

19



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets

11

Veröffentlichungsnummer:

0 043 790
A1

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: 81810008.3

51

Int. Cl.³: **D 21 H 1/28**

22 Anmeldetag: 08.01.81

30 Priorität: 03.07.80 CH 5140/80

71

Anmelder: **CIBA-GEIGY AG, Patentabteilung Postfach, CH-4002 Basel (CH)**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung: 13.01.82
Patentblatt 82/2

72

Erfinder: **Fringell, Werner, Dr., In den Kurzen 2, CH-4242 Laufen (CH)**
Erfinder: **Flubacher, Max, Lehenmattstrasse 217, CH-4052 Basel (CH)**
Erfinder: **Lauton, Alain, Dr., Rue de-Baerenfels 8, F-68300 Saint-Louis (FR)**

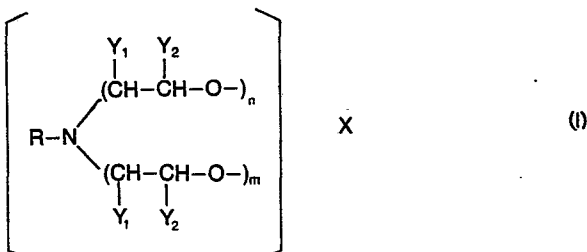
84 Benannte Vertragsstaaten: **AT BE CH DE FR GB IT LI NL**

54 **Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weisseffekts beim optischen Aufhellen von Streichmassen.**

57 Es wird ein Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weißeffektes beim optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier oder Karton mit Hilfe von Aufhellern der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäurereihe beschrieben, bei dem man den Streichmassen neben dem jeweiligen Aufheller einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel

bedeuten, wobei die Summe $n + m$ zwischen 2 und 30 liegt. Zusätzlich kann man den Streichmassen noch organische Lösungsvermittler, nichtionische oder anionische Tenside und/oder polare organische Verbindungen zusetzen. Streichmassen, die die oben genannten Aufheller und Hilfsmittel enthalten, werden ebenfalls beschrieben.

EP 0 043 790 A1



oder dessen Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz einverleibt, worin R einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 8 bis 22 C-Atomen, Y_1 und Y_2 beide Wasserstoff oder eines dieser beiden Symbole Wasserstoff und das andere Methyl, X den Säurerest der Phosphorsäure, wobei die sauren Wasserstoffatome dieses Restes durch Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatzionen ersetzt sein können, und m und n ganze Zahlen

1-12943/+

Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weisseffekts beim
optischen Aufhellen von Streichmassen

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weisseffektes beim optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier oder Karton mit Hilfe von Aufhellern der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäurereihe sowie optisch aufgehellte Streichmassen und mit diesen Streichmassen beschichtetes Papier oder Karton.

Aufheller aus der Klasse der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäuren sind auch zum Aufhellen von Papier geeignet. Bei der Aufhellung von Streichmassen treten jedoch je nach Aufheller und je nach Zusammensetzung der Streichmasse Probleme auf, so dass entweder ungenügende Weisseffekte erhalten werden oder dass mancher Aufheller für eine Applikation in bestimmten Streichmassen überhaupt nicht in Frage kommt. Besonders bei höheren Aufhellerkonzentrationen tritt oft statt einer Zunahme des Weissgrades ein manchmal starker Abfall desselben statt, wobei es auch häufig zu einer Vergrünung der Streichmasse kommt. Besonders bei Streichmassen mit künstlichen Bindemitteln tritt dieser unerwünschte Effekt bei manchen der genannten Aufheller auf.

Es wurden bereits Anstrengungen unternommen, um der geschilderten Schwierigkeiten Herr zu werden. So wurden der Streich-



masse unter anderem Lösungsvermittler, vor allem Polyäthylenglykol zugesetzt. Bei manchen Aufhellern bringt diese Massnahme eine gewisse Effektsteigerung, bei anderen Aufhellern wiederum versagt sie. Ausserdem sind, sofern Effektsteigerungen erzielt werden, diese oft ungenügend.

Weiterhin wurde der Zusatz von Tensiden (siehe GB-PS 1 294 173) oder von Amidformaldehydharzen (siehe DE-OS 22 29 872) bei der Aufhellung der Streichmassen vorgeschlagen. Es werden dann zwar Aufhellungen erhalten, die jedoch bezüglich Weissgrad nicht den gestellten Anforderungen entsprechen. Im übrigen sind diese Massnahmen nur in Streichmassen mit synthetischen Bindern anwendbar, hingegen nicht für die technisch wichtigen Mischungen aus natürlichen und synthetischen Bindern.

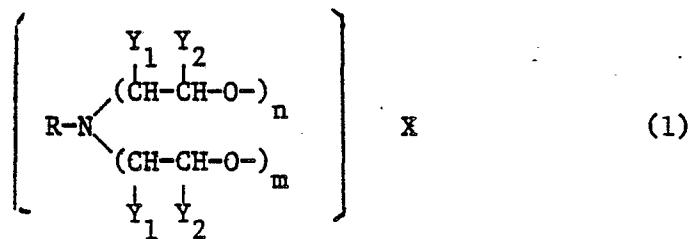
In den DE-OSen 28 06 194 und 28 06 195 sind Beschichtungszusammensetzungen geoffenbart, denen ein Dispersionsaufheller, aber auch Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäureaufheller in Mischung mit Wasser, einer organischen, über 150°C siedenden Flüssigkeit, z.B. Triäthylphosphat, Trioctylphosphat, Trikresylphosphat oder Trichloräthylphosphat, und einem Lösungsvermittler, z.B. einem nicht-ionogenen Emulgator, zugegeben wird. Diese Methode eignet sich hauptsächlich für Dispersionsaufheller. Ausserdem ist die Verwendung von relativ teuren, hochsiedenden organischen Lösungsmitteln aus verschiedenen Gründen nicht vorteilhaft.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es nun, ein Verfahren zu finden, das die geschilderten Nachteile nicht aufweist, das vor allem beim Einsatz von Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäureaufhellern in Streichmassen zu höheren Weisseffekten führt, das die bei höheren Aufhellerkonzentrationen häufig eintretende Vergrünung beseitigt und das den Einsatz von manchen Aufhellern der genannten

Klasse in Streichmassen ermöglichen soll, die bisher für diese Applikation als nicht geeignet galten.

Diese Aufgabe konnte überraschenderweise dadurch gelöst werden, dass man der Streichmasse neben dem Aufheller einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der untenstehenden Formel (1) einverleibt. Durch diese Massnahme wird der Weissgrad der aufgehellten Streichmassen wesentlich verbessert, insbesondere bei höheren Aufhellerkonzentrationen, und die unerwünschte Vergrünung wird vermieden. Im Gegensatz zur üblichen Aufhellung von Streichmassen mit Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäureaufhellern steigt der Weissgrad praktisch linear mit dem Logarithmus der steigenden Aufhellerkonzentration, so dass sehr hohe Weissgrade erreicht werden können.

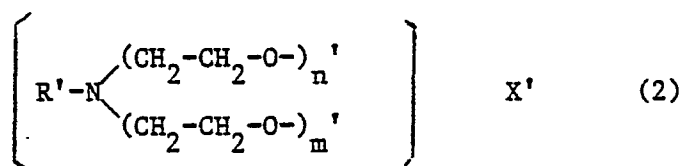
Das Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weisseffektes beim optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier oder Karton mit Hilfe von Aufhellern der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäurereihe ist nun dadurch gekennzeichnet, dass man den Streichmassen neben dem jeweiligen Aufheller einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel



oder dessen Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz einverleibt, worin R einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 8 - 22 C-Atomen, Y₁ und Y₂ beide Wasserstoff oder eines dieser beiden Symbole Wasserstoff und das andere Methyl, X den Säurerest der Phosphorsäure, wobei die sauren Wasserstoffatome dieses Restes durch Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatzionen ersetzt sein können, und m und n

ganze Zahlen bedeuten, wobei die Summe $n + m$ zwischen 2 und 30 liegt.

In im erfindungsgemässen Verfahren eingesetzten Hilfsmitteln der Formel (1) bedeutet der aliphatische Rest R vorzugsweise einen Alkyl- oder Alkenylrest (verzweigt oder unverzweigt) mit 10 bis 18 C-Atomen. Bevorzugt einsetzbare Hilfsmittel entsprechen der Formel



worin R' einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 18 C-Atomen, X' den Säurerest der Phosphorsäure, wobei die sauren Wasserstoffatome dieses Restes auch durch Alkalimetall- oder Ammoniumionen ersetzt sein können, und n' und m' ganze Zahlen bedeuten, wobei die Summe $n' + m'$ zwischen 4 und 20 liegt.

