sup>

\*Ohne durch Theorie gebunden sein zu wollen, glauben die Anmelder, dass die Variabilität in der Viskosität von der intermittierenden Bildung stabiler Flüssigkristallphasen abhängt, und zwar aufgrund der hohen Konzentration des verwendeten weich machenden aktiven Inhaltsstoffes. Wie oben angemerkt, wird geglaubt, dass die Hinzugabe eines Zweischichtspalters diese Viskosität reduziert, indem die Struktur der Flüssigkristallphase unterbrochen wird.

<sup>1</sup>Ethoxylierter Fettalkohol von Shell Chemical, Houston, TX

<sup>2</sup>Ethoxyliertes Alkylphenol von Huntsman Corp., Houston, TX

<sup>3</sup>Ethoxyliertes Caprin/Capryl-Glycerid von Abitec Corp. aus Columbus, OH

<sup>4</sup>POE(20) Sorbitanmonostearat von Henkel Corp. Charlotte, NC

<sup>5</sup>Modifizierter oxyethylierter geradkettiger Alkohol von BASF Corp., Mt. Olive, NJ

**[0158]** Es ist ersichtlich, dass jedes dieser Materialien, die Viskosität der Dispersion im Wesentlichen auf ein geringeres Maß reduziert als demjenigen der Dispersion ohne dem Material.

## TESTVERFAHREN

### Anteil weich machender aktiver Inhaltsstoffe auf dem Tissue

**[0159]** Eine Analyse der Mengen der hier beschriebenen weich machenden aktiven Inhaltsstoffe, die auf Zellulosestrukturen zurück gehalten werden, kann durch irgendein Verfahren durchgeführt werden, dass in dem anwendbaren Stand der Technik akzeptiert ist. Diese Verfahren sind beispielhaft und sollen nicht andere Verfahren ausschließen, welche für die Bestimmung von Anteilen spezieller Komponenten, die durch das Tissuepapier zurück gehalten werden, nützlich sind.

**[0160]** Das folgende Verfahren ist geeignet zum Bestimmen der Menge der bevorzugten quaternären Ammoniumverbindungen (QAC), die in der Tissuebahn durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung enthalten ist. Eine Standard anionische, grenzflächenaktive Lösung (Natriumdodecylsulfat-NaDDS) wird verwendet, um die QAC unter Verwendung eines Dimidiumbromidindikators zu titrieren.

### Präparierung von Standardlösungen

**[0161]** Die folgenden Verfahren sind anwendbar auf die Präparierung der in diesem Titrationsverfahren verwendeten Standardlösungen.

### Präparierung eines Dimidiumbromidindikators

**[0162]** In einem Kolben mit 1 Liter-Volumen werden:

- A) 500 Milliliter destilliertes Wasser hinzu gegeben;
- B) 40 ml einer Vorratslösung von Dimidiumbromid-Disulphin-Blau-Indikator hinzu gegeben, erhältlich von Gallard-Schlesinger Industries, Inc. aus Carle Place, NY;
- C) 40 ml von 5  $\text{NH}_2\text{SO}_4$  hinzu gegeben;
- D) Fülle den Kolben bis zur Markierung mit destilliertem Wasser und mische.

**[0163]** Präparierung der NaDDS-Lösung. In einem Kolben von 1 Liter werden:

- A) 0,1154 Gramm NaDDS, erhältlich von Aldrich Chemical Co. aus Milwaukee, WI als Natriumdodecylsulfat (ultra rein) eingewogen;
- B) Fülle den Kolben bis zur Markierung mit destilliertem Wasser und mische, um eine 0,0004N-Lösung zu bilden.

