

⑫

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

⑲ Anmeldenummer: **88810563.2**

⑤① Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 09 D 5/00**

⑳ Anmeldetag: **17.08.88**

**D 06 L 3/12, D 21 H 1/28,**  
**G 03 C 1/92**

③① Priorität: **26.08.87 CH 3263/87**

④③ Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**08.03.89 Patentblatt 89/10**

⑧④ Benannte Vertragsstaaten:  
**CH DE ES FR GB IT LI SE**

⑦① Anmelder: **CIBA-GEIGY AG**  
**Klybeckstrasse 141**  
**CH-4002 Basel (CH)**

⑦② Erfinder: **Rohringer, Peter**  
**Sechsjuchartenstrasse 1**  
**CH-4124 Schönenbuch (CH)**

⑤④ **Dispersionsaufheller-Präparate.**

⑤⑦ Beschrieben werden Dispersionsaufheller-Präparate, die spezifische über 40°C bis 200°C schmelzende, wasserunlösliche aromatische oder C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>-fettalkoholische Hilfsmittel enthalten. Die Präparate werden verwendet zum Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier, Karton, Holz, Folien, Textilstoffen, nichtgewebten Materialien und Baustoffen.

**EP 0 306 447 A1**

## Beschreibung

## Dispersionsaufheller-Präparate

Die vorliegende Erfindung betrifft neue feste und flüssige Dispersionsaufheller-Präparate, deren Herstellung sowie deren Verwendung zum Aufhellen von Streichmassen z.B. für die Beschichtung von Papier, Karton, Holz, Folien, Textilstoffen, nichtgewebten Materialien und Baustoffen.

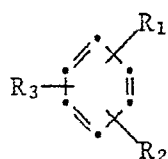
Es ist bekannt, Streichmassen für die Beschichtung von glatten Oberflächen mittels anionischer Verbindungen aus der Reihe der Triazinylflavonsäure optisch aufzuhellen. Gute Weissgrade liefert diese Stoffklasse jedoch nur in Streichmassen, die natürliche Bindemittel, wie Casein, Stärke, Protein oder Gelatine, enthalten.

Für die heute gebräuchlichen Streichmassen, die überwiegend synthetische Latex-Binder auf Basis von z.B. Copolymeren aus Styrol-Butadien-Acrylsäureestern oder Styrol-Butylacrylat enthalten, wurde daher vorgeschlagen, Dispersionsaufheller in Gegenwart von Dispergatoren und gegebenenfalls nichtionogenen Emulgatoren zu verwenden (GB-1294173, GB-1349934). Nachteil dieser Verfahren ist der geringe maximal erreichbare Weissgrad und die starke Abhängigkeit des Weissgrades von der Trocknungstemperatur.

Andere Lösungsvorschläge bestanden darin, durch Einarbeitung organischer Lösungsmittel (DE-A-2242597) und zusätzlicher Lösungsvermittler (DE-A-2806195) die Aufhelleffekte zu verbessern. Diese Formulierungen sind jedoch in der Praxis nur bedingt einsetzbar, da bei der Verdampfung der Lösungsmittel explosionsgefährliche Luftgemische entstehen können und die Lösungsmitteldämpfe zu gesundheitlichen Gefährdungen im Betrieb und zu Umweltbelastigungen führen können.

Es wurde nun gefunden, dass Präparate, die neben mindestens einem Dispersionsaufheller und mindestens einem Dispergator und/oder Emulgator, gegebenenfalls weiteren Zusätzen und Wasser noch mindestens ein spezifisches über 40° C bis 200° C, vorzugsweise bis 120° C schmelzendes, wasserunlösliches aromatisches oder C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub> fettalkoholisches Hilfsmittel oder Hilfsmittelgemisch enthalten überraschenderweise diese Nachteile nicht zeigen.

Als derartige Hilfsmittel werden Cetylalkohol und vor allem Verbindungen der Formel



(I),

verwendet,

worin R<sub>1</sub> = -COOR, -COR, SO<sub>2</sub>NHR, R oder OH, und

R<sub>2</sub> = H, -COOR, -COR, SO<sub>2</sub>NHR oder R,

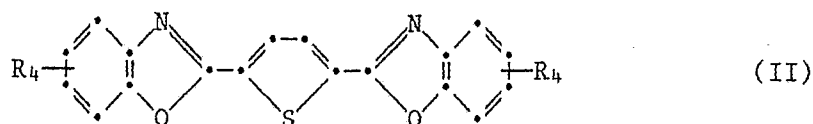
R<sub>3</sub> = H oder Phenylen,

mit R = gegebenenfalls mit C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkyl oder Phenyl substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkyl oder Phenyl bedeutet.