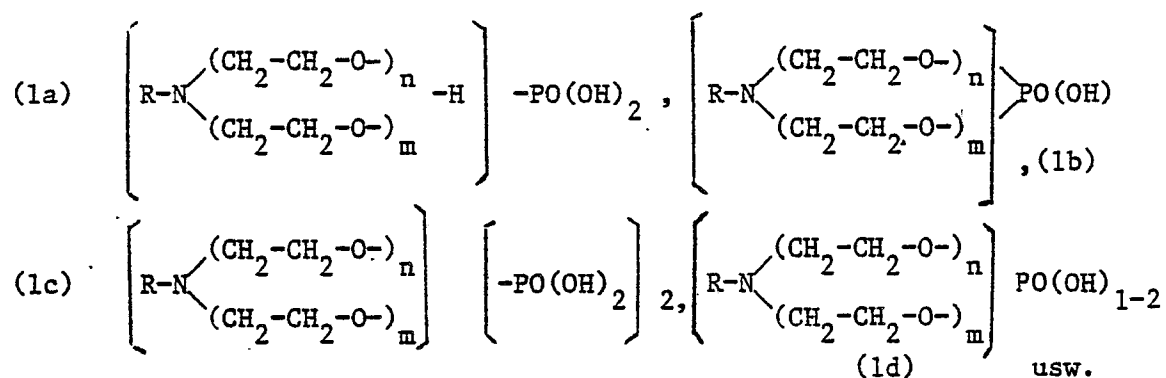
Besonders bevorzugt werden solche Verbindungen der Formel (2) eingesetzt, in denen $n' + m'$ 6 bis 8 beträgt, insbesondere solche, in denen R' den Laurylrest ($\text{C}_{12}\text{H}_{25}$) darstellt. Besonders vorteilhaft ist dann für die Summe $n' + m'$ die Zahl 8.

Im allgemeinen muss der Rest R nicht eine bestimmte Anzahl von Kohlenstoffatomen aufweisen, sondern er kann auch eine Mischung von verschieden langen Kohlenwasserstoffketten darstellen, wie dies etwa bei vielen Fettaminen, die sich von natürlichen Fetten ableiten, der Fall ist. Ein bevorzugter Rest dieser Art ist der Kohlenwasserstoffrest des Talgfettamins. In Formel (1) bedeuten Y_1 und Y_2 vorzugsweise Wasserstoff.

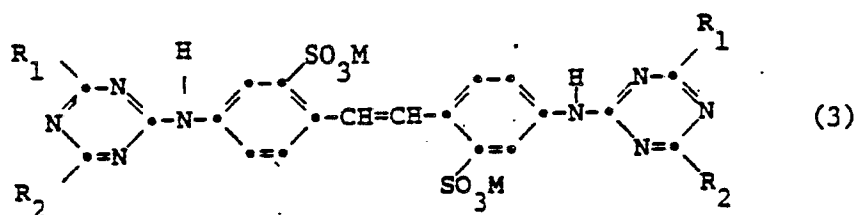
Die Säurekomponente des Esters der Formel (1) ist Phosphorsäure. X ist daher der Rest der Phosphorsäure, wobei die endständigen OH-Gruppen der Äthylenoxid- bzw. Propylenoxidketten vollständig oder nur teilweise verestert sein können. Nach dem Veresterungsgrad, der

nicht ganzzahlig sein muss, richtet sich die Anzahl der sauren Wasserstoffatome im Phosphorsäurerest X. Diese sauren Wasserstoffatome können auch durch Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalzionen ersetzt sein, so dass der Rest X in Salzform vorliegt. Bevorzugt liegt der Rest X jedoch in seiner sauren Form vor.

Mögliche Grenzstrukturen der Verbindungen der Formel (1) wären, je nach Veresterungsgrad, beispielsweise die folgenden (für $Y_1 = Y_2 = H$):



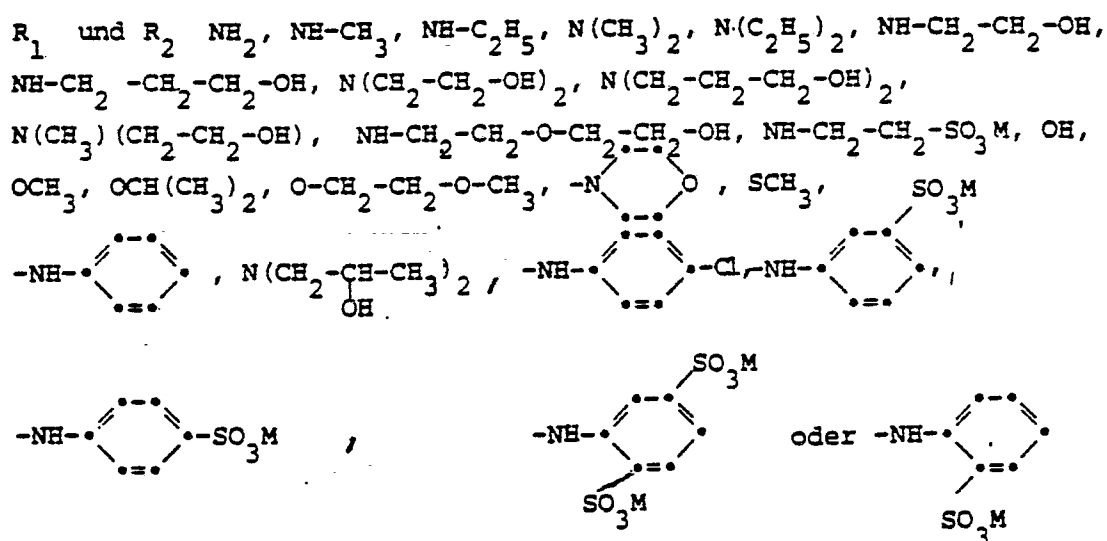
Als Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäureaufheller, die erfindungsgemäss zum optischen Aufhellen von Streichmassen eingesetzt werden, werden insbesondere solche der Formel



eingesetzt,

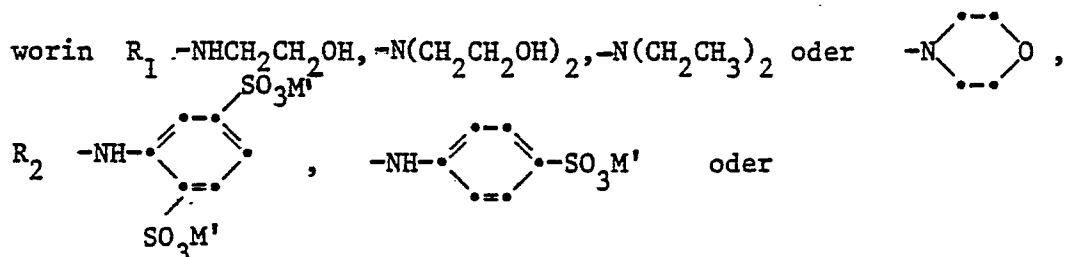
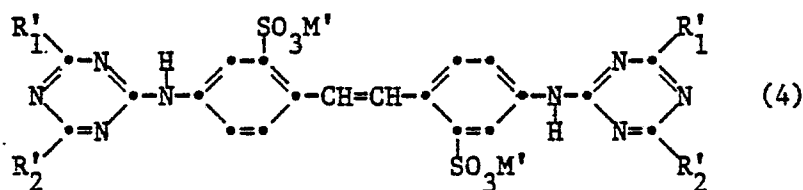
worin

M Wasserstoff, ein Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalzion,



bedeuten.

Bevorzugt verwendet man als Aufheller einen solchen der Formel



und M' Wasserstoff oder ein Alkalimetallion, ein
 Ammonium-, Diäthanolammonium- oder Triäthanol-
 ammoniumion
 bedeuten.

Die Sulfogruppen $-SO_3M$ in den Verbindungen der Formel (3)
 können in freier Form ($M=H$) oder in Salzform vorliegen. M
 bedeutet dann ein Alkalimetallion, insbesondere ein Natrium- oder
 Kaliumion, ein Ammoniumion oder ein Aminsalzion, z.B. eines primären

oder sekundären Alkylamins, wobei die Alkylgruppe(n) durch Halogen, Hydroxy (z.B. Aethanolamin, Diäthanolamin, Triäthanolamin) oder Alkoxy substituiert sein kann (können) oder eines cyclischen Amins, z.B. eines Piperidins, Pyrrolidins, Piperazins oder Morpholins.

Die sauren Wasserstoffatome im Phosphorsäurerest X der Verbindungen der Formel (1) oder (2) können gegebenenfalls durch dieselben Ionen ersetzt sein, wie sie für M vorstehend definiert sind. Der Rest X liegt dann in Salzform vor.

Oft kann es zweckmässig sein, den Streichmassen neben Aufheller und Hilfsmittel der Formel (1) noch weitere Stoffe einzuverleiben, die entweder eine weitere Effektverbesserung bewirken oder die die Eigenschaften der Streichmasse in anderer Weise positiv beeinflussen. Als derartige zusätzliche Hilfsmittel kommen nicht-ionische oder anionische Tenside, organische Lösungsvermittler und/oder gewisse organische polare Verbindungen in Betracht.