### Verfahren

1. Auf einer Analysenwaage wiege etwa 0,5 Gramm Tissue ein. Zeichne das Probengewicht auf 0,1 mg Genauigkeit auf.
2. Lege die Probe in einen Glaszylinder mit einem Volumen von etwa 150 Milliliter, welcher einen Stern-Magnetrührer enthält. Verwende einen Zylinder mit Gradeinteilung, gebe mit 20 Milliliter Methylenchlorid hinzu.
3. In einer Abzugshaube lege den Zylinder auf eine Heizplatte, die auf geringe Wärme eingestellt ist. Bringe die Lösung unter Rühren und unter Verwendung eines Zylinders mit Gradeinteilung vollständig zum Sieden, gebe 35 Milliliter Dimidiumbromidindikator-Lösung hinzu.
4. Während des Rührens mit hoher Geschwindigkeit bringe das Methylenchlorid wieder voll zum Sieden. Drehe die Wärme ab, rühre aber die Probe weiter. Die QAC wird mit dem Indikator einen Komplex bilden, was eine blau gefärbte Verbindung in der Methylenchloridschicht erzeugt.
5. Unter Verwendung einer 10 ml Burette, titriere die Probe mit einer Lösung des anionischen grenzflächenaktiven Stoffes. Dies wird durchgeführt, indem ein Aliquot des Titrationsmittels hinzu gegeben wird und für 30 Sekunden schnell gerührt wird. Schalte die Rührplatte ab, erlaube den Schichten, sich zu separieren, und prüfe die Intensität der blauen Farbe. Falls die Farbe dunkelblau ist, gebe etwa 0,3 Milliliter des Titrationsmittels hinzu, rühre für 30 Sekunden schnell und schalte den Rührer ab. Prüfe wieder die Intensität der blauen Farbe. Wiederhole dies, falls notwendig, mit weiteren 0,3 Millilitern. Wenn die blaue Farbe beginnt, sehr schwach zu werden, gebe das Titrationsmittel tropfenweise zwischen Rührvorgängen hinzu. Der Endpunkt ist das erste Anzeichen einer leicht pinken Farbe in der Methylenchloridschicht.
6. Zeichne das Volumen des verwendeten Titrationsmittels auf 0,05 ml Genauigkeit auf.
7. Berechne die Menge des QAC in dem Produkt unter Verwendung der Gleichung:

$$\frac{(\text{Milliliter von NaDDS} - X) * Y * 2}{\text{Probengewicht in Gramm}} = \text{\#/ton QAC}$$

**[0164]** In welcher X eine Leerkorrektur ist, die erhalten wird durch Titrieren einer Probe ohne das QAC der vorliegenden Erfindung. Y ist der Betrag in Milligramm von QAC, den 1,00 Milliliter NADDS titrieren. (Zum Beispiel Y = 0,254 für eine besonders bevorzugte QAC, das heißt, Diesterdi(berührungshydriertes)tallwodimethylchlorid).

#### Tissuedichte

**[0165]** Die Dichte des Tissuepapiers, so wie dieser Ausdruck hier verwendet wird, ist die mittlere Dichte, die als die Flächenmasse des Papiers berechnet wird, geteilt durch die Dicke, wobei die richtigen Einheitsumwandlungen hier mit enthalten sind. Die Dicke des mehrschichtigen Tissuepapiers, wie hier verwendet, ist die Dicke des Papiers, wenn dieses einer Kompressionslast von 95 g/in<sup>2</sup> (15,5 g/cm<sup>2</sup> ausgesetzt wird).

#### Feldweichheit von Tissuepapieren

**[0166]** Idealerweise sollten die zu testenden Papierproben vor dem Weichheitstest gemäß dem TAPPI-Verfahren #T402OM-88 konditioniert werden. Vorzugsweise werden die Proben für 24 Stunden bei 10 bis 35% relativer Luftfeuchtigkeit und innerhalb eines Temperaturbereichs von 22 bis 40°C vorkonditioniert. Nach diesem Vorkonditionierungsschritt sollten die Proben für 24 Stunden bei einer relativen Feuchtigkeit von 48 bis 52% und innerhalb eines Temperaturbereichs von 22 bis 24°C vorkonditioniert werden.

**[0167]** Idealerweise sollte Weichheits-Feld-Testvorgang innerhalb der Grenzen eines Raumes von konstanter Temperatur und Feuchtigkeit stattfinden. Falls dies nicht machbar ist, sollten alle Proben, einschließlich der Kontrollen, identischen Umgebungsbedingungen ausgesetzt werden.

**[0168]** Der Weichheitstest wird als ein paariger Vergleich in einer Form durchgeführt, ähnlich demjenigen, der beschrieben ist in "Manual on Sensory Testing Methods", ASTM Special Technical Publication 434, veröffentlicht durch the American Society For Testing and Materials 1968, und welche durch Bezugnahme mit aufgenommen ist. Die Weichheit wird durch ein subjektives Testen bewertet, indem etwas verwendet wird, das als paarweiser Unterschiedstest bezeichnet wird. Das Verfahren verwendet ein externes Standard-Material zum Testmaterial selbst. Für die taktil wahrgenommene Weichheit werden zwei Proben derart bereit gestellt, dass die Testperson die Proben nicht sehen kann, und die Testperson wird aufgefordert, eine derselben auf der Basis der taktilen Weichheit auszudehnen. Das Ergebnis des Tests wird in einer Feld-Zähleinheit (PSU) aufgezeichnet. Im Hinblick auf den Weichheitstest, wird, um die hier in PSU aufgezeichneten Weichheitsdaten zu erhalten, eine Anzahl von Weichheits-Feldtests durchgeführt. In jedem Test werden zehn praktisch Erfahrene Weichheits-Juroren befragt, um die relative Weichheit von drei Sätzen paarweiser Proben zu bewerten. Diese Probenpaare werden jeweils paarweise von jedem Juroren beurteilt: Eine Probe jedes Paares ist mit X und die andere mit Y bezeichnet. Kurz gesagt, wird jede X-Probe gegenüber ihrer paarweise zugeordneten Y-Probe wie folgt abgestuft:

1. Eine Stufe von plus eins wird gegeben, wenn X so beurteilt wird, dass sie ein wenig weicher sein könnte als Y, und eine Stufe von minus eins wird gegeben, falls Y beurteilt wird, dass sie ein wenig weicher sein könnte als X;
2. eine Stufe von plus zwei wird gegeben, falls X so beurteilt wird, dass sie sicher ein wenig weicher ist als Y, und eine Stufe von minus zwei wird gegeben, falls Y so beurteilt wird, dass sie sicher ein wenig weicher ist als X;
3. eine Stufe von plus drei wird X gegeben, falls diese so beurteilt wird, dass sie sehr viel weicher ist, als Y, und eine Stufe von minus drei wird gegeben, falls Y so beurteilt wird, dass sie sehr viel weicher als X ist; und, schließlich
4. eine Stufe von plus vier wird X gegeben, falls diese so beurteilt wird, dass sie sehr viel weicher ist, als Y, und eine Stufe von minus vier wird gegeben, falls Y so beurteilt wird, dass sie sehr viel weicher als X ist.

**[0169]** Die Abstufungen werden gemittelt und der resultierende Wert steht in Einheiten von PSU. Die resultierenden Daten werden als die Ergebnisse eines Feldtests angesehen. Falls mehr ein Probenpaar bewertet wird, dann werden alle Probenpaare gemäß ihren Einstufungen durch die gepaarte statistische Analyse in ihre Rangfolge gebracht. Dann wird der Rand in seinem Wert nach oben oder nach unten verschoben, je nachdem wie dies erforderlich ist, um einen Null-PSU-Wert zu geben, der gegenüber jeder gewählten Probe der Nullbasis-Standard ist. Die weiteren Proben haben dann Plus- oder Minuswerte, wie sie durch ihre relativen Einstufungen im Hinblick auf den Nullbasis-Standard bestimmt werden. Die Anzahl der durch geführten und gemit-

telten Feldteste erfolgt so, dass etwa 0,2 PSU einen signifikanten Unterschied in einer subjektiv wahrgenommenen Weichheit darstellt.

### Festigkeit von Tissuepapieren

#### Trockenzugfestigkeit

**[0170]** Dieses Verfahren ist für die Verwendung an fertigen Papierprodukten, Rollenproben und unkonvertierten Vorräten gedacht. Die Zugfestigkeit solcher Produkte kann an ein Inch breiten Streifen einer Probe unter Verwendung eines Thwing-Albert Intelect II Standard Zugtesters (Thwing-Albert Instrument Co aus Philadelphia, PA) bestimmt werden.

#### Probenkonditionierung und Präparierung

**[0171]** Vor einem Zugtest sollten die zu testenden Papierproben gemäß dem TAPPI-Verfahren #T4020M-88 konditioniert werden. Alle Plastik- und Papierkarton-Verpackungsmaterialien müssen sorgfältig von den Papierproben vor dem Test entfernt werden. Die Papierproben sollten für wenigstens zwei Stunden bei relativer Feuchtigkeit von 48 bis 52% und in einem Temperaturbereich von 22 bis 24°C konditioniert werden. Eine Probenpräparierung und alle Aspekte des Zugtests sollten auch in den Grenzen eines Raumes konstanter Temperatur und Feuchtigkeit stattfinden.

**[0172]** Für das fertige Produkt gilt, dass alle beschädigten Produkte weg geworfen werden. Als nächstes entferne 5 Streifen von vier nutzbaren Einheiten (auch Flächengebilde bezeichnet) und Staple einen über den anderen, um einen langen Stapel zu bilden, wobei die Perforationen zwischen den Flächengebilden zusammenfallen. Identifiziere das Flächengebilde 1 und 3 für Zugmessungen in Maschinenrichtung und die Flächengebilde 2 und 4 für Zugmessungen in Querrichtung. Als nächstes schneide die Perforationslinie hindurch unter Verwendung eines Papierschneiders (JDC-1-10 oder JDC-1-12 mit einem Sicherheitsschild, erhältlich von Thwing-Albert Instrument Co. aus Philadelphia, PA), um 4 separate Stapel herzustellen. Stelle sicher, dass die Stapel 1 und 3 nach wie vor für den Test in Maschinenrichtung identifiziert sind und die Stapel 2 und 4 für den Test in Querrichtung identifiziert sind.

