



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

(51) Int. Cl.³: D 21 H

3/02

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978



(12) **PATENTSCHRIFT** A5

(11)

632 546

(21) Gesuchsnummer: 10455/77

(73) Inhaber:
CIBA-GEIGY AG, Basel

(22) Anmeldungsdatum: 26.08.1977

(24) Patent erteilt: 15.10.1982

(45) Patentschrift
veröffentlicht: 15.10.1982

(72) Erfinder:
Hugo Tlach, Basel
Klaus-Dieter Leifels, Binningen
Werner Mischler, Burg

(54) Verfahren zur Herstellung von geleimtem Papier oder Karton unter Verwendung von Polyelektrolyten und Salzen von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten.

(57) In einem Verfahren zur Herstellung von in der Masse mit Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten geleimtem Papier oder Karton gibt man zu der Faserstoffsuspension, welche einen pH-Wert von 5 bis 8 aufweist,

(A) mindestens einen wasserlöslichen höhermolekularen Polyelektrolyten, welcher, sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 6,8 bis 8 beträgt, kationisch und sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 5 bis weniger als 7 beträgt, anionisch ist, und hierauf

(B) mindestens ein in Wasser lösliches oder dispergierbares Salz eines Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes,

worauf die Faserstoffsuspension zu Papier oder Karton weiterverarbeitet wird.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von in der Masse mit Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten geleimtem Papier oder Karton, dadurch gekennzeichnet, dass man der Faserstoffsuspension, welche einen pH-Wert von 5 bis 8 aufweist,

(A) mindestens einen wasserlöslichen, höhermolekularen Polyelektrolyten, welcher, sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 6,8 bis 8 beträgt, kationisch und sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 5 bis weniger als 7 beträgt, anionisch ist, und hierauf

(B) mindestens ein in Wasser lösliches oder dispergierbares Salz eines Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes zugibt und die Faserstoffsuspension zu Papier oder Karton weiterverarbeitet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Komponente (A) ein Epichlorhydrinaddukt eines Umsetzungsproduktes aus einem Polyalkylenpolyamin und einer aliphatischen Dicarbonsäure; oder ein Epichlorhydrinaddukt eines Umsetzungsproduktes aus einem Polyalkylenpolyamin und Dicyandiamid oder Cyanamid und gegebenenfalls einer aliphatischen, unveresterten oder mit Alkohol veresterten Dicarbonsäure; oder eine kationisch modifizierte Alginsäure; bei einem pH-Wert der Faserstoffsuspension von 6,8 bis 8 zugibt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Komponente (A) ein dimeres Kondensationsprodukt aus Naphthalinsulfonsäuren und Formaldehyd; ein Copolymerisat aus Acrylsäure und Acrylamid; oder ein Alkali- oder Ammoniumsalz der Alginsäure; bei einem pH-Wert der Faserstoffsuspension von 5 bis weniger als 7 zugibt.

4. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass man die Faserstoffsuspension mit Calciumcarbonat auf schwach alkalische pH-Werte von höchstens 8 stellt.

5. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass man die Faserstoffsuspension mit Aluminiumsulfat auf einen pH-Wert von 5 bis weniger als 7 einstellt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Komponente (B) ein Salz eines Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes aus

a) 1,0 Epoxydgruppenäquivalenten eines Polyglycidyläthers des 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan,

b) 0,4 bis 0,6 Aminogruppenäquivalenten mindestens eines Monofettamins mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen und

c) 0,3 bis 0,5 Aminogruppenäquivalenten eines Polyalkylenpolyaminoamids aus

c') polymerisierter Linol- und/oder Linolensäure und

c'') Diäthylentriamin, Triäthylentetramin oder Tetraäthylpentamin

zugibt, wobei dieses Salz des Umsetzungsproduktes als wässrige Zubereitung vorliegt, die einen Trockengehalt von 25 bis 35 Gewichtsprozent und einen pH-Wert von 4 bis 5 aufweist.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man 0,01 bis 1 Gewichtsprozent, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension, der Komponente (A) und 0,05 bis 3 Gewichtsprozent, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension, der Komponente (B) zugibt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man die Komponente (A) 8 bis 210 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine und die Komponente (B) 3 bis 30 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine, jedoch mindestens 5 Sekunden nach der Zugabe der Komponente (A) zugibt.

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Faserstoffsuspension einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 20 bis 60° aufweist und Sulfatstoff,

Sulfatzellstoff und gegebenenfalls Holzschliff enthält.

10. Nach dem Verfahren gemäß Anspruch 1 geleimtes Papier oder geleimter Karton.

5

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung von in der Masse mit Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten geleimtem Papier oder Karton, das dadurch gekennzeichnet ist, dass man der Faserstoffsuspension, welche einen pH-Wert von 5 bis 8 aufweist,

(A) mindestens einen wasserlöslichen, höhermolekularen Polyelektrolyten, welcher, sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 6,8 bis 8, vorzugsweise 7 bis 8 beträgt, kationisch und sofern der pH-Wert der Faserstoffsuspension 5 bis weniger als 7 beträgt, anionisch ist, und hierauf

(B) mindestens ein in Wasser lösliches oder dispergierbares Salz eines Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes zugibt und die Faserstoffsuspension zu Papier oder Karton weiterverarbeitet.

Es ist bekannt, Polyelektrolyte, z. B. Alginate oder Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukte bei der Papierherstellung in die Faserstoffsuspension zu geben. Es wurde nun gefunden, dass bei der Zugabe von Polyelektrolyten in die Faserstoffsuspension ein Zusatz von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten, welcher nach der Polyelektrolytzugabe erfolgt, eine überraschende synergistische Steigerung der Leimungseffekte des Polyelektrolyten und des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes bei der Papierherstellung bewirkt.