Als organische Lösungsvermittler und polare organische Verbindungen können beispielsweise eingesetzt werden:

Niedere einwertige Alkohole, mehrwertige Alkohole, Aetheralkohole, nicht zu hochmolekulare Polyglykole oder Carbonsäureamide. Beispiele solcher Lösungsmittel sind Propanol, Isopropanol, Aethylenglykol, Propylenglykol, Butylenglykol, Glycerin, Aethylenglykolmonomethyl-, monoäthyl-, -monopropyl- oder -monobutyläther, Dipropylenglykol, Formamid, Dimethylformamid, Dimethylacetamid und N-Methylpyrrolidon. Bevorzugt sind hierbei Aethylenglykol und Polyäthylenglykole. Weiters kommen Amine wie Triäthanolamin und andere wasserlösliche polare Verbindungen wie Dimethylsulfoxid, Dimethylmethanphosphonat, Dimethylsulfon, Sulfolan (=Tetrahydrothiophen-1,1-dioxid), Aethylen- oder Propylencarbonat sowie Harnstoff oder substituierte Harnstoffe, beispielsweise Tetramethylharnstoff, in Betracht.

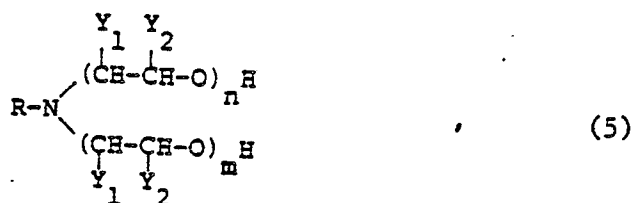
Als nichtionische Tenside können beispielsweise verwendet werden:

Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden, insbesondere von Aethylenoxid, an höhere Fettsäuren, Fettsäureamide, aliphatische Alkohole, Mercaptane oder Amine, an Alkylphenole oder Alkylthiophenole, deren Alkylreste mindestens 7 Kohlenstoffatome aufweisen oder an Phenylphenole wie z.B. Polyglykol- (monoalkyl-phenyl)-äther, deren Alkylgruppe 8 bis 12 Kohlenstoffatome aufweist, mit mindestens 8 gegebenenfalls substituierten Glykoleinheiten, wie Decaäthylenglykol-mono-octoyl-phenyläther oder das Umsetzungsprodukt von Monononylphenol mit 5 bis 35 Molen Aethylenoxid; Blockpolymere aus Aethylenoxid und höheren Alkylenoxiden, wie z.B. Propylenoxid oder Butylenoxid; nichtionogene Ester der Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden, wie z.B. der tertiäre Phosphorsäureester des Anlagerungsproduktes von 40 Molen Aethylenoxid an Monononylphenol; Ester von Polyalkoholen, insbesondere Monoglyceride von Fettsäuren mit 12 bis 18 Kohlenstoffatomen, z.B. die Monoglyceride der Laurin-, Stearin- oder Oelsäure; N-acylierte Alkanolamine des gleichen Typs wie bei den Sulfaten dieser Verbindungen erwähnt (siehe unten), so z.B. die N,N-Bis-(ω -hydroxyalkyl)-amide der unter dem Sammelbegriff "Cocosölfettsäuren" zusammengefassten Säuregemische, vor allem N,N-Bis-(β -hydroxyäthyl)- oder N,N-Bis-(γ -hydroxypropyl)-amide, ferner die Anlagerungsprodukte von Aethylenoxid an diese N-acylierten Alkanolamine; Reaktionsprodukte von höheren Fettsäuren mit einem Alkanolamin, wobei das Molverhältnis Alkanolamin zu Fettsäure grösser als 1, z.B. 2, ist. Als Fettsäuren kommen vor allem solche mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen sowie die als Cocosölfettsäuren bezeichneten Gemische, als Alkanolamine insbesondere Diäthanolamin, in Betracht.

Als anionaktive Tenside können beispielsweise verwendet werden:

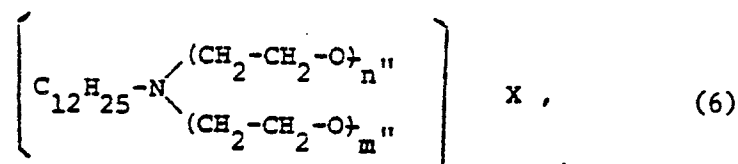
Sulfatierte Alkylenoxidaddukte, insbesondere sulfatierte Aethylenoxidaddukte, wie sulfatierte Anlagerungsprodukte von 1 bis 40 Mol Aethylenoxid an Fettsäureamide, Mercaptane oder Amine, besonders aber an Fettsäuren, aliphatische Alkohole oder Alkylphenole mit 8 bis 20 Kohlenstoffatomen in der Alkylkette, z.B. an Stearinsäure, Oelsäure, Laurylalkohol, Myristylalkohol, Stearylalkohol, Oleylalkohol, Octylphenol oder Nonylphenol. Anstelle der Sulfate können auch die Ester anderer mehrwertiger Säuren eingesetzt werden. Hierher gehören z.B. die primären und sekundären Ester der Phosphorsäure sowie die Halbestere der Sulfobernsteinsäure; Sulfate N-acylierter Alkanolamine, z.B. die sulfatierten Amide von Capryl-, Pelargon-, Caprin-, Laurin-, Myristin- oder Stearinsäure oder von durch Alkylphenoxygruppen substituierten niederen Fettsäuren, wie Octyl- oder Nonylphenoxyessigsäure, mit Mono- oder Bis-hydroxyalkylaminen, wie β -Hydroxyäthylamin, γ -Hydroxypropylamin, β,γ -Dihydroxypropylamin, Bis-(β -hydroxyäthyl)-amin oder mit N-Alkyl-N-hydroxyalkylaminen, wie N-Methyl- bzw. N-Aethyl-N-(β -hydroxyäthyl)-amin; Sulfatierte veresterte Polyoxyverbindungen, z.B. sulfatierte partiell veresterte mehrwertige Alkohole, wie das Natriumsalz des sulfatierten Monoglycerids der Palmitinsäure.

Die im erfindungsgemässen Verfahren eingesetzten sauren Phosphorsäureester von Fettamin-oxalkylierungsprodukten der Formel (1) sind bekannt und können einfach durch Veresterung eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel



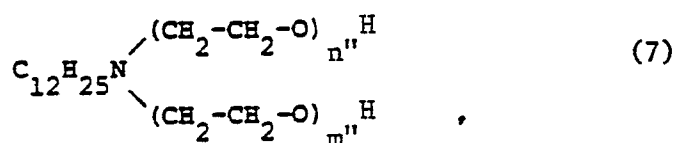
worin die allgemeinen Symbole wie in Formel (1) definiert sind, mit Phosphorsäure, Phosphorpentoxid oder einem Halogenid der Phosphorsäure erhalten werden. Bevorzugt ist die Umsetzung mit Phosphorpentoxid. Die Veresterung erfolgt zweckmässig durch einfaches Vermischen der Reaktionspartner unter Erwärmen, z.B. auf 50 - 100°C. Die sauren Ester können, falls erwünscht, in die entsprechenden Salze (Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsalze) übergeführt werden, z.B. in üblicher Weise durch Zugabe der entsprechenden Basen, z.B. Ammoniak, Monoäthanolamin, Triäthanolamin, Alkalimetallhydroxide.

Zur Herstellung der Verbindung der Formel



worin $n'' + m''$ die Zahl 8 ist und X einen sauren Phosphorsäurerest bedeutet, kann wie folgt vorgegangen werden:

914,6 g der Verbindung der Formel



worin $n'' + m'' = 8$, werden bei Raumtemperatur in einem Kolben vorgelegt und unter Rühren mit einem Wasser/Eisbad auf 18°C gekühlt. Dann werden 80,94 g Phosphorpentoxid schnell zugegeben. Nach Entfernung des Kühlbades steigt die Temperatur der gelblichen Suspension auf Raumtemperatur an. Nun wird mit einem Ölbad innerhalb 2 Stunden auf 40°C und anschliessend innerhalb weiterer 2 Stunden auf 60°C erwärmt. Es wird noch eine Stunde bei 60°C gerührt. Das erhaltene Produkt der Formel (6) ist bei Raumtemperatur ein gelbes, gut giessbares Gel.

Die analogen Verbindungen der Formeln (6a), (6b), (6c) und (6d)

(siehe Beispiele) werden ebenfalls nach der obigen Vorschrift erhalten.

Die Anlagerungsprodukte der Formel (5) sind bekannt und können in bekannter Weise durch Anlagerung von 2 bis 30 Mol Äthylen- oder Propylenoxid an ein aliphatisches Amin mit einem Kohlenwasserstoffrest von 8 bis 22 C-Atomen hergestellt werden.