**[0173]** Schneide zwei 1" breite Streifen in der Maschinenrichtung von den Stapeln 1 und 3. Schneide zwei 1" breite Streifen in Querrichtung von den Stapeln 2 und 4. Es gibt nun vier 1" breite Streifen für einen Zugtest in Maschinenrichtung und vier 1" breite Streifen für einen Zugtest in Querrichtung. Für diese fertigen Produktproben sind alle acht 1" breiten Streifen fünf nutzbare Einheiten (auch Flächengebilde bezeichnet) dick.

**[0174]** Für Proben eines unkonvertierten Stapels und/oder Spulenproben schneide eine 15" mal 15" Probe, welche acht Lagen dick ist, aus einer Region von Interesse der Probe, und zwar unter Verwendung eines Papierschneiders (JDC-1-10 oder JDC-1-12, mit einem Sicherheitsschild, erhältlich Thwing-Albert Instrument Co. aus Philadelphia, PA). Stelle sicher, dass ein 15" Schnitt parallel zur Maschinenrichtung verläuft, während der andere parallel zur Querrichtung verläuft. Stelle sicher, dass die Probe für wenigstens 2 Stunden bei einer relativen Feuchtigkeit von 48 bis 52% und in einen Temperaturbereich von 22 bis 24°C konditioniert wird. Die Probenpräparierung und alle Aspekte des Zugtests sollten innerhalb der Grenzen eines Raumes mit konstanter Temperatur und Feuchtigkeit stattfinden.

**[0175]** Von dieser vorkonditionierten 15" mal 15" Probe mit acht Lagen Dicke schneide vier Streifen 1" mal 7" mit der langen 7" Abmessung parallel zur Maschinenrichtung verlaufend. Notiere diese Probe als Spulen- oder unkonvertierte Vorratsproben in Maschinenrichtung. Schneide vier zusätzliche Streifen 1" mal 7" mit der langen 7" Abmessung parallel zur Querrichtung verlaufend. Notiere diese Proben als Spulen- oder unkonvertierte Vorratsproben in Querrichtung. Stelle sicher, dass alle früheren Schnitte unter Verwendung eines Papierschneiders gemacht wurden (JDC-1-10 oder JDC-1-12 mit einem Sicherheitsschild, erhältlich von Thwing-Albert Instrument Co. aus Philadelphia, PA). Es gibt nun insgesamt acht Proben: vier 1" mal 7" Proben, welche acht Lagen dick sind, wobei die 7" zur Abmessung parallel zur Maschinenrichtung verläuft, und vier 1" mal 7" Streifen, welche acht Lagen dick sind, wobei die 7" Abmessung parallel zur Querrichtung verläuft. (1" = 2,54 cm)

#### Betrieb des Zugesters

**[0176]** Für die tatsächliche Messung der Zugfestigkeit verwende einen Thwing-Albert Intelect II Standard Zugtester (Thwing-Albert Instrument Co. aus Philadelphia, PA). Führe die Klammern mit flachen Seiten in die Einheit und kalibriere den Tester gemäß den Anweisungen, die in dem Betriebshandbuch des Thwing-Albert



Intelect II gegeben sind. Stelle die Gerät-Querkopfgeschwindigkeit auf 4,00 in/min und die erste und die zweite Messlänge auf 5,08 cm (2,00 Inch) ein. Die Bruchempfindlichkeit sollte eingestellt werden auf 20,0 Gramm und die Probenbreite sollte eingestellt werden auf 1,00" und die Probendicke auf 0,025". (1" = 2,54 cm).

**[0177]** Eine Lastzelle wird derart ausgewählt; dass das vorhergesagte Zugergebnis für die zu testende Probe zwischen 25% und 75% des Benutzungsbereichs liegt. Zum Beispiel kann eine 5000 Gramm Lastzelle für Proben mit einer vorgedachten Zugfestigkeit von 1250 Gramm verwendet werden: (25% von 5000 Gramm) und 3750 Gramm (75% von 5000 Gramm). Der Zugtester kann auch bis in den 10% Bereich mit der 5000 Gramm Lastzelle eingestellt werden, derart, dass Proben mit vorgedachten Zügen von 125 Gramm bis 375 Gramm getestet werden könnten.

**[0178]** Nimm einen der Zugstreifen und lege ein Ende desselben in eine Klammer des Zugtesters. Lege das andere Ende des Papierstreifens in die andere Klammer. Stelle sich, dass die lange Abmessung des Streifens parallel zu den Seiten des Zugtesters verläuft. Stelle auch sicher, dass die Streifen nicht auf den Seiten der zwei Klammern überhängen. Zudem muss der Druck jeder der Klammern in vollem Kontakt mit der Papierprobe sein.