Beim erfindungsgemässen Verfahren wird ein pH-Wert der Faserstoffsuspension von 6,8 bis weniger als 7 besonders bevorzugt, da in diesem pH-Bereich sowohl kationische als auch anionische Polyelektrolyten als Komponente (A) eingesetzt werden können.

In der Regel werden jedoch als Komponente (A) kationische Polyelektrolyten bei pH-Werten der Faserstoffsuspension von 7 bis 8 und anionische Polyelektrolyte bei pH-Werten der Faserstoffsuspension von 5 bis weniger als 7 eingesetzt.

Die im erfindungsgemässen Verfahren als Komponente (A) eingesetzten Polyelektrolyte sind sowohl natürlicher als auch synthetischer Herkunft. Bei den Polyelektrolyten natürlicher Herkunft handelt es sich z. B. um Ester oder Salze der Alginsäure, die Molekulargewichte von vorzugsweise 100 000 bis 240 000 aufweisen. Hierbei nehmen die Salze der Alginsäure eine besonders wichtige Bedeutung ein. Dies ist auch der Fall für Stärken natürlicher Herkunft, z. B. Mais- oder Kartoffelstärke, die kationisch modifiziert sind, oder für kationisch modifizierte Kohlenhydrate aus Johannisbrot-Kernmehl oder vorzugsweise Guarkernmehl mit Molekulargewichten von 250 000 bis 350 000. Bei den Polyelektrolyten synthetischer Herkunft handelt es sich z. B. um Polykondensationsprodukte aus Naphthalinsulfonsäure und Formaldehyd, um Polymerisationsprodukte der Acrylsäurereihe oder vorzugsweise um Epichlorhydrinaddukte von Umsetzungsprodukten aus Polyalkylenpolyaminen und polyfunktionellen Verbindungen. Auch Kondensationsprodukte aus Cyanamiden, Formaldehyd und Ammoniumsalzen sind bevorzugte Polyelektrolyte synthetischer Herkunft.

Als Beispiele bevorzugter kationischer Polyelektrolyte, die als Komponente (A) in Faserstoffsuspensionen, deren pH-Wert 6,8 bis 8,0 bzw. 7 bis 8 beträgt, gegeben werden, seien folgende Polymerisate genannt:

- Epichlorhydrin-Addukte von Umsetzungsprodukten aus Polyalkylenpolyaminen und aliphatischen Dicarbonsäuren wie sie u.a. in der britischen Patentschrift 865 727 beschrieben sind,

- Epichlorhydrin-Addukte von Umsetzungsprodukten aus Polyalkylenpolyaminen, Dicyandiamid oder Cyanamid und gegebenenfalls aus unveresterten oder mit einem Alkanol oder Alkanolgemisch veresterten Dicarbonsäuren, vorzugsweise Epichlorhydrin-Addukte von Umsetzungsprodukten aus Diäthylentriamin, Dicyandiamid und Dimethyladipat wie sie u.a. in der britischen Patentschrift 1 125 486 beschrieben sind,

- Kondensationsprodukte aus Cyanamiden, Formaldehyd und Amoniumsalsen, vorzugsweise aus Cyanamid oder vor allem Dicyandiamid, Formaldehyd und einem Ammoniumhalogenid, z. B. das Ammoniumchlorid, insbesondere das Kondensationsprodukt aus 1 Mol Dicyandiamid, 2,3 Mol Formaldehyd und 1,3 Mol Ammoniumchlorid,

- kationische Polykondensationsprodukte der Acrylsäurereihe vor allem ein kationisches Polyacrylamid, dessen Dichte ca. 1000 kg/m³, dynamische Viskosität bei 20 °C 5000 bis 7000 mPa·s (Brookfield, Spindel 4, 20 UpM) und pH-Wert 4 beträgt,

- kationisch modifizierte Alginsäure wie z. B. quaternäre Ammoniumsalze oder Säuresalze einer aminmodifizierten Alginsäure, wobei diese kationisch modifizierte Alginsäure einen Polymerisationsgrad von vorzugsweise 800 bis 1200 aufweist,

- kationisch modifiziertes Galaktomannan aus Guarkernmehl, das ein Substitutionsgrad von 0,10 bis 0,15 und einen Stickstoffgehalt von 1,2 bis 1,8 Gewichtsprozent aufweist, das insbesondere mit 2,3-epoxy-n-propyl-1-trimethylammoniumchlorid modifiziert ist.

- Kationisch modifizierte Mais- oder Kartoffelstärke, die mit einem quaternäre Ammoniumgruppen enthaltenden Propylenoxyd modifiziert ist und dessen pH-Wert der 25%igen Anschlammung in destilliertem Wasser bei 20 °C 4,2 bis 4,6 beträgt.

Als Beispiele bevorzugter, anionischer Polyelektrolyte, die als Komponente (A) den schwach sauren Faserstoffsuspensionen, deren pH-Wert 5 bis 7, bzw. 5 bis weniger als 7, insbesondere 5 bis 6 beträgt, zugegeben werden, seien folgende Polymerisate genannt:

- dimerisierte Kondensationsprodukte aus Naphthalinsulfonsäuren und Formaldehyd,

- Copolymerisate aus Acrylsäure und Acrylamid,

- Alkali- oder Ammoniumsalze der Alginsäure, wobei Natriumalginaten mit einem Polymerisationsgrad von vorzugsweise 800 bis 1200 eine besonders wichtige Bedeutung zukommt.

In der Regel werden im erfindungsgemässen Verfahren der Faserstoffsuspension 0,01 bis 1, vorzugsweise 0,02 bis 0,8 insbesondere 0,05 bis 0,4 Gewichtsprozent der vorstehend erwähnten Polyelektrolyte als Komponente (A), berechnet als wasserfreies Polymerisat, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension, zugegeben.