Das erfindungsgemässe Verfahren wird zweckmässig so ausgeführt, dass man beispielsweise zu der jeweiligen Streichflotte, die in üblicher Weise bereitet wird, den Aufheller, einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (1) und gegebenenfalls eines oder mehrere der vorstehend erwähnten zusätzlichen Hilfsmittel einzeln und in beliebiger Reihenfolge zumischt und darin fein verteilt, beispielsweise bei Temperaturen zwischen 10 und 150°C. Alternativ kann der Aufheller auch vor der Zumischung zur Streichflotte mit einem sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (1) und gegebenenfalls mit einem oder mehreren der vorstehend erwähnten zusätzlichen Hilfsmittel, vorteilhaft unter Zugabe von Wasser, vermischt werden und die erhaltene Aufhellerpräparation kann dann, wie oben beschrieben, der Streichflotte zugemischt werden. Mit der fertigen Streichmasse kann dann Papier oder Karton mit üblichen Beschichtungsapparaten beschichtet werden, beispielsweise mit einem Luftmesser, einem Streichmesser, einer Bürste, einer Rolle einer Rakel, einem Stab oder einer sonstigen in der Papierindustrie üblichen Beschichtungsapparatur.

Die im erfindungsgemässen Verfahren eingesetzte Menge an Verbindung der Formel (1) kann in weiten Grenzen schwanken. Schon bei einem Verhältnis Aufheller zu Verbindung der Formel (1) von 1:0,5 werden positive Effekte beobachtet. Vorzugsweise beträgt dieses Verhältnis 1:1 bis 1:5, insbesondere 1:1 bis 1:3. Bei einem Verhältnis von 1:2 werden besonders gute Effekte erzielt. Es wäre durchaus auch möglich, mehr Verbindung der Formel (1) einzusetzen als dem Verhältnis 1:5 entspricht; dies ist jedoch sowohl aus

wirtschaftlichen Gründen als auch wegen des damit verbundenen Einflusses auf die Konsistenz der Streichmasse in der Praxis nicht zweckmässig. Die Menge der fakultativ einsetzbaren Hilfsmittel (Tenside, Lösungsvermittler, polare Verbindungen) kann in weiten Grenzen schwanken. Das Verhältnis Aufheller zu diesen Hilfsmitteln kann zwischen 1:0,1 bis 1:10 betragen, je nach Art des eingesetzten Hilfsmittels (siehe auch Beispiele).

Die Menge an Aufheller, die den Streichmassen zugesetzt wird, bewegt sich in dem in der Papierindustrie üblichen Rahmen. Es kommen beispielsweise Mengen zwischen 1 g und 50 g/l Streichflotte in Betracht, vorzugsweise solche zwischen 4 und 20 g/l. Wie bereits erwähnt, erlaubt ja das erfindungsgemässe Verfahren auch höhere Aufhellerkonzentrationen als sie üblicherweise (z.B. 4 bis 8 g/l) verwendet werden. Ohne Zusatz von Verbindungen der Formel (1) tritt beispielsweise bei Konzentrationen von mehr als 10 g Aufheller pro Liter häufig bereits ein Weissgradabfall bzw. starke Vergrünung ein. Hingegen wird beim erfindungsgemässen Zusatz von Verbindungen der Formel (1) dieser Effekt ausgeschaltet: mit zunehmender Aufhellerkonzentration steigt auch der erreichbare Weissgrad.

Das erfindungsgemässe Verfahren eignet sich zum optischen Aufhellen der in der Papierindustrie üblicherweise verwendeten Streichmassen, und zwar von unpigmentierten, insbesondere aber von pigmentierten Streichmassen. Diese Streichmassen enthalten ein polymeres Bindemittel, ein anorganisches Pigment (im Falle von pigmentierten Streichmassen) und gegebenenfalls weitere Zusatzstoffe wie z.B. Wachse, Dispergiermittel, Netzmittel oder andere oberflächenaktive Mittel, Viskositätsregler, Schaumverhütungsmittel, Gleitmittel, Weichmacher und/oder Konservierungsmittel.

Als polymere Bindemittel kommen die üblichen in der Papierindustrie verwendeten, polymeren Klebstoff-Bindemittelsysteme in

Betracht. So können beispielsweise beliebige der bekannten, modifizierten oder umgewandelten Stärkearten, wie etwa oxidierte, hydrolysierte oder hydroxyäthylierte Stärken, verwendet werden. Ausser den verschiedenen Stärkesorten und -typen können andere natürliche oder synthetische polymere Bindemittelsysteme allein oder besonders im Falle von synthetischen polymeren Bindemitteln in Kombination miteinander Verwendung finden. Kunststoffdispersionen auf Basis von Copolymerisaten aus Butadien-Styrol, Acrylnitril-Butadien-Styrol, Acrylsäureestern, Äthylen-Vinylchlorid und Äthylen-Vinylacetat; oder auf Basis von Homopolymerisaten wie Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyäthylen, Polyvinylpyrrolidon, Polyvinylalkohol und Polyvinylacetat, sowie Polyurethane kommen als Bindemittel für die im erfindungsgemässen Verfahren aufzuhellenden Streichmassen in Betracht. Als Bindemittel können weiter abgebaute Stärke, Alginat, Carboxymethylcellulose, Proteine (z.B. Gelatine, Kasein, Sojaprotein) usw. verwendet werden.

Als Weisspigmente können beispielsweise Aluminium-Magnesium-silikate (China-Clay), Calciumcarbonat, $\text{CaSO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (Satinweiss), Al-silikate und -hydroxyde, Bariumsulfat (Blancfix) oder Titandioxid bzw. Mischungen solcher Pigmente verwendet werden. Ausserdem können die Steichflotten zwecks Eliminierung unerwünschter Metallspuren (z.B. Fe(III)) metallbindende Mittel wie z.B. wasserlösliche Poly- oder Metaphosphate und polycarbonsaure Salze enthalten.

Um gute Fliesseigenschaften zu erhalten, verwendet man für den Pigmentstrich eine alkalische Streichflotte. Die alkalische Reaktion wird zweckmässig mit Ammoniak oder mit NaOH oder KOH oder mit Na- oder K-carbonaten oder -boraten bzw. deren Gemischen eingestellt.

Als Netzmittel sind z.B. unsulfatierte oder sulfatierte höhere Alkanol- oder Alkylphenolpolyglykoläther mit einem 8 bis 14 C-Atome

aufweisenden Alkylrest mit 1 bis 20 Äthylenoxidgruppen verwendbar.

Rezepturen solcher bekannter, nach dem erfindungsgemässen Verfahren aufzuhellender Streichmassen sind beispielsweise in J.P. Casey, "Pulp and Paper"; Chemistry and Chemical Technology, 2nd Ed, Vol. III, p. 1648-1649 und in Mc Graw-Hill, "Pulp and Paper Manufacture", 2nd Ed., Vol. II, p. 497 beschrieben.

Die vorliegende Erfindung betrifft ferner die nach dem erfindungsgemässen Verfahren aufgehellten Streichmassen, die also einen optischen Aufheller der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäurereihe, vorzugsweise einen solchen der Formel (2), insbesondere einen solchen der Formel (3) und einen sauren Phosphorsäureester eines Fettaminooxalkylierungsproduktes der Formel (1), vorzugsweise einen solchen der Formel (2), enthalten.

Ferner können die erfindungsgemässen Streichmassen zusätzlich noch neben dem optischen Aufheller und dem sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes nichtionische oder anionische Tenside, organische Lösungsvermittler und/oder polare organische Verbindungen enthalten, z.B. als organische Lösungsvermittler hydrophile organische Lösungsmittel, beispielsweise niedere einwertige Alkohole, mehrwertige Alkohole, Ätheralkohole, Glykole, Polyglykole, Glykol- und Polyglykoläther, Amide und/oder Amine oder als polare organische Verbindung Dimethylsulfoxid, Dimethylsulfon, Äthylen- oder Propylencarbonat und/oder Harnstoff, oder nichtionische Tenside wie Anlagerungsprodukte von Äthylenoxiden an höhere Fettsäuren, Fettsäureamide, aliphatische Alkohole, Mercaptane oder Amine, an Alkylphenole, Alkylthiophenole oder Phenylphenole, Blockpolymere aus Äthylenoxiden und höheren Äthylenoxiden, nicht-ionische Ester der Anlagerungsprodukte von Äthylenoxiden, Ester von Polyalkoholen, N-acylierte Alkanolamine und deren Anlagerungsprodukte mit Äthylenoxid und Reaktionsprodukte aus höheren Fettsäuren

mit einem Alkanolamin und/oder als anionische Tenside Alkylenoxidaddukte mit Sulfat- oder anderen Säureresten, Sulfate N-acylierter Alkanolamine und sulfatierte veresterte Polyoxyverbindungen.