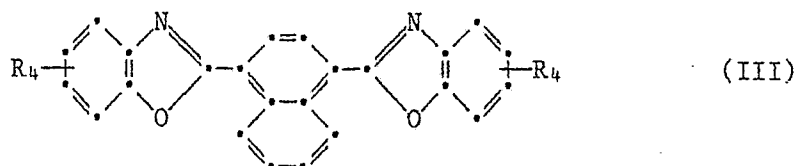
Es handelt sich dabei beispielsweise um folgende Verbindungen: Benzylphenylketon, Salicylsäurephenylester, Benzophenon, Dibenzyl, p-Benzylbiphenyl, Benzolsulfanilid, 1-Hydroxi-2-phenylnaphthoat, Terephthalsäurediphenylester, Terephthalsäuredimethylester und/oder Phthalsäuredicyclohexylester (PDCH).

Diese Hilfsmittel werden in Mengen von 0,1 bis 150 Teile, insbesondere in Mengen von 1 bis 100 Teile und vor allem in Mengen von 9 bis 100 Teile bezogen auf 1 Teil Dispersionsaufheller eingesetzt.

Als Dispersionsaufheller werden wasserunlösliche bzw. in Wasser schwerlösliche Aufheller wie zum Beispiel in der DE-A-2806195 beschrieben, bevorzugt jedoch Dispersionsaufheller aus der Klasse der Cumarine und/oder Benzoxazole, insbesondere Benzoxazolyl-thiophene verwendet. Die Dispersionsaufheller sind bekannt. Von besonderem Interesse sind die Aufheller und Mischungen von Aufhellern der Formel

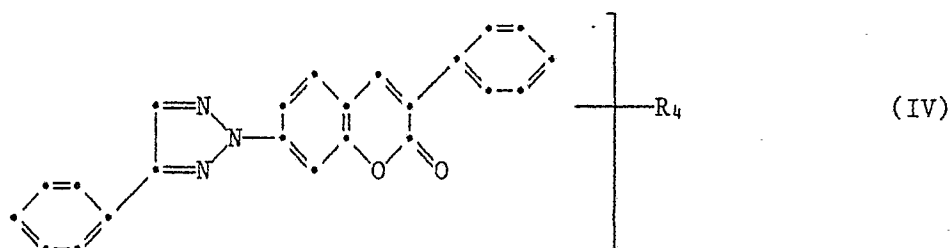


5



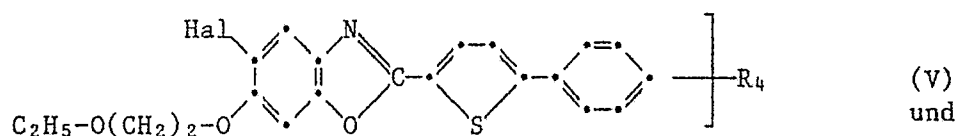
10

15



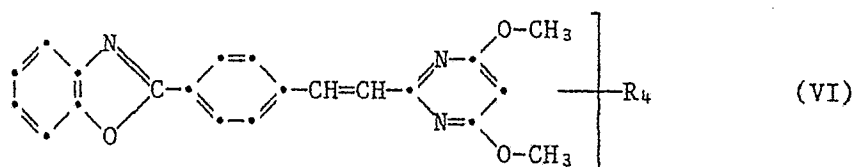
20

25



30

35



40

45

worin  $R_4$  = Wasserstoff oder unabhängig voneinander  $C_1$ - $C_6$ -Alkyl bedeutet.

Als Dispergatoren und/oder Emulgatoren enthält das erfindungsgemäße Präparat übliche anionische oder kationische und/oder nichtionogene Emulgatoren und/oder Dispergatoren, vorzugsweise in Mengen von 2-20 % insbesondere 5-10 %, bezogen auf die Summe von Dispersionsaufheller und Hilfsmittel.