Als bevorzugte Komponente (B) werden Salze von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten aus

a) 1,0 Epoxydgruppenäquivalenten eines Polyglycidyläthers des 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan,

b) 0,4 bis 0,6 Aminogruppenäquivalenten mindestens eines Monofettamins mit 16 bis 18 Kohlenstoffatomen und

c) 0,3 bis 0,5 Aminogruppenäquivalenten eines Polyalkylenpolyaminoamids aus,

c') polymerisierter Linol- und/oder Linolensäure und

c'') Diäthylentriamin, Triäthylentetramin oder Tetraäthylpentamin

eingesetzt, wobei diese Salze der Umsetzungsprodukte als wässrige Zubereitungen vorliegen, die einen Trockengehalt von 25 bis 35 Gewichtsprozent und einen pH-Wert von 4 bis 5 aufweisen. Vor allem werden als Komponente (B) Salze von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten eingesetzt, die mindestens in einem gegenüber den Komponenten a), b)

und c) chemisch inerten Lösungsmittel hergestellt werden. Als inerte Lösungsmittel kommen u.a. mit Wasser in jedem Verhältnis lösliche, aliphatische Äther oder insbesondere Alkohole mit 1 bis 10 Kohlenstoffatomen wie Dioxan,

5 Äthylenglykol-n-butyläther (= n-Butylglykol), Diäthylenglykolmonobutyläther und Alkanole mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Isopropanol, Äthanol oder Methanol, in Betracht.

Die Salze der Komponente (B) werden bevorzugt als wässrige Zubereitungen eingesetzt, deren pH-Wert 4 bis 5, insbesondere 4 bis 4,5 beträgt und die mit anorganischen oder vor allem organischen, vorzugsweise flüchtigen Säuren auf diesen pH-Wert eingestellt werden. Hierbei handelt es sich vor allem um Alkansäuren mit 1 bis 4, vorzugsweise 1 bis 3 und insbesondere 1 oder 2 Kohlenstoffatomen, d. h. um Ameisensäure und insbesondere Essigsäure.

Die im erfindungsgemässen Verfahren als Komponente (B) in Salzform eingesetzten Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukt werden vorzugsweise aus einem Polyglycidyläther als Komponente a), der einen bevorzugten Epoxydgehalt von 5 bis 5,5 Äquivalenten pro kg aufweist, aus einem Monofettamin als Komponente b), einem Polyalkylenpolyaminoamid als Komponente c), die beide jeweils bevorzugte Aminogruppengehalte von 3 bis 4 Äquivalenten pro kg aufweisen, hergestellt. Speziell geeignete Komponenten (B) sind Salze von Umsetzungsprodukten, die aus einem Addukt von Epichlorhydrin und 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan als Komponente a), aus Talgfettamin als Komponente b) und einem Polyaminoamid aus dimerisierter Linolsäure als Komponente c') und aus Triäthylentetramin als Komponente c'') hergestellt werden.

Die im erfindungsgemässen Verfahren als Komponente (B) eingesetzten Salze von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten sind u.a. in der deutschen Offenlegungsschrift 2 755 197 oder in der britischen Patentschrift 1 300 505 beschrieben.

35 In der Regel werden im erfindungsgemässen Verfahren der Faserstoffsuspension 0,05 bis 3, vorzugsweise 0,1 bis 3, insbesondere 0,2 bis 0,8 Gewichtsprozent der Komponente (B), berechnet als wasserfreies Salz des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension, zugegeben.

Im erfindungsgemässen Verfahren werden zuerst die Komponente (A) und dann die Komponente (B) in die Faserstoffsuspension gegeben, wobei die Zugabe der Komponente (A) in der Regel 8 bis 210, vorzugsweise 8 bis 80, insbesondere 10 bis 55 Sekunden und die Zugabe der Komponente (B) in der Regel 3 bis 50 oder 3 bis 30, vorzugsweise 5 bis 45, insbesondere 10 bis 25 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine, jedoch mindestens 5, vorzugsweise 10 bis 120 und insbesondere 10 bis 40 oder 10 bis 30 Sekunden nach der Zugabe der Komponente 50 (A) erfolgt.

Die Faserstoffsuspension, in welche die Komponenten (A) und (B) gegeben werden, weist in der Regel einen Trockenfasergehalt von 0,1 bis 5, vor allem 0,3 bis 3, vorzugsweise 3 bis 1,5 oder 0,6 bis 1,5, insbesondere 0,3 bis 1 Gewichtsprozent und einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 20 bis 60°, vorzugsweise 20 bis 45°, insbesondere 25 bis 35° auf und enthält in der Regel Sulfitzellstoff, insbesondere Nadelholzsulfitzellstoff, Sulfatzellstoff, insbesondere Buchensulfatzellstoff und gegebenenfalls Holzschliff.

60 Die Faserstoffsuspension kann zudem organische oder mineralische Füllstoffe enthalten. Als organische Füllstoffe kommen u.a. synthetische Pigmente, z. B. Polykondensationsprodukte aus Harnstoff oder Melamin und Formaldehyd mit grossen spezifischen Oberflächen, die in hochdisperser Form vorliegen und u.a. in den britischen Patentschriften 1 042 937 und 1 318 244 beschrieben sind, und als mineralische Füllstoffe kommen u.a. Talkum, Titandioxyd und vor allem Kaolin und/oder Calciumcarbonat in Betracht. In der Regel enthält die

Faserstoffsuspension 0 bis 40, vorzugsweise 5 bis 25 oder 5 bis 15, insbesondere 15 bis 20 Gewichtsprozent, bezogen auf den Trockenfasergehalt, an Füllstoffen der angegebenen Art.