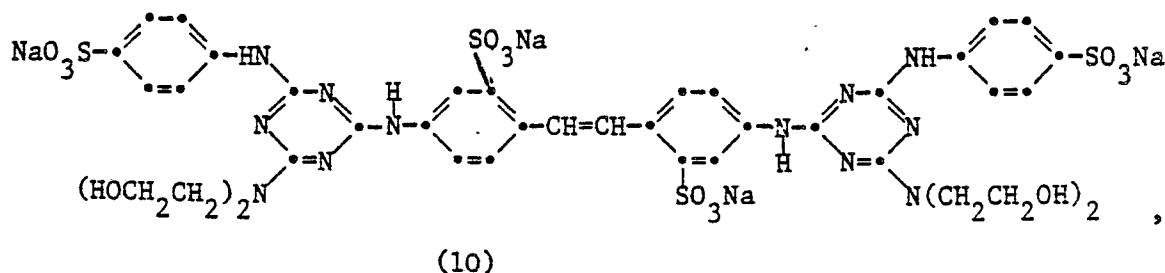
Schliesslich betrifft die vorliegende Erfindung mit erfindungsgemässen Streichmassen (wie vorstehend beschrieben) beschichtetes Papier und Karton.

In den nachfolgenden Beispielen sind Teile und Prozent, soweit nicht anders angegeben, immer Gewichtsteile und Gewichtsprozent.

Beispiel 1:

a) In einem 2 l-Becherglas werden 100 g Stärke ("Paperol R 10") und 950 ml entsalztes Wasser unter Rühren innerhalb von 10 - 15 Minuten auf 80°C erwärmt und anschliessend 15 Minuten bei 80 - 85°C gerührt. Man erhält eine leicht trübe, graue, kolloide Lösung. Danach wird die Mischung auf ca. 40°C abgekühlt, 50 ml mit 9,7 Mol Aethylenoxid äthoxyliertes 4-Nonylphenol 1:25 zugesetzt und mit entsalztem Wasser von ca. 40°C auf 1000 ml aufgefüllt und kurz geschüttelt. Danach wird mit konz. Ammoniak ein pH-Wert von 8 - 9 eingestellt.

b) 15 ml der gemäss a) erhaltenen Stärkeflotte werden mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die aus 11,6 g des optischen Aufhellers der Formel



20 g des sauren Phosphorsäureesters eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (6), 10 g eines mit 9,7 Mol Äthylenoxyd äthoxylierten 4-Nonylphenols, 15 g Äthylenglykol, 18 g Polyäthylenglykol 300 und 25,4 g Wasser besteht. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

c) Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten wird die gemäss b) erhaltene Streichmasse nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise ein Papier, dessen Weissgrad deutlich höher ist als der eines Vergleichspapiers, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keine Verbindung der Formel (6) enthält.

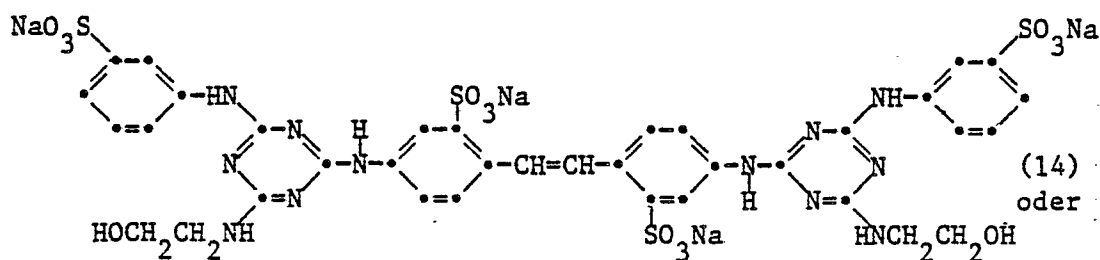
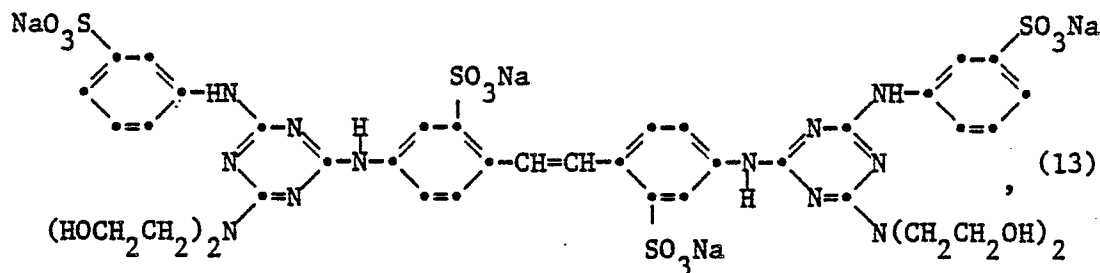
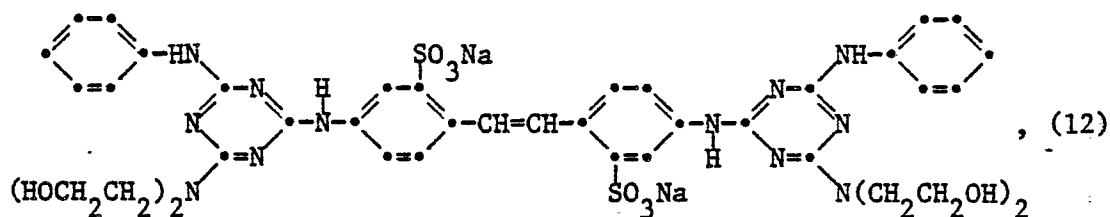
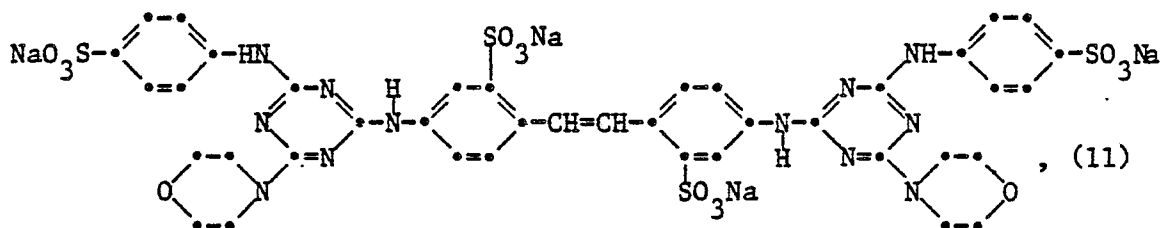
Beispiel 2: In einem 2 l-Becherglas werden 100 g Stärke ("Paperol R 10") und 950 ml entsalztes Wasser unter Rühren innerhalb von 10 - 15 Minuten auf 80°C erwärmt und anschliessend 15 Minuten bei 80-85°C gerührt. Man erhält eine leicht trübe, graue, kolloide Lösung, der man 7,5 g des sauren Phosphorsäureesters eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (6) zufügt. Danach wird die Mischung auf ca. 40°C abgekühlt, 50 ml mit 9,7 Mol Äthylenoxyd äthoxyliertes 4-Nonylphenol 1:25 zugesetzt und mit entsalztem Wasser von ca. 40°C auf 1000 ml aufgefüllt und kurz geschüttelt. Danach wird mit konz. Ammoniak ein pH-Wert von 8-9 eingestellt.

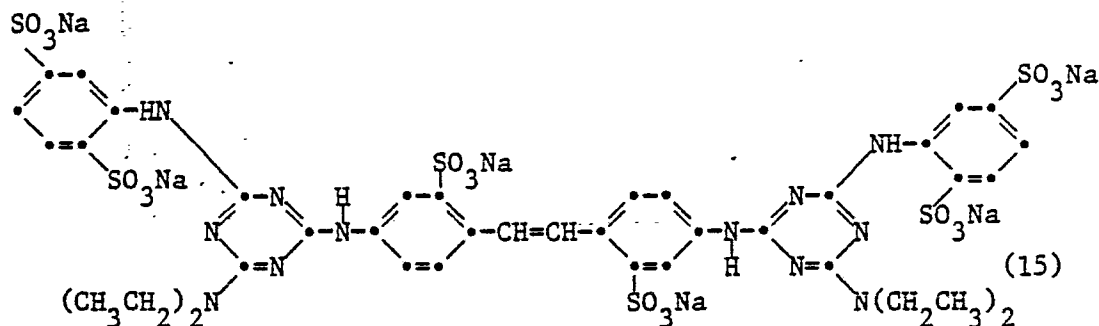
b) 15 ml der gemäss a) erhaltenen Stärkeflotte werden mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die 11,6 g des Aufhellers der Formel (10) in 88,4 g Wasser enthält. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

c) Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten wird die gemäss b) erhaltene Streichmasse nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise ein Papier, dessen Weissgrad deutlich höher ist als der

eines Vergleichspapiers, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keine Verbindung der Formel (6) enthält.