50

Als anionaktive Emulgatoren seien beispielsweise genannt:

Carbonsäuren und ihre Salze, wie die Natrium-, Kalium- oder Ammoniumsalze der Laurin-, Stearin- oder Oelsäure, Acylierungsprodukte von Aminocarbonsäuren und ihre Salze, z.B. das Natriumsalz des Oleoylsarkosids. Sulfate wie Fettalkoholsulfate, z.B. Laurylsulfat und Lorolsulfat, Sulfate von Hydroxyfettsäureestern, z.B. sulfatiertes Ricinusöl, von Fettsäurehydroxyalkylamiden, z.B. sulfatiertes Kokosfettsäureethanolamid sowie Sulfate von partiell veresterten bzw. veretherten Polyhydroxyverbindungen, wie sulfatiertes Oelsäuremonoglycerid oder Glycerinethersulfate, ferner Sulfate substituierter Polyglykolether, z.B. Nonylphenolpolyglykolethersulfat. Sulfonate wie primäre und sekundäre Alkylsulfonate, z.B.  $C_{12}$ - $C_{16}$ -Paraffinsulfonsäuren bzw. deren Natriumsalze, Alkylsulfonate mit amid- oder mit esterartig gebundenen Acylresten wie Oleyl-methyl-taurid und Sulfonate von Polycarbonsäureestern wie Di-iso-octylsulfatobbernsteinsäureester; ferner solche mit aromatischen Gruppen wie Alkylbenzol-, z.B. Dodecylbenzol-, Alkyl-naphthalin-, wie Dibutyl-naphthalin und Alkylbenzimidazol-, wie Tetradecylbenzimidazol-sulfonate.

55

60

Als nichtionogene Emulgatoren seien beispielsweise genannt:

Ester und Ether von Polyalkoholen, wie Alkylpolyglykolether, z.B. Laurylalkohol oder Oleylalkohol, Polyethylenglykolether, Acylpolyglykolether wie Oelsäurepolyglykolether, Alkylarylpolyglykolether wie die

65

Ethoxylierungsprodukte des Nonyl- und Dodecylphenols, acylierte Amino-alkanolpolyglykolether, ferner die bekannten nichtionogenen Tenside, die sich von Fettaminen wie Stearylamin, Fettsäureamiden oder von Zuckern und deren Derivaten ableiten.

Bei den anionischen Dispergiermitteln handelt es sich um die üblichen Dispergiermittel, z.B. um Kondensationsprodukte von aromatischen Sulfonsäuren mit Formaldehyd oder Ligninsulfonate, z.B. die unter der Bezeichnung Sulfitablaue erhältlichen Verbindungen. Besonders geeignet sind jedoch Naphthalinsulfonsäure/Formaldehyd-Kondensationsprodukte. Es können auch Gemische dieser Dispergiermittel verwendet werden.

Als nichtionogene Dispergiermittel seien Ethylenoxid-Addukte aus der Klasse der Anlagerungsprodukte von Ethylenoxid an höhere Fettsäuren, gesättigte oder ungesättigte Fettalkohole, Mercaptane, Fettsäureamide, Fettsäurealkylolamide oder Fettamine oder Alkylphenole oder Alkylthiophenole mit mindestens 7 Kohlenstoffatomen im Alkylrest, ferner Ricinolsäureester oder Hydroxyabietylalkohol genannt. Einzelne der Ethylenoxideinheiten können durch andere Epoxide, wie z.B. Styroloxid oder insbesondere Propylenoxid, ersetzt sein.

Als Ethylenoxid-Addukte sind im einzelnen genannt:

- a) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettalkoholen mit 8 bis 20 C-Atomen, mit 20 bis 100 Mol Ethylenoxid pro Mol Alkohol;
- b) Umsetzungsprodukte von Alkylphenolen mit 7 bis 12 C-Atomen im Alkylrest mit 5 bis 20 Mol, vorzugsweise 8 bis 15 Mol, Ethylenoxid je Mol phenolische Hydroxylgruppe;
- c) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettaminen mit 8 bis 20 C-Atomen mit 5 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol Amin;
- d) Umsetzungsprodukte von gesättigten und/oder ungesättigten Fettsäuren mit 8 bis 20 C-Atomen mit 5 bis 20 Mol Ethylenoxid je Mol Fettsäure;
- e) ein Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Ricinolsäureester und 15 Mol Ethylenoxid;
- f) ein Umsetzungsprodukt aus 1 Mol Hydroxyabietylalkohol und 25 Mol Ethylenoxid.

Auch Gemische der Ethylenoxid-Addukte nach a) bis f) untereinander sind verwendbar. Diese Gemische erhält man durch Mischen einzelner Umsetzungsprodukte oder direkt durch Ethoxylierung eines Gemisches der den Addukten zugrundeliegenden Verbindungen. Bevorzugt wird ein ethoxyliertes Nonylphenol eingesetzt.