Bei Zusatz von z. B. Calciumcarbonat werden schwach alkalische Faserstoffsuspensionen mit einem pH-Wert von höchstens 8, d. h. über 7 bis 8 erhalten. Schwach saure Faserstoffsuspensionen mit dem pH-Wert von 5 bis weniger als 7, bzw. 5 bis 7, insbesondere 5 bis 6, können durch Zugabe von z. B. Kaolin oder durch eine weitere Zugabe von Säuren, z. B. Schwefel- oder Ameisensäure oder vor allem von z. B. latent sauren Sulfaten wie Aluminiumsulfat erhalten werden.

Die Faserstoffsuspension kann auch Additive enthalten, wie z. B. Stärke oder ihre Abbauprodukte, welche die Faser/ Faser/ oder Faser/Füllstoff-Bindung erhöhen.

Die Faserstoffsuspension wird im erfindungsgemässen Verfahren auf an sich bekannte Weise auf Blattbildnern oder vorzugsweise kontinuierlich auf Papiermaschinen üblicher Bauart zu Papier oder Karton weiterverarbeitet. Somit bildet nach dem erfindungsgemässen Verfahren hergestelltes Papier oder hergestellter Karton einen weiteren Gegenstand der vorliegenden Erfindung.

Die in den nachfolgenden Herstellungsvorschriften und Ausführungsbeispielen angegebenen Teile und Prozente sind Gewichtsteile und Gewichtsprozente.

Herstellungsvorschriften für Salze von Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsprodukten [Komponente (B)]

A. 190 Teile (1 Epoxydäquivalent) eines aus 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan und Epichlorhydrin gebildeten Epoxyds (Epoxydzahl: 5,26 Äquivalente/kg), 68 Teile Methanol und 108 Teile Stearylamin (0,4 Aminogruppenäquivalent) werden auf 68 °C Innentemperatur erwärmt und während 15 Minuten bei dieser Temperatur gehalten. Dieser Lösung wird innerhalb von 30 Minuten eine Lösung von 125 Teilen (0,5 Aminogruppenäquivalent) eines Polyaminoamides aus dimerisierter Linolsäure und Diäthylentriamin in 125 Teilen Methanol zugegeben. Nach fünfstündiger Umsetzung bei 65 °C wird dem Reaktionsgemisch eine Lösung von 75 Teilen Essigsäure in 250 Teilen Wasser zugegeben.

Man erhält eine klare Lösung, die mit Wasser auf einen Trockengehalt von 30% verdünnt wird.

Der pH-Wert der verdünnten Lösung beträgt 4,5.

B. 135 Teile (0,5 Aminogruppenäquivalent) Talgfettamin (30% C₁₆H₃₃NH₂, 30% C₁₈H₃₇NH₂, 40% C₁₈H₃₅NH₂, Aminzahl: 3,7 Äquivalente/kg) und 38 Teile Isopropanol werden auf 85 °C erwärmt. Dieser Lösung wird hierauf bei 85 °C eine Lösung von 190 Teilen (1 Epoxygruppenäquivalent) eines aus 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan und Epichlorhydrin gebildeten Epoxyds (Epoxydzahl: 5,26 Äquivalente/kg) in 38 Teilen Isopropanol zugegeben. Das Reaktionsgemisch wird während 15 Minuten bei 85 °C gehalten.

Man erhält eine klare 81%ige Lösung, deren Amin-Epoxyd-Umsetzungsprodukt ein Epoxydgruppenäquivalentgewicht von 3120 aufweist.

Dieser Reaktionslösung gibt man eine Lösung von 108 Teilen (0,432 Aminogruppenäquivalente) eines Polyaminoamides aus dimerisierter Linolsäure und Triäthylentetramin in 38 Teilen Isopropanol zu. Nach zweistündiger Umsetzung bei 85 °C wird dem Reaktionsgemisch eine Lösung von 72 Teilen Essigsäure in 227 Teilen Wasser zugegeben.

Man erhält eine klare Lösung, die mit Wasser auf einen Trockengehalt von 30% verdünnt wird.

Der pH-Wert der verdünnten Lösung beträgt 4,0.

C. 135 Teile (0,5 Aminogruppenäquivalent) Stearylamin werden mit 40 Teilen Äthylenglykolmonobutyläther auf 80 °C erwärmt. Hierauf gibt man eine Lösung von 190 Teilen (1 Epoxygruppenäquivalent) eines aus 2,2-Bis-(4'-hydroxyphenyl)-propan und Epichlorhydrin gebildeten Epoxyds (Epoxydzahl:

5,26 Äquivalente/kg) in 40 Teilen Äthylenglykolmono-n-butyläther bei 80 °C hinzu. Während 15 Minuten hält man das Reaktionsgemisch bei 85 °C.

Dieser Reaktionslösung gibt man eine Lösung von 125 Teilen (0,5 Aminogruppenäquivalent) eines Polyaminoamides aus dimerisierter Linolsäure und Triäthylentetramin in 100 Teilen Äthylenglykolmonobutyläther zu. Nach zweistündiger Umsetzung bei 85 °C versetzt man das Reaktionsgemisch mit einer Lösung von 83 Teilen Essigsäure in 230 Teilen Wasser. Man erhält eine klare Lösung, die mit Wasser auf einen Trockengehalt von 30% verdünnt wird.

Der pH-Wert der verdünnten Lösung beträgt 4,6.