Beispiel 3: Wiederholt man Beispiel 1, setzt jedoch statt des Aufhellers der Formel (10) jeweils die entsprechende Menge eines Aufhellers der folgenden Formeln:





ein, so erhält man Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Beispiel 4: Wiederholt man Beispiel 2, setzt jedoch statt des Aufhellers der Formel (10) jeweils die entsprechende Menge eines Aufhellers der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15) ein, so erhält man Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Beispiel 5: Zu 15 ml einer gemäss Beispiel 1a) erhaltenen Stärkeflotte werden jeweils 5 ml der folgenden Aufhellerlösungen zugegeben:

A) 20 g der Verbindung der Formel (6)

11,6 g des Aufhellers der Formel (10)

15 g Äthylenglykol

53,4 g Wasser;

B) 10 g der Verbindung der Formel (6)

5,8 g des Aufhellers der Formel (10)

9 g Polyäthylenglykol 300

25,2 g Wasser;

C) 10 g der Verbindung der Formel (6)

5,8 g des Aufhellers der Formel (10)

5 g eines mit 9.7 Mol Äthylenoxid äthoxylierten 4-Nonylphenols

29,2 g Wasser;

- D) 10 g der Verbindung der Formel (6)
5,8 g des Aufhellers der Formel (10)
5 g eines mit 9,7 Mol Äthylenoxid äthoxylierten 4-Nonylphenols
7,5 g Äthylenglykol
21,7 g Wasser;
- E) 10 g der Verbindung der Formel (6)
5,8 g des Aufhellers der Formel (10)
7,5 g Äthylenglykol
9 g Polyäthylenglykol 300
17,7 g Wasser

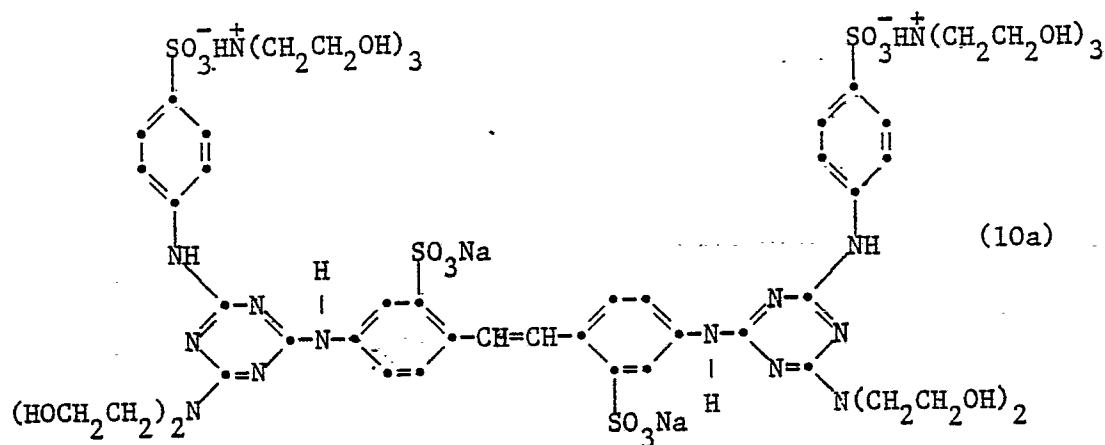
Die Fertigstellung der Streichmasse und die Beschichtung des Papiers erfolgen wie in Beispiel 1b) und 1c) angegeben. Man erhält jeweils Papier mit hohem Weissgrad, der wesentlich höher ist als jener, der mit den einzelnen Aufhellerformulierungen A) bis E), jedoch ohne Verbindung der Formel (6), erreicht wird.

Ersetzt man in den Aufhellerlösungen A) bis E) den Aufheller der Formel (10) durch entsprechende Mengen an Aufheller der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15), so kommt man zu Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Man kann die in den Aufhellerlösungen A) bis E) aufgezählten Einzelkomponenten auch einzeln und in beliebiger Reihenfolge der Streichmasse zufügen und erhält dann ähnliche Ergebnisse.

Beispiel 6: Zu 15 ml einer gemäss Beispiel 1a) erhaltenen Stärkeflotte werden jeweils 5 ml der folgenden Aufhellerlösungen zugegeben:

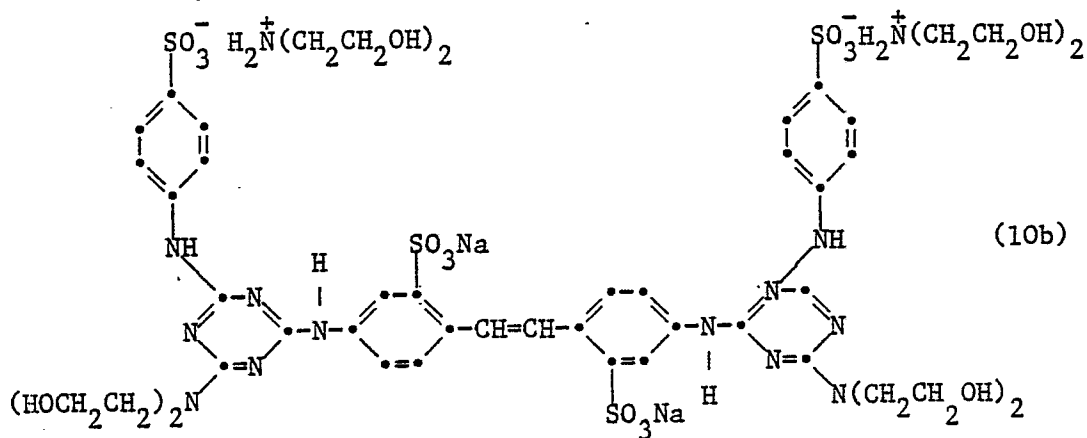
- A) 30 g der Verbindung der Formel (6)
16,7 g des Aufhellers der Formel



und 53,3 g Wasser;

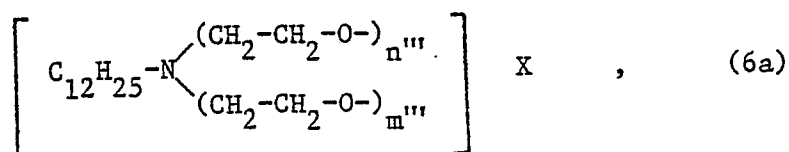
- B) 30 g der Verbindung der Formel (6)
 16,7 g des Aufhellers der Formel (10a)
 9 g Harnstoff
 44,3 g Wasser;

- C) 30 g der Verbindung der Formel (6)
 16,9 g des Aufhellers der Formel



und 53,1 g Wasser,

- D) 30 g der Verbindung der Formel

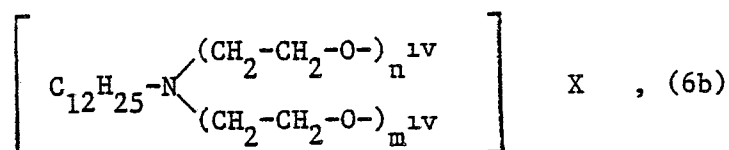


worin $n''' + m'''$ die Zahl 12 ist und X wie in Formel (6) definiert ist,

16,9 g des Aufhellers der Formel (10b)

53,1 g Wasser;

E) 30 g der Verbindung der Formel

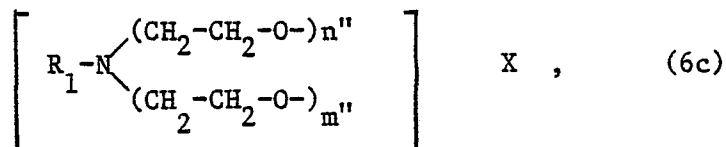


worin $n^{1V} + m^{1V}$ die Zahl 20 ist und X wie in Formel (6) definiert ist,

16,9 g des Aufhellers der Formel (10b)

53,1 g Wasser;

F) 30 g der Verbindung der Formel



worin $n'' + m''$ die Zahl 8 ist, X wie in Formel (6) definiert ist und R_1 den Kohlenwasserstoffrest des Talgfettamins bedeutet,

16,9 g des Aufhellers der Formel (10b)

53,1 g Wasser.

Die Fertigstellung der Streichmasse und die Beschichtung des Papiers erfolgen wie in Beispiel 1b) und 1c) angegeben. Man erhält jeweils Papier mit hohem Weissgrad, der wesentlich höher ist als jener, der mit den einzelnen Aufhellerformulierungen A) bis F), jedoch ohne Verbindung der Formel (6), (6a), (6b) bzw. (6c) erreicht wird.

Ersetzt man in den Aufhellerlösungen A) bis F) den Aufheller der Formel (10a) bzw. (10b) durch entsprechende Mengen an Aufheller der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15), so kommt man zu Papier mit

ähnlich hohem Weissgrad.

Man kann die in den Aufhellerlösungen A) bis F) aufgezählten Einzelkomponenten auch einzeln und in beliebiger Reihenfolge der Streichmasse zufügen und erhält dann ähnliche Ergebnisse.

Beispiel 7: A. Zu 15 ml einer gemäss Beispiel 1a) erhaltenen Stärkeflotte werden 1,1 g des Aufhellers der Formel (15), 0,85 g des sauren Esters der Formel (6) und 3 g Wasser zugegeben. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

B. 15 ml einer gemäss Beispiel 1a) erhaltenen Stärkeflotte werden mit 1,1 g des Aufhellers der Formel (15), 0,51 g des sauren Esters der Formel (6c) und 3,4 g Wasser versetzt. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

C. Man wiederholt Vorgang B, setzt jedoch an Stelle des sauren Esters der Formel (6c) die gleiche Menge eines Esters der Formel (6a) ein.