**[0179]** Nach dem Einführen des Papierteststreifens in die zwei Klammern kann die Gerätespannung überwacht werden. Falls sie einen Wert von 5 Gramm oder mehr zeigt, ist die Probe zu stramm. Umgekehrt ist, wenn eine Zeitspanne von 2-3 Sekunden nach dem Beginn des Tests verstreicht, bevor ein Wert aufgezeichnet wird, der Zugstreifen zu schlaff.

**[0180]** Starte den Zugtester, wie in dem Gerätehandbuch des Zugtesters beschrieben. Der Test ist abgeschlossen, nachdem der (Querkopf automatisch in eine anfängliche Startposition zurück gekehrt ist. Lese die Zuglast in Einheiten von Gramm von der Instrumentenscala oder der digitalen Feldanzeige auf die nächste Einheit genau ab und zeichne sie auf.

**[0181]** Falls der Reset-Zustand nicht automatisch durch das Gerät durchgeführt wird, führe die notwendige Einstellung aus, um die Geräteklammern in ihre anfänglichen Startpositionen zurück zu stellen. Führe den nächsten Papierstreifen in die zwei Klammern ein, wie oben beschrieben, und erhalte eine Zugablesung in Einheiten von Gramm. Erhalte Zugablesungen von allen Papierteststreifen. Es sollte angemerkt werden, dass Ablesungen zurück gewiesen werden sollten, falls der Streifen beim Durchführen des Tests in oder an dem. Rand der Klammern rutscht oder bricht.

#### Berechnungen

**[0182]** Für die vier 1" breiten Maschinenrichtungs-Fertigproduktstreifen summiere die vier einzeln aufgezeichneten Zugablesungen. Teile diese Summe durch die Anzahl der getesteten Streifen. Diese Zahl sollte normalerweise Vier betragen. Teile auch die Summe der aufgezeichneten Züge durch die Zahl der nutzbaren Einheiten pro Zugstreifen. Dies ist normalerweise Fünf für sowohl einlagige als auch zweilagige Produkte.

**[0183]** Wiederhole diese Berechnung für die Querrichtungs-Fertigproduktstreifen.

**[0184]** Für die unkonvertierten Vorratsproben oder Spulenproben schneide in der Maschinenrichtung, summiere die vier einzeln aufgezeichneten Zugablesungen. Teile die Summe durch die Zahl der getesteten Streifen. Diese Zahl sollte normalerweise Vier betragen. Teile auch die Summe der aufgezeichneten Züge durch die Anzahl nutzbarer Einheiten pro Zugstreifen. Dies ist normalerweise Acht.

**[0185]** Wiederhole diese Berechnung für die Querrichtungs-Papierstreifen der unkonvertierten oder Spulenprobe.

**[0186]** Alle Ergebnisse liegen in Einheiten von Gramm Inch vor.

**[0187]** Für die Zwecke dieser Beschreibung sollte die Zugfestigkeit in eine "spezifische gesamte Zugfestigkeit" konvertiert werden, wie sie als die Summe der Zugfestigkeit, gemessen in der Maschinen- und Querrichtung definiert werden, geteilt durch die Flächenmasse und korrigiert in ihren Einheiten auf einen Wert in Meter.

## Viskosität

## Überblick

**[0188]** Die Viskosität wird gemessen bei einer Scherrate von  $100 \text{ (s}^{-1}\text{)}$  unter Verwendung eines Dreh-Viskosimeters. Die Proben werden einer linearen Stressabstastung ausgesetzt, welche einen Bereich von Spannungen beaufschlagt, jeweils mit einer konstanten Amplitude.

## Vorrichtung

Viskosimeter	dynamisches Stress-Rheometer Modell SR500, welches erhältlich ist von Rheometrics Scientific, Inc. aus Piscatawy, NJ.
Probenplatten	25 mm parallele isolierte Platten werden verwendet.

## Einstellung

Spalt	0,5 mm
Probentemperatur	$20^{\circ}\text{C}$
Probenvolumen	wenigstens $0,2455 \text{ cm}^3$
Anfängliche Scherspannung	$10 \text{ Dyne/cm}^2$
Endgültige Scherspannung	$1.000 \text{ Dyne/cm}^2$
Spannungszunahme	$25 \text{ Dyne/cm}^2$ beaufschlagt alle 20 Sekunden

## Verfahren

**[0189]** Lege die Probe auf die Probenplatte mit offenem Spalt. Schließe den Spalt und betätige das Rheometer gemäß den Anweisungen des Herstellers, um die Viskosität als Funktion der Scherspannung zwischen der anfänglichen Scherspannung und der endgültigen Scherspannung unter Verwendung der oben definierten Spannungszunahme zu messen.