Beispiel 1

Eine Faserstoffsuspension aus 55% gebleichtem Sulfitzellstoff 20% gebleichtem Buchensulfatzellstoff und 25% gebleichtem Holzschliff, die einen Trockenfasergehalt von 3% und einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 35° aufweist, wird mit 15% Kaolin versetzt, wobei die Kaolinzugabe in Form einer 18%igen, wässrigen Anschlammung erfolgt. Nach der Kaolinzugabe weist die Faserstoffsuspension einen pH-Wert von 6,8 auf. Dieser Faserstoffsuspension wird 0,1% eines Kondensationsproduktes aus 6 Mol Diäthylentriamin, 1 Mol Dicyandiamid, 5 Mol Dimethyladipat und 9 Mol Epichlorhydrin als 0,12%ige, wässrige Lösung zugegeben. 10 Sekunden nach der Zugabe dieses Kondensationsproduktes werden noch 0,65% des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift A als 0,33%ige, wässrige Lösung in die Faserstoffsuspension gegeben. 10 Sekunden nach der Zugabe des Salzes wird die Faserstoffsuspension in einem Laborblattbildner zu Papier mit einem Flächengewicht von 80 g/m² verarbeitet.

Die angegebenen Prozente für Kaolin, das vorstehend erwähnte Kondensationsprodukt und das Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift A gelten für wasserfreie Produkte, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension.

Das im Laborblattbildner hergestellte Papier wird auf seine Tintenschwimmdauer (TSD) mit Prüftinte nach DIN 53126 gemäss nachfolgender Methode geprüft:

In eine Porzellanschale von 10×12 cm wird soviel Papier-Prüftinte Blau, gemäss DIN 53126, gegossen, bis ein Niveau von 0,5 cm erreicht ist. Das zu prüfende Papier wird zu Schiffchen mit aufgestelltem Rand (Grösse 4×4 cm) gefaltet. Mittels einer Pinzette werden die Schiffchen auf die Tintenfläche aufgesetzt. Gleichzeitig wird eine Stoppuhr ausgelöst und die Zeit gemessen, bis ein sichtbares Durchschlagen der Prüftinte erfolgt. Die Resultatangabe erfolgt in Sekunden.

Bei unbehandeltem Papier erfolgt das Durchschlagen der Prüftinte sofort. Je länger die Prüftinte braucht, um durch das geleimte Papier zu schlagen, desto besser ist die Leimung.

Das erfindungsgemäss hergestellte Papier mit Zugabe sowohl des vorstehend erwähnten Kondensationsproduktes als auch des Salzes des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift A in die Faserstoffsuspension weist eine TSD von 255 Sekunden auf. Wird hingegen das Papier aus einer Faserstoffsuspension hergestellt, die lediglich das Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift A enthält, so weist das Papier eine TSD von nur 100 Sekunden auf.

Beispiel 2

Man verfährt wie im Beispiel 1 angegeben, setzt jedoch eine Faserstoffsuspension ein, die aus 35% gebleichtem Sulfitzellstoff 10% gebleichtem Buchensulfatzellstoff und 35% gebleichtem Holzschliff

besteht. Diese Faserstoffsuspension wird wie im Beispiel 1 angegeben mit 15% Kaolin versetzt. Nach der Kaolinzugabe beträgt der pH-Wert der Faserstoffsuspension 6,8. Sie weist einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 35° und einen Trockenfasergehalt von 3% auf. 10 Sekunden nach der Zugabe von 0,1% des Kondensationsproduktes der im Beispiel 1 angegebenen Zusammensetzung werden 0,77% des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift C als 0,33%ige, wässrige Lösung in die Faserstoffsuspension gegeben. Die Faserstoffsuspension wird 10 Sekunden nach der Zugabe des Salzes wie in Beispiel 1 beschrieben zu Papier verarbeitet, das auf seine TSD geprüft wird.

Das erfindungsgemäss hergestellte Papier weist eine TSD von 255 Sekunden auf. Wird hingegen das Papier aus einer Faserstoffsuspension hergestellt, die lediglich das Salz gemäss Vorschrift C enthält, so weist das Papier eine TSD von nur 190 Sekunden auf.

Beispiel 3

Eine Faserstoffsuspension aus 80% gebleichtem Sulfitzellstoff und 20% gebleichtem Sulfatzellstoff, welche 1,4% oxydativ aufgeschlossene, gelöste Stärke enthält und deren pH-Wert vor dem Mahlen im Pulper mit Aluminiumsulfat auf 5,8 gestellt worden ist, wird auf Kegelaufschlägern von einem ursprünglichen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 16° auf 32° gemahlen, mit dem Siebwasser II der Papiermaschine auf einen Trockenfasergehalt von 0,9% verdünnt und kontinuierlich mit 16% Kaolin als 50%ige wässrige Suspension versetzt. Der pH-Wert der Faserstoffsuspension nach der Kaolinzugabe beträgt 5,9.

Dieser Faserstoffsuspension wird nun 0,05% Natriumalginat, das einen Polymerisationsgrad von 800 bis 1200 aufweist und als wässrige Lösung mit einer Konzentration von 9 g/l vorliegt, kontinuierlich über eine Kolbendosierpumpe zugegeben. 15 Sekunden nach der Zugabe des Natriumalginates werden ferner der Faserstoffsuspension 0,46% des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift B als 3,3%ige wässrige Lösung ebenfalls kontinuierlich über eine Kolbenpumpe zugegeben.

Die angegebenen Procente für Kaolin, das Natriumalginat und das Salz des Umsetzungsproduktes gelten für wasserfreie Produkte, bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspension.

10 Sekunden nach der Zugabe des Salzes des Umsetzungsproduktes erreicht die Faserstoffsuspension die Cleaner des Stoffauflaufes einer Langsiebpapiermaschine mit 3,2 m Arbeitsbreite und einer Siebgeschwindigkeit von 217 m/Minute, in welcher die Faserstoffsuspension zu einem Offsetpapier mit einem Flächengewicht von 100 g/m² verarbeitet wird.

Das erfindungsgemäss hergestellte Papier weist eine TSD von 780 Sekunden auf; zudem ist die Beschreibbarkeit des Papiers gegeben, indem 0,8 mm dicke Federstriche mit der

blauen Papierprüftinte gemäss DIN 53126, die mit einem Ziehgerät und einer Zweizungen-Ziehfeder auf das zu prüfende Papier aufgetragen wird, weder auslaufen noch durchschlagen.