D. Man wiederholt Vorgang B, setzt jedoch an Stelle des sauren Esters der Formel (6c) die gleiche Menge eines Esters der Formel (6b) ein.

Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten werden die gemäss A bis D erhaltenen Streichmassen nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise Papiere, deren Weissgrad deutlich höher ist als der eines Vergleichspapieres, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keinen sauren Ester der Formel (6), (6a), (6b) bzw. (6c) enthält.

Beispiel 8:

a) Unter Rühren werden 150 ml einer wässrigen Kunststoffdispersion eines Mischpolymerisates aus Acrylsäureester und Styrol (frei von Weichmachern und Lösungsmittel), 100 ml Natriumsalz einer Polycarbonsäure (Lösung 1:50), 500 ml China-Clay Dinkie A und 50 ml eines mit 9,7 Mol Äthylenoxyd äthoxylierten 4-Nonylphenols (Lösung 1:25) in 600 ml Wasser gegeben. Man rührt, bis eine homogene Streichflotte vorliegt. Die so hergestellte pigmentierte Streichflotte wird gesiebt (Nickelsieb), dabei entlüftet und von gröberen Verunreinigungen befreit.

b) 15 ml der gemäss a) erhaltenen Pigmentstreichflotte werden mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die aus 11,6 g des Aufhellers der Formel (10), 20 g des sauren Phosphorsäureesters eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (6), 10 g eines mit 9,7 Mol Äthylenoxyd äthoxylierten 4-Nonylphenols, 15 g Äthylen-glykol, 18 g Polyäthylenglykol 300 und 25,4 g Wasser besteht. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

c) Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten wird die gemäss b) erhaltene Streichmasse nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohrpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise ein Papier, dessen Weissgrad deutlich höher ist als der eines Vergleichspapiers, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keine Verbindung der Formel (6) enthält.

Beispiel 9:

a) Unter Rühren werden 14 g der Verbindung der Formel (6), 150 ml einer wässrigen Kunststoffdispersion eines Mischpolymerisates aus Acrylsäureester und Styrol (frei von Weichmachern und Lösungsmittel), 100 ml Natriumsalz einer Polycarbonsäure (Lösung 1:50), 500 ml China-Clay Dinkie A und 50 ml eines mit 9.7 Mol Äthylenoxyd

äthoxylierten 4-Nonylphenols (Lösung 1:25) in 600 ml Wasser gegeben. Man rührt, bis eine homogene Streichflotte vorliegt. Die so hergestellte pigmentierte Streichflotte wird gesiebt (Nickelsieb), dabei entlüftet und von gröberen Verunreinigungen befreit.

b) 15 ml der gemäss a) erhaltenen Pigmentstreichflotte werden mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die 11,6 g des Aufhellers der Formel (10) in 88,4 g Wasser enthält. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

c) Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten wird die gemäss b) erhaltene Streichmasse nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise ein Papier, dessen Weissgrad deutlich höher ist als der eines Vergleichspapiers, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keine Verbindung der Formel (6) enthält.

Beispiel 10: Wiederholt man Beispiel 8, setzt jedoch statt des Aufhellers der Formel (10) jeweils die entsprechende Menge eines Aufhellers der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15) ein, so erhält man Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Beispiel 11: Wiederholt man Beispiel 9, setzt jedoch statt des Aufhellers der Formel (10) jeweils die entsprechende Menge eines Aufhellers der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15) ein, so erhält man Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Beispiel 12: Zu 15 ml einer gemäss Beispiel 8a) erhaltenen Pigmentstreichflotte werden jeweils 5 ml der in Beispiel 5 definierten Aufhellerlösungen A) bis E) zugegeben. Die Fertigstellung der Streichmasse und die Beschichtung des Papiers erfolgen wie in Beispiel 8b) und 8c) angegeben. Man erhält jeweils Papier mit hohem Weissgrad, der wesentlich höher ist als jener, der mit den einzelnen Aufheller-

formulierungen A) bis E), jedoch ohne Verbindung der Formel (6), erreicht wird.

Ersetzt man in den Aufhellerlösungen A) bis E) den Aufheller der Formel (10) durch entsprechende Mengen an Aufheller der Formel (11), (12), (13), (14) oder (15), so kommt man zu Papier mit ähnlich hohem Weissgrad.

Beispiel 13:

a) 600 ml entsalztes Wasser, 10 ml konz. Ammoniak und 35 g Kasein werden in ein 2 l-Becherglas gegeben und unter Rühren innerhalb 10 Minuten auf 70° C erwärmt. Man rührt weitere 15 Minuten bei 70 - 75°C. Man erhält eine trübe, sandfarbene, kolloidale Lösung. Die auf 30° C abgekühlte Kasein-Lösung wird einer Mischung aus 50 ml des Natriumsalzes einer Polycarbonsäure (wässrige Lösung 1:50) und 400 g China-Clay SPS zugegeben. Die erhaltene Mischung wird 3 Minuten langsam gerührt. Sodann wird das Rührwerk abgestellt und mit einem Schaber das eventuell an der Wandung haftende Pigment abgeschabt. Anschliessend wird nochmals 2 Minuten langsam gerührt. Sodann werden unter Rühren 3 ml konz. Ammoniak und 80 ml Styrol-Butadien-Latex zugefügt und weitere 3 Minuten langsam gerührt. Abschliessend werden 50 ml eines mit 9,7 Mol Äthylenoxid äthoxyliertes 4-Nonylphenol (1:25) zugefügt und nochmals ca. 15 Sekunden gerührt.

Die so hergestellte Flotte wird durch ein Nickelsieb entlüftet und von Agglomeraten und gröberen Verunreinigungen befreit. Dann wird die Masse in einen 1 Liter Erlenmeyer-Kolben gegeben und mit entsalztem Wasser auf ein Gewicht von 1260 g pro Liter eingestellt.

b) 15 ml der gemäss a) erhaltenen Kunstdruckstreichflotte werden mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die aus 11,6 g des Aufhellers der Formel (10), 20 g des sauren Phosphorsäureesters eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (6), 10 g eines mit 9,7 Mol

Aethylenoxyd äthoxylierten 4-Nonylphenols, 15 g Aethylenglykol, 18 g Polyäthylenglykol 300 und 25,4 g Wasser besteht. Die erhaltene Masse wird auf einem Magnetrührer homogen vermischt.

c) Nach einer Wartezeit von ca. 20 Minuten wird die gemäss b) erhaltene Streichmasse nochmals gerührt und damit vorbereitete Streifen Streichrohpapier in üblicher Weise beschichtet. Man erhält auf diese Weise ein Papier, dessen Weissgrad deutlich höher ist als der eines Vergleichspapiers, das mit einer Streichflotte beschichtet ist, die keine Verbindung der Formel (6) enthält.

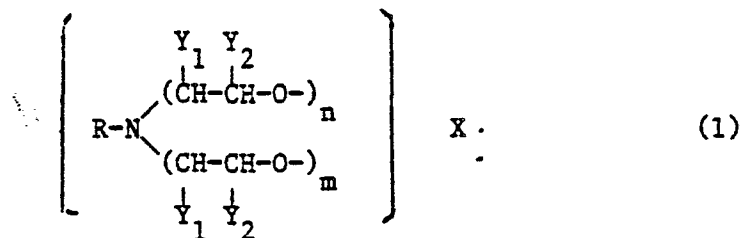
Beispiel 14: Beispiel 13 wird wiederholt, wobei jedoch bei der Herstellung der Kunstdruckstreichmasse gemäss Beispiel 13a) zusätzlich 14 g der Verbindung der Formel (6) zugesetzt wurden. 15 ml der ansonsten wie in Beispiel 13a) beschrieben hergestellten Streichmasse werden dann mit 5 ml einer Aufhellerlösung versetzt, die aus 11,6 g des Aufhellers der Formel (10) und 88,4 g Wasser besteht. Die weitere Aufarbeitung erfolgt wie in Beispiel 13 beschrieben. Man erhält ebenfalls ein Papier mit einem wesentlich höherem Weissgrad als jenes, das durch Beschichtung mit einer entsprechenden Streichflotte erhalten wurde, die die Verbindung der Formel (6) nicht enthält.

In den Beispielen 13 und 14 können mit gleichem Erfolg statt des Aufhellers der Formel (10) jene der Formel (11), (12), (13), (14) und (15) verwendet werden.

Ersetzt man in den Vorschriften der Beispiele 8 bis 14 jeweils den sauren Ester der Formel (6) durch einen solchen der Formel (6a), (6b) oder (6c), so erhält man ebenfalls gut aufgehelltes Papier, das einen höheren Weissgrad aufweist als Papier, das mit einer Streichflotte bestrichen wird, die keinen derartigen sauren Ester enthält.