## Ergebnisse und Berechnungen

**[0190]** Die resultierenden graphischen Darstellungen ergeben einen Plot einer logarithmische Scherrate ( $\text{s}^{-1}$ ) auf der X-Achse, einer logarithmischen Viskosität in Poise (P) auf der linken Y-Achse und einer Spannung ( $\text{Dyne/cm}^2$ ) auf der rechten Y-Achse. Die Viskositätswerte werden bei einer Scherrate von  $100 \text{ (s}^{-1}\text{)}$  abgelesen. Die Werte für die Viskosität werden von P in Centipoise (cP) durch Multiplizieren mit 100 konvertiert.

**[0191]** Die Offenbarungen aller Patente, Patenanmeldungen (und aller Patente, welche darin veröffentlicht sind sowie alle korrespondierenden, veröffentlichten ausländischen Patentanmeldungen) und Veröffentlichungen, die in dieser Beschreibung erwähnt sind, sind hier durch Bezugnahme mit aufgenommen. Es wird damit jedoch ausdrücklich nicht eingestanden, dass eines der hier durch Bezugnahme mit aufgenommenen Dokumente die vorliegende Erfindung lehrt oder offenbart.

**[0192]** Obwohl spezielle Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung dargestellt und beschrieben wurden, ist für die Fachleute des Standes der Technik offensichtlich, dass weitere verschiedene Änderungen und Modifikationen durchgeführt werden können, ohne den Erfindungsgedanken. und den Schutzbereich der Erfindung zu verlassen. Es ist deshalb beabsichtigt, in den angehängten Ansprüchen alle solche Änderungen und Modifikationen, die in den Schutzbereich dieser Erfindung fallen, abzudecken.

## Patentansprüche

1. Weiches Tissue-Papierprodukt, wobei das weiche Tissue-Papierprodukt umfasst:  
eine oder mehrere Lagen eines Tissue-Papiers; und  
eine chemische Weichmacher-Zusammensetzung, die auf mindestens einer Außenfläche des Tissues abgelagert ist, wobei die chemische Weichmacher-Zusammensetzung umfasst:  
einen Weichmacher-Wirkstoff, wobei der Weichmacher-Wirkstoff eine quaternäre Ammonium-Verbindung umfasst, die die Formel aufweist:



wobei

Y ist -O-(O)C- oder -C(O)-O- oder -NH-C(O)- oder -C(O)-NH-, vorzugsweise -O-(O)C- oder -C(O)-O-;

m 1 bis 3, vorzugsweise 2 ist;

n 0 bis 4, vorzugsweise 2 ist;

jedes  $R_1$  ist eine  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl- oder Alkenyl-Gruppe, Hydroxyalkyl-Gruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbyl-Gruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzyl-Gruppe oder Gemische davon, vorzugsweise Methyl;

jedes  $R_3$  ist eine  $C_{13}$ - $C_{21}$ -Alkyl- oder Alkenyl-Gruppe, Hydroxyalkyl-Gruppe, Hydrocarbyl- oder substituierte Hydrocarbyl-Gruppe, alkoxylierte Gruppe, Benzyl-Gruppe oder Gemische davon, vorzugsweise  $C_{15}$ - $C_{17}$ -Alkyl oder Alkenyl; und

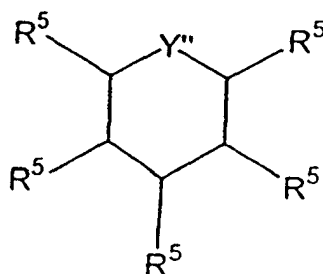
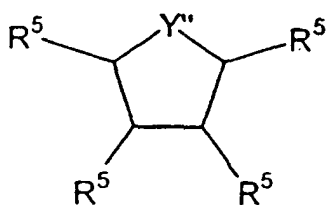
$X^-$  ein beliebiges Weichmacher-kompatibles Anion, vorzugsweise Chlorid oder Methylsulfat ist, und einen Elektrolyt; und

**dadurch gekennzeichnet**, dass die chemische Weichmacher-Zusammensetzung ferner einen Molekular-Doppelschicht-Zerstörer aufweist, der gewählt ist aus der Gruppe bestehend aus:

(i) nichtionischen Tensiden, die stammen aus gesättigten und/oder ungesättigten Primär- und/oder Sekundär-Amin, Amid, Aminoxyd-Fettalkohol, Fettsäure, Alkylphenol und/oder Alkylaryl-Carbonsäure-Verbindungen mit ungefähr 6 bis ungefähr 22 Kohlenstoffatomen in einer hydrophoben Kette, wobei mindestens ein aktiver Wasserstoff der Verbindungen ethoxyliert ist mit  $\leq 50$  Ethylenoxid-Komponenten, um einen HLB von ungefähr 6 bis ungefähr 20 zu bilden;

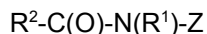
(ii) nichtionischen Tensiden mit Block-Kopfgruppen, die gewählt sind aus:

a. Tensiden mit den Formeln:



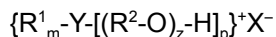
wobei  $Y'' = N$  oder  $O$ ; und wobei jedes  $R^5$  unabhängig aus den folgenden gewählt ist: -H, -OH,  $-(CH_2)_xCH_3$ ,  $-O(OR^2)_z-H$ ,  $-OR^1$ ,  $-OC(O)R^1$  und  $-CH(CH_2-(OR^2)_z-H)-CH_2-(OR^2)_z-C(O)R^1$ , wobei x und  $R^1$  wie oben definiert und  $5 \leq z$ ,  $z'$  und  $z'' < 20$  sind, und

b. Polyhydroxy-Fettsäure-Amid-Tensiden der Formel:



wobei: jedes  $R^1$  ist H,  $C_1$ - $C_4$ -Hydrocarbyl,  $C_1$ - $C_4$ -Alkoxyalkyl oder Hydroxyalkyl;  $R^2$  eine  $C_5$ - $C_{21}$ -Hydrocarbyl-Komponente ist; und jedes Z ist eine Polyhydroxy-Hydrocarbyl-Komponente mit einer linearen Hydrocarbyl-Kette mit mindestens drei Hydroxylen, die direkt mit der Kette verbunden sind, oder ein ethoxyliertes Derivat davon; und

(iii) kationischen Tensiden mit der Formel:



wobei  $R^1$  aus der Gruppe bestehend aus gesättigten oder ungesättigten, primären, sekundären oder Ketten-verzweigten Alkyl- oder Alkylaryl-Kohlenwasserstoffen gewählt ist, wobei die Kohlenwasserstoff-Kette zwischen ungefähr 6 und ungefähr 22 Kohlenstoffatome aufweist; wobei jedes  $R^2$  aus den folgenden Gruppen oder Kombinationen der folgenden Gruppen gewählt ist:

$-(CH_2)_n$ - und/oder  $-[CH(CH_3)CH_2]$ -; wobei Y aus den folgenden Gruppen gewählt ist:  $= N^+(A)_q$ ,  $-(CH_2)_n-N^+(A)_q$ ,  $-B-(CH_2)_n-N^+(A)_2$ ,  $-(Phenyl)-N^+(A)_q$ ,  $-(B-Phenyl)-N^+(A)_q$ ; wobei n zwischen ungefähr 1 und ungefähr 4 liegt, wobei jedes A unabhängig aus den folgenden Gruppen gewählt ist: H;  $C_{1-5}$ -Alkyl;  $R^1$ ;  $-(R^2O)_z-H$ ;  $-(CH_2)_xCH_3$ ; Phenyl und substituiertes Aryl; wobei  $0 \leq x \leq$  ungefähr 3; und wobei jedes B aus den folgenden Gruppen gewählt ist:

-O-; -NA-;  $-NA_2$ ;  $-C(O)O$ -; und  $-C(O)N(A)$ -; wobei  $R^2$  wie oben definiert ist; q = 1 oder 2; die Gesamtmenge z pro Molekül zwischen ungefähr 3 und ungefähr 50 liegt; und wobei  $X^-$  ein Anion ist, welches mit Stoff-Weichmacher-Wirkkomponenten und Zusatz-Ingredienzien kompatibel ist.

2. Tissue-Papier nach Anspruch 1, wobei die chemische Weichmacher-Zusammensetzung ferner einen Plastifikator umfasst.

3. Tissue-Papier nach Anspruch 2, wobei der Plastifikator gewählt ist aus einer Gruppe bestehend aus Polyethylenglycol, Polypropylenglycol und deren Gemischen.
4. Tissue-Papier nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei der Elektrolyt ein Salz umfasst, das gewählt ist aus der Gruppe bestehend aus den Chloridsalzen von Natrium, Kalzium und Magnesium.
5. Tissue-Papier nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei der Molekular-Doppelschicht-Zerstörer ein nichtionisches Tensid mit einer hydrophoben Komponente ist, die gewählt ist aus der Gruppe bestehend aus: Fettalkoholen mit zwischen ungefähr 8 und ungefähr 18 Kohlenstoffatomen und Alkylphenolen mit zwischen ungefähr 8 und ungefähr 18 Kohlenstoffatomen, wobei die hydrophobe Komponente ethoxyliert ist zwischen ungefähr 3 und ungefähr 15 Ethylenoxid-Komponenten.
6. Tissue-Papier nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei der Molekular-Doppelschicht-Zerstörer mit einem Gehalt von zwischen ungefähr 1% und ungefähr 15% des Gehaltes des Weichmacher-Wirkstoffes verwendet wird.
7. Tissue-Papierprodukt nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei das Tissue-Papier mindestens zwei Lagen von Tissue umfasst, und wobei mindestens eine der Lagen eine Innenfläche und eine Außenfläche aufweist, wobei die Außenfläche umfasst: einen ersten Bereich und einen zweiten Bereich, wobei der erste Bereich gegenüber dem zweiten Bereich erhöht ist, wobei die chemische Weichmacher-Zusammensetzung mit einem Gehalt von zwischen ungefähr 0,1 und ungefähr 8 Gew.-% des Tissues auf mindestens einem Abschnitt des ersten Bereiches vorgesehen ist.
8. Tissue-Papier nach einem der vorherigen Ansprüche, wobei die chemische Weichmacher-Zusammensetzung als gleichmäßige, einzelne Oberflächenablagerungen abgelagert ist, die mit einer Häufigkeit zwischen ungefähr 5 Gebieten pro laufenden Inch und ungefähr 100 Gebieten pro laufenden Inch beabstandet sind.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