Hingegen weist ein Papier, das in der gleichen Maschine und aus der gleichen Faserstoffsuspension, jedoch ohne Zugabe des Natriumalginates in die Faserstoffsuspension hergestellt wird, eine TSD von nur 210 Sekunden und eine ungenügende Beschreibbarkeit auf, bei welcher der Federstrich mit der Prüftinte leicht ausläuft.

Beispiel 4

Eine Faserstoffsuspension aus 50% gebleichtem Sulfitzellstoff und 50% gebleichtem Sulfatzellstoff,

welche einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 33° aufweist, wird in einer Mischbütte mit einer 15%igen, wässrigen Aluminiumsulfat auf den in der nachfolgenden Tabelle I angegebenen pH-Wert gestellt und mit 20% Kaolin als 30%ige wässrige Suspension versetzt. Die Prozentangabe für Kaolin gilt für wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension. Nach der Kaolinzugabe stellt sich in der Faserstoffsuspension pH-Wert ein, der ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle I angegeben ist.

Die Faserstoffsuspension wird mit Wasser kontinuierlich auf einen Trockenfasergehalt von 0,8% verdünnt. Nun werden der Faserstoffsuspension 50 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die in der nachfolgenden Tabelle I angegebenen Mengen (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) eines Natriumalginates, das einen Polymerisationsgrad von 800 bis 1200 aufweist, zugegeben. Das Natriumalginat wird vor seinem Einsatz mit Wasser von 90 °C in einem Gewichtsverhältnis von 1:2600 gelöst. Hierauf wird 25 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle I angegebene Menge (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift B als 3,3%ige, wässrige Lösung kontinuierlich zugegeben.

Die Faserstoffsuspension wird in einer Laborpapiermaschine bei konstanter Maschineneinstellung zu einem Papier mit einem Flächengehalt von 75 ± 2 g/m² verarbeitet. Hierbei wird das Papier in der Maschine so getrocknet, dass eine Restfeuchte des Papiers von 5% erhalten bleibt. Die erhaltenen Papierbogen werden während 24 Stunden bei 65% relativer Luftfeuchtigkeit konditioniert und wie im Beispiel 1 angegeben auf ihre TSD geprüft. Zudem werden die Wasseraufnahme nach Cobb bei 30 Sekunden Einwirkungsdauer (WaCobb₃₀) gemäss DIN 53132 gemessen. Je geringer die Wasseraufnahme, desto besser ist die Leimung des Papiers. Die Resultate der TSD- und WaCobb₃₀-Prüfungen sind ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle I zusammengestellt.

Tabelle I

Beispiel Nr.	pH-Wert der Faserstoffsuspension nach der Aluminiumsulfatzugabe	nach der Kaolinzugabe	% Natriumalginat	% Salz des Umsetzungsproduktes	TSD Sek.	WaCobb ₃₀ g/m ²
4a	5,0	5,8	0,105	0,41	170	42
4b	6,0	6,95	0,102	0,46	210	33
(Vergleich)	5,0	5,8	0	0,42	22	76
(Vergleich)	6,0	6,95	0	0,44	60	74

Beispiel 5

Eine Faserstoffsuspension aus 50% gebleichtem Sulfitzellstoff und 50% gebleichtem Sulfatzellstoff, welche einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 32° aufweist, wird in einer Mischbütte mit 20% gefälltem Calciumcarbonat als 30%ige wässrige Aufschlämmung versetzt. Nach der Calciumcarbonatzugabe stellt sich in der Faserstoffsuspension ein pH-Wert von 7,4 bis 7,5 ein.

Die Faserstoffsuspension wird mit Wasser kontinuierlich auf einen Trockenfasergehalt von 0,8% verdünnt.

Anschliessend verfährt man wie im Beispiel 4 angegeben, gibt jedoch der Faserstoffsuspension 50 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine eine kationisch aminmodifizierte Alginsäure mit einem Polymerisationsgrad von 800 bis 1200 anstelle des Natriumalginats zu. Hierbei wird wie im Beispiel 4 angegeben die modifizierte Alginsäure vor ihrem Einsatz in die Faserstoffsuspension auch mit Wasser von 90 °C in einem Gewichtsverhältnis von 1:2600 verdünnt. Die Zugabe des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift B erfolgt als 3,3%ige wässrige Lösung und 25 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine. Die Prozentangabe für die in der nachfolgenden Tabelle II angegebenen Mengen an kationisch modifizierter Alginsäure und an Salz gemäss Vorschrift B gelten ebenfalls für wasserfreie Produkte, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension.

Die Faserstoffsuspension wird wie im Beispiel 4 angegeben zu Papier verarbeitet. Das so hergestellte Papier wird ebenfalls wie im Beispiel 4 angegeben klimatisiert und auf seine TSD und WaCobb₃₀ geprüft, wobei die Ergebnisse dieser Prüfungen ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle II zusammengestellt sind.

Tabelle II

Beispiel Nr.	% kationisch modifizierte Alginsäure	Salz des Umsetzungsproduktes in %	TSD Sek.	WaCobb ₃₀ g/m ²
5a	0,2	0,45	325	38
5b	0,1	0,44	250	41
(Vergleich)	0	0,43	210	71

Beispiel 6

Der verdünnten Faserstoffsuspension gemäss Beispiel 5 werden 50 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die in der nachfolgenden Tabelle III angegebenen Mengen (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) eines mit 2,3-epoxy-n-propyl-l-trimethylammoniumchlorid kationisch modifizierten Galaktomannans aus Guarkernmehl, das einen Substitutionsgrad von 0,10 bis 0,15 und einen Stickstoffgehalt von 1,2 bis 1,8% aufweist, zugegeben. Das Galaktomannan wird vor seinem Einsatz mit Wasser von 90 °C in einem Gewichtsverhältnis von 1:2600 gelöst. Hierauf wird 25 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle III angegebene Menge (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift B als 3,3%ige, wässrige Lösung kontinuierlich zugegeben.