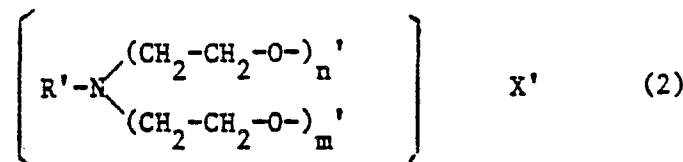
Patentansprüche

1. Verfahren zur Erhöhung bzw. Verbesserung des Weisseffektes beim optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier oder Karton mit Hilfe von Aufhellern der Bis-triazinylamino-stilben-2,2'-disulfonsäurereihe, dadurch gekennzeichnet, dass man den Streichmassen neben dem jeweiligen Aufheller einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel



oder dessen Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatz einverleibt, worin R einen aliphatischen Kohlenwasserstoffrest mit 8 - 22 C-Atomen, Y₁ und Y₂ beide Wasserstoff oder eines dieser beiden Symbole Wasserstoff und das andere Methyl, X den Säurerest der Phosphorsäure, wobei die sauren Wasserstoffatome dieses Restes durch Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsatzionen ersetzt sein können, und m und n ganze Zahlen bedeuten, wobei die Summe n + m zwischen 2 und 30 liegt.

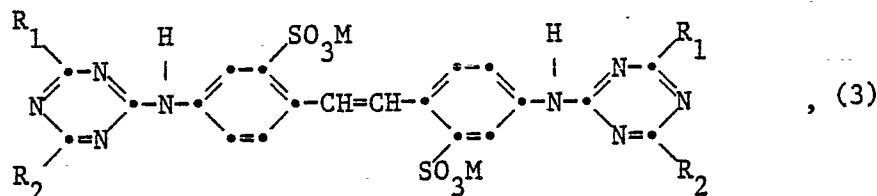
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes einen solchen der Formel



einsetzt, worin R' einen Alkyl- oder Alkenylrest mit 10 bis 18 C-Atomen, vorzugsweise den Laurylrest oder den Kohlenwasserstoffrest des Talgfettamins, X' den Säurerest der Phosphorsäure, wobei die sauren Wasserstoffatome dieses Restes auch durch Alkalimetall- oder Ammoniumionen ersetzt sein können, und n' und m' ganze Zahlen bedeuten, wobei

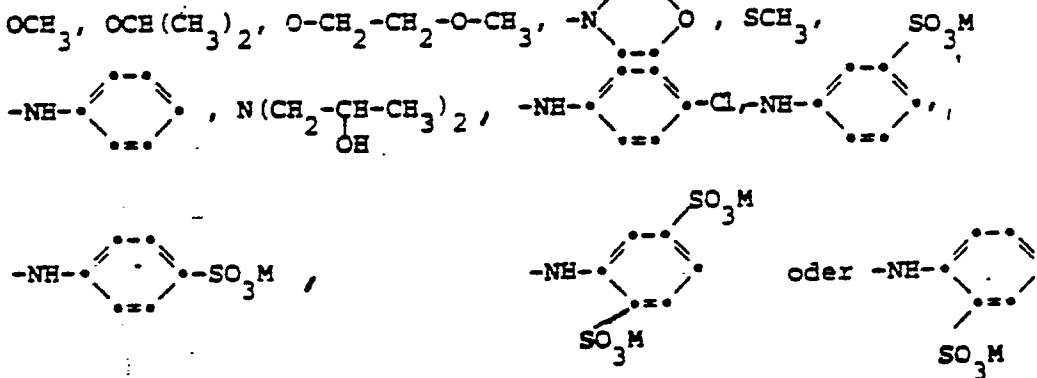
die Summen $n' + m'$ zwischen 4 und 20, insbesondere zwischen 6 und 8, liegt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass man als Aufheller einen solchen der Formel

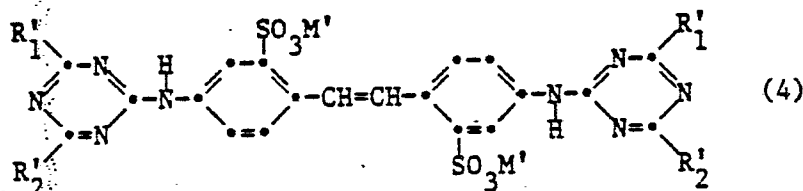


worin

R_1 und R_2 NH_2 , NH-CH_3 , $\text{NH-C}_2\text{H}_5$, $\text{N(CH}_3)_2$, $\text{N(C}_2\text{H}_5)_2$, $\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$, $\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$, $\text{N(CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH)}_2$, $\text{N(CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH)}_2$, $\text{N(CH}_3)(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH})$, $\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$, $\text{NH-CH}_2\text{-CH}_2\text{-SO}_3\text{M}$, OH , OCH_3 , $\text{OCH(CH}_3)_2$, $\text{O-CH}_2\text{-CH}_2\text{-O-CH}_3$, $\text{-N} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{O}$, SCH_3 , SO_3M

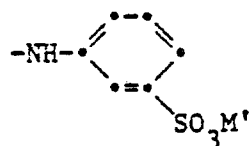


und M Wasserstoff, ein Alkalimetall-, Ammonium- oder Aminsäure- bedeuten, vorzugsweise der Formel



verwendet,

worin R'_1 $\text{-NHCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$, $\text{-N(CH}_2\text{CH}_2\text{OH)}_2$, $\text{-N(CH}_2\text{CH}_3)_2$ oder $\text{-N} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{O}$,
 R'_2 $\text{-NH-} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{SO}_3\text{M}'$, $\text{-NH-} \begin{array}{c} \diagup \\ \diagdown \end{array} \text{SO}_3\text{M}'$ oder



und M' Wasserstoff oder ein Alkalimetallion, ein Ammonium-, Diäthanolammonium- oder Triäthanolammoniumion

bedeuten.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass man der Streichmasse neben Aufheller und saurem Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes noch nichtionische oder anionische Tenside, organische Lösungsvermittler und/oder polare organische Verbindungen zusetzt.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass man als Lösungsvermittler hydrophile organische Lösungsmittel wie etwa niedere einwertige Alkohole, mehrwertige Alkohole, Aetheralkohole, Glykole, Polyglykole, Glykol- und Polyglykoläther, Amide, Amine und/oder als polare organische Verbindungen Dimethylsulfoxid, Dimethylmethanphosphonat, Dimethylsulfon, Sulfolan, Äthylen- oder Propylencarbonat und Harnstoff oder substituierte Harnstoffe zusetzt.

6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass man als nichtionische Tenside Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden an höhere Fettsäuren, Fettsäureamide, aliphatische Alkohole, Mercaptane oder Amine, an Alkylphenole, Alkylthiophenole oder Phenylphenole, Blockpolymere aus Äthylenoxiden und höheren Alkylenoxiden, nicht-ionische Ester der Anlagerungsprodukte von Alkylenoxiden, Ester von Polyalkoholen, N-acylierte Alkanolamine und deren Anlagerungsprodukte mit Äthylenoxid und Reaktionsprodukte aus höheren Fettsäuren mit einem Alkanolamin und/oder als anionische Tenside Alkylenoxidaddukte mit Sulfat- oder anderen Säureresten, Sulfate N-acylierter Alkanolamine und sulfatierte veresterte Polyoxyverbindungen zusetzt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man den Aufheller mit dem sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes und gegebenenfalls mit fakultativen, in den Ansprüchen 4 bis 6 definierten Hilfsmitteln und gegebenenfalls Wasser mischt und diese Mischung der Streichmasse einverleibt.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass man den Aufheller, den sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes und gegebenenfalls die in den Ansprüchen 4 bis 6 definierten fakultativen Hilfsmittel unabhängig voneinander getrennt der Streichmasse einverleibt.

9. Optisch aufgehellte Streichmasse für die Beschichtung von Papier und Karton, enthaltend einen optischen Aufheller der Bis-triazinylaminostilben-2,2'-disulfonsäurereihe, vorzugsweise einen solchen der Formel (3), insbesondere einen solchen der Formel (4) und einen sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes der Formel (1), vorzugsweise einen solchen der Formel (2).

10. Streichmasse nach Anspruch 9, die neben dem optischen Aufheller und dem sauren Phosphorsäureester eines Fettamin-oxalkylierungsproduktes nichtionische oder anionische Tenside, vorzugsweise solche, die in Anspruch 6 definiert sind, organische Lösungsvermittler und/oder polare organische Verbindungen, vorzugsweise solche, die in Anspruch 5 definiert sind, enthält.

11. Mit einer in Anspruch 9 oder 10 definierten Streichmasse beschichtetes Papier oder Karton.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0043790

Nummer der Anmeldung

EP 81 81 0008

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
A	DE - A - 2 412 785 (BAYER) * Patentansprüche 1-5; Seiten 7,8; Seite 10, zweiter und dritter Absatz *	1,4,5	D 21 H 1/28
	US - A - 4 183 766 (F.E. WOODWARD) * Insgesamt *	1,10,11	
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
			C 09 D 7/12 -17/00 D 06 L 3/12 D 21 H 1/22 3/80
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
			X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus ändern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	07-10-1981	NESTBY	