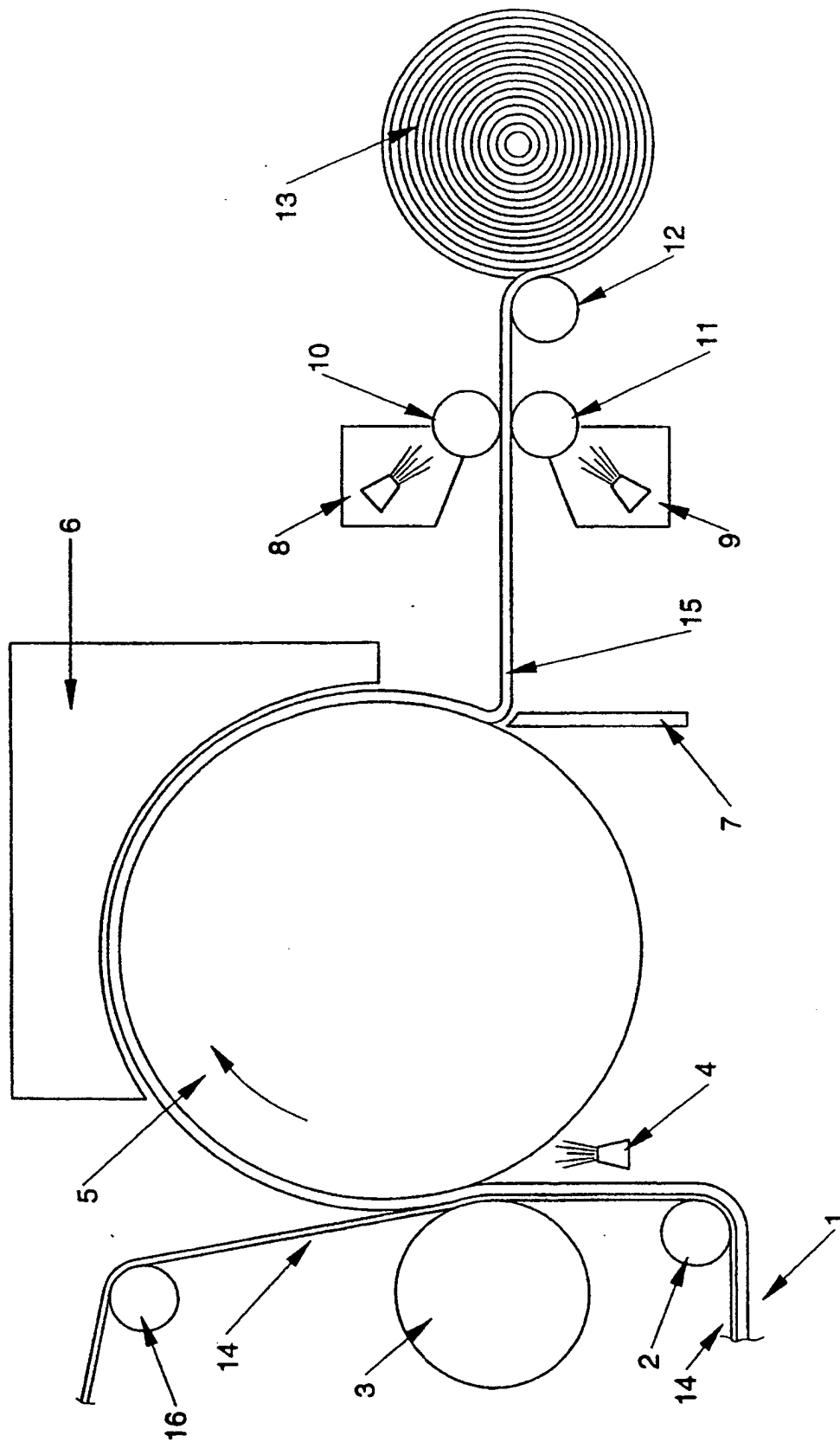


Fig. 1