Die Faserstoffsuspension wird wie im Beispiel 4 angegeben zu Papier verarbeitet. Das so hergestellte Papier wird ebenfalls wie im Beispiel 4 angegeben klimatisiert und seine TSD und WaCobb₃₀ geprüft, wobei die Ergebnisse dieser Prüfungen ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle III zusammengestellt sind.

Tabelle III

Beispiel Nr.	% kationisch modifiziertes Galaktomannan aus Guarkernmehl	% Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift B	TSD Sek.	WaCobb ₃₀ g/m ²
5				
5a	0,2	0,45	320	38
5b	0,1	0,44	280	42
(Vergleich)	0	0,43	200	70

Beispiel 7

Eine Faserstoffsuspension aus 50% gebleichtem Nadelholzsulfitstoff und 50% gebleichtem Buchensulfatzellstoff, welche einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 38° aufweist, wird in einer Mischbütte mit 15% gefälltem Calciumcarbonat als 30%ige wässrige Aufschlämmung versetzt. Nach der Calciumcarbonatzugabe stellt sich in der Faserstoffsuspension ein pH-Wert von 7,2 bis 7,6 ein.

Die Faserstoffsuspension wird mit Wasser kontinuierlich auf einen Trockenfasergehalt von 0,3% verdünnt.

Nun werden der Faserstoffsuspension 15 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die in der nachfolgenden Tabelle IV angegebenen Mengen (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) einer mit einem quaternäre Ammoniumgruppen enthaltenden Propylenoxyd kationisch modifizierten Maisstärke (pH der 25%igen Anschlammung in destilliertem Wasser bei 20 °C: 4,2 bis 4,6) zudosiert. Die kationenaktive Maisstärke wird vor ihrem Einsatz mit Wasser von 90 bis 96 °C während 20 bis 30 Minuten aufgeschlossen und zu einer 1%igen Lösung mit Wasser von 90 °C verdünnt. Hierauf wird 5 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine die ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle IV angegebene Menge (als % wasserfreies Produkt, bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift B als 2%ige, wässrige Lösung kontinuierlich zugegeben.

Die Faserstoffsuspension wird dann wie in Beispiel 4 angegeben zu Papier verarbeitet, dessen Wasseraufnahme nach Cobb bei 30 Sekunden Einwirkungsdauer (WaCobb₃₀) gemäss DIN 53 132 gemessen wird. Die Resultate dieser Messung sind ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle IV zusammengestellt.

Tabelle IV

Beispiel Nr.	% kationisch modifizierte Maisstärke	% Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift B	WaCobb ₃₀ g/m ²
7a	0,16	0,48	33
7b	0,80	0,48	31
(Vergleich)	0	0,48	40

Beispiel 8

Man verfährt wie im Beispiel 7 angegeben, dosiert jedoch anstelle der kationisch modifizierten Maisstärke die in der nachfolgenden Tabelle V angegebenen Mengen (als % wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockenfasergehalt der Faserstoffsuspension) einer mit einem quaternäre Ammoniumgruppen enthaltenden Propylenoxyd kationisch modifizierten Kartoffelstärke zu. Die kationenaktive Kartoffelstärke wird vor ihrem Einsatz wie im Beispiel 7 angegeben aufgeschlossen und verdünnt.

Tabelle V

Beispiel Nr.	% kationisch modifizierte Kartoffelstärke	% Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift B	WaCobb ₃₀ g/m ²
8a	0,2	0,48	29
8b	0,4	0,48	26
(Vergleich)	0	0,48	40

Beispiel 9

In die Faserstoffsuspension gemäss Beispiel 7, die jedoch ein Schopper-Riegler-Mahlgrad von 25° und 45° (anstatt 38°) aufweist, werden an den in der nachfolgenden Tabelle VI angegebenen Zeitpunkten vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine 0,05% (als % wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspension) eines mit 2,3-epoxy-n-propyl-1-trimethylammoniumchlorid kationisch modifizierten Galaktomannans, das einen Substitutionsgrad von 0,10 bis 0,15 und einen Stickstoffgehalt von 1,2 bis 1,8% aufweist und als 1%ige, wässrige Lösung vorliegt als Komponente (A) und 0,92% (als % wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspension) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift B, die als 2%ige, wässrige Lösung vorliegt, als Komponente (B) kontinuierlich zudosiert.

Die Faserstoffsuspension wird dann wie in Beispiel 4 angegeben zu Papier verarbeitet, dessen WaCobb₃₀ gemessen wird. Die Messungsergebnisse sind ebenfalls in der nachfolgenden Tabelle VI zusammengestellt.

Tabelle VI

Beispiel Nr.	Schopper-Riegler-Mahlgrad °	Zeitpunkt der Zugabe an Komponente (A) vor dem Stoffauflauf Sek.	Zeitpunkt der Zugabe an Komponente (B) vor dem Stoffauflauf Sek.	WaCobb ₃₀ g/m ²
9a	25	45	10	27
(Vergleich)	25	-	10	31
9b	25	57	45	69
9c	25	80	45	58
(Vergleich)	25	-	45	70
9d	45	60	25	43
(Vergleich)	45	-	25	45
9e	45	57	45	67
9f	45	80	45	63
(Vergleich)	45	-	45	71

Beispiel 10

Eine Faserstoffsuspension aus 50% gebleichtem Nadelholzsulfatzellstoff und 50% gebleichtem Buchensulfatzellstoff wird auf einem Schopper-Riegler-Mahlgrad von 30° gemahlen. Dieser Faserstoffsuspension werden 5% gefälltes Calciumcarbonat und 15% Kaolin (als 18%ige, wässrige Anschlammung) zugesetzt. Die Faserstoffsuspension wird mit Wasser kontinuierlich auf einen Trockenfasergehalt von 0,32% verdünnt. Der pH-Wert der verdünnten Faserstoffsuspension beträgt 7,5.

Nun werden in die Faserstoffsuspension 20 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine 0,1 und 0,2% (als wasser-

freies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspension) eines Kondensationsproduktes aus 1 Mol Dicyandiamid, 2,3 Mol Formaldehyd und 1,3 Mol Ammoniumchlorid, das als 1%ige, wässrige Lösung vorliegt, und 10 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine 0,3% (als wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspension) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift A, die als 2%ige, wässrige Lösung vorliegt, kontinuierlich zudosiert.

Die Faserstoffsuspension wird in einer Laborpapiermaschine bei konstanter Geschwindigkeit zu einem Papier mit einem Flächengehalt von 105 g/m² verarbeitet. Das Papier wird anschliessend wie im Beispiel 4 angegeben konditioniert, wie im Beispiel 1 angegeben auf seine TSD und wie im Beispiel 4 angegeben auf seine WaCobb₃₀ geprüft, wobei die Resultate dieser Prüfungen in der nachfolgenden Tabelle VII zusammengestellt sind.

Tabelle VII

Beispiel Nr.	% Kondensationsprodukt aus Dicyandiamid, Formaldehyd und Ammoniumchlorid	% Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift (A)	WaCobb ₃₀ g/m ²	TSD Sek.
10a	0,1	0,3	43	900
10b	0,2	0,3	38	1050
(Vergleich)	0	0,3	61	600

Beispiel 11

Faserstoffsuspensionen aus 50% gebleichtem Nadelholzsulfatzellstoff und 50% gebleichtem Buchensulfatzellstoff werden auf einen Schopper-Riegler-Mahlgrad von 25° und 45° gemahlen und in einer Mischbütte mit 16% gefälltem Calciumcarbonat als 30%ige wässrige Aufschlämmung versetzt. Die Faserstoffsuspensionen werden jeweils mit Wasser auf einen Trockenfasergehalt von 0,4 verdünnt. Die verdünnten Faserstoffsuspensionen weisen einen pH-Wert von 7,8 auf.

12 und 35 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine werden nun in die Faserstoffsuspensionen 0,3% (wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspensionen) einer mit einem quaternären Ammoniumgruppen enthaltenden Propylenoxyd kationisch modifizierten Kartoffelstärke kontinuierlich zudosiert. Die kationenaktive Kartoffelstärke wird vor ihrem Einsatz mit Wasser von 90° bis 96°C während 20 bis 30 Minuten aufgeschlossen und zu einer 1%igen Lösung mit Wasser von 90 °C verdünnt. 10 Sekunden vor dem Stoffauflauf der Papiermaschine werden auch 0,42% (wasserfreies Produkt bezogen auf den Trockengehalt der Faserstoffsuspensionen) des Salzes des Epoxyd-Amin-Polyaminoamid-Umsetzungsproduktes gemäss Herstellungsvorschrift C als 2%ige, wässrige Lösung in die Faserstoffsuspensionen kontinuierlich zudosiert.

Die Faserstoffsuspension wird in einer Laborpapiermaschine bei konstanter Maschinenleistung zu einem Papier mit einem Flächengehalt von 85 g/m² verarbeitet. Das Papier wird wie im Beispiel 4 angegeben konditioniert und auf seine WaCobb₃₀ untersucht, wobei die Resultate in der nachfolgenden Tabelle VIII zusammengestellt sind.

Tabelle VIII

Beispiel Nr.	Schopper-kationisch modifizierte Riegler Kartoffelstärke			Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift C		WaCobb ₃₀ g/m ²
	Mahlgrad °	% Zugabe	Sek. vor Stoffauflauf	% Zugabe	Sek. vor Stoffauflauf	
11a	25	0,30	22	0,42	10	30
11b	25	0,30	35	0,42	10	28
(Ver- gleich)	25	0	–	0,42	10	43
11c	45	0,30	22	0,42	10	24
11d	45	0,30	35	0,42	10	23
(Ver- gleich)	45	0	–	0,42	10	29

Beispiel 12

Man verfährt wie im Beispiel 11 angegeben, dosiert jedoch in die Faserstoffsuspension, die ein Schopper-Riegler-Mahlgrad von 25° aufweist, an Stelle von 0,3% der kationisch modifizierten Kartoffelstärke 0,3% einer wässrigen Lösung eines hochmolekularen kationischen Polyacrylamids, deren Dichte etwa 1000 kg/m³, dynamische Viskosität bei 20 °C 5000 bis 7000

mPa·s (Brookfield, Spindel 4,20 Upm), und pH-Wert 4 beträgt. Vor ihrem Einsatz wird diese Lösung auf das 10fache mit Wasser vorverdünnt.

Die erhaltenen WaCobb₃₀-Werte des wie im Beispiel 11 angegeben hergestellten Papiers sind in der nachfolgenden Tabelle IX zusammengestellt.

Tabelle IX

Beispiel Nr.	Schopper-kationisches Polyamid Riegler-			Salz des Umsetzungsproduktes gemäss Vorschrift C		WaCobb ₃₀ g/m ²
	Mahlgrad °	% Zugabe	Sek. vor Stoffauflauf	% Zugabe	Sek. vor Stoffauflauf	
12a	25	0,30	22	0,42	10	40
12b	25	0,30	35	0,42	10	33
(Ver- gleich)	25	0	–	0,42	10	43