Als kationische Dispergatoren kommen zum Beispiel quaternäre Fettaminpolyglykolether in Frage.

Zudem kann das Präparat noch 45-95 % Wasser sowie Konservierungs- und Entschäumungsmittel enthalten. Die festen Präparate werden jedoch bevorzugt.

Die Herstellung der erfindungsgemässen Präparate erfolgt durch einfaches Mischen oder Trockenmahlung der Komponenten oder dadurch, dass der Dispersionsaufheller und das Hilfsmittel gegebenenfalls in Gegenwart von Dispergatoren und/oder Emulgatoren zusammengeschmolzen, erstarren gelassen und anschliessend gegebenenfalls in Gegenwart von Dispergatoren und/oder Emulgatoren trockengemahlen oder gegebenenfalls nassgemahlen werden.

Die erfindungsgemässen Präparate eignen sich zum Aufhellen der in der Papierindustrie üblicherweise verwendeten Streichmassen und zwar zum Aufhellen von unpigmentierten, insbesondere aber von pigmentierten Streichmassen. Diese bekannten Streichmassen enthalten als Bindemittel u.a. Kunststoffdispersionen auf Basis von Copolymerisaten aus Butadien-Styrol, Acrylnitril-Butadien-Styrol, Acrylsäureestern, Ethylen-Vinylchlorid und Ethylen-Vinylacetat; Homopolymerisaten, wie Polyvinylchlorid, Polyvinylidenchlorid, Polyethylen und Polyvinylacetat oder Polyurethanen. Ein bevorzugtes Bindemittel besteht aus Styrol-Butylacrylat- oder Styrol-Butadien-Acrylsäure-Mischpolymerisaten. Weitere Polymerlatices sind beispielsweise in den US-PS-3265654, 3657174, 3547899 und 3240740 beschrieben. Das erfindungsgemässe Präparat wird zum Beispiel mittels Schmelzemulgierung in diese Bindemittel eingearbeitet.

Zum Pigmentieren der Streichmassen dienen üblicherweise Aluminiumsilikate wie China-Clay und Kaolin, ferner Bariumsulfat, Satinweiss, Titandioxid oder Calciumcarbonat (Kreide).

Rezepturen solcher bekannter Streichmassen für Papier sind beispielsweise in J.P. Casey "Pulp and Paper"; Chemistry and Chemical Technology, 2. Ed. Vol. III, S. 1648-1649 und in Mc Graw-Hill "Pulp and Paper Manufacture", 2. und 5. Ed. Vol. II, S. 497, beschrieben.

Die erfindungsgemässen Streichmassen enthalten vorzugsweise 30 bis 70 % eines Weisspigmentes. Das Bindemittel wird vorzugsweise in einer Menge verwendet, die ausreicht, dass der Trockengehalt an polymerer Verbindung 1 bis 30 Gewichtsprozent, vorzugsweise 5 bis 25 Gewichtsprozent des Weisspigmentes ausmacht. Die Menge des erfindungsgemässen Aufhellerpräparats berechnet sind derart, dass der Dispersions-Aufheller in Mengen von 0,001 bis 1 Gewichtsprozent, insbesondere 0,01 bis 0,55 Gewichtsprozent, bezogen auf Weisspigment, vorliegt.

Die erfindungsgemässe Streichmasse kann dadurch hergestellt werden, dass man die Komponenten in beliebiger Reihenfolge bei Temperaturen von 10 bis 100°C, vorzugsweise 20 bis 80°C, mischt. Zu den Komponenten zählen hier auch die üblichen Hilfsmittel, die zur Regulierung der rheologischen Eigenschaften wie Viskosität oder Wasserrückhaltevermögen der Streichmassen eingesetzt werden können. Solche Hilfsmittel sind z.B. natürliche Bindemittel wie Stärke, Casein, Protein oder Gelatine, Celluloseether wie Carboxyalkylcellulose oder Hydroxyalkylcellulose, Alginsäure, Alginate, Polyethylenoxid oder Polyethylenoxi-dalkylether, Mischpolymerisate von Ethylenoxid und Propylenoxid, Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon, wasserlösliche Kondensationsprodukte von Formaldehyd mit Harnstoff oder Melamin, Polyphosphate oder

polyacrylsäure Salze.

Die erfindungsgemässe Streichmasse kann zum Beschichten von Papier, Holz, Folien wie z.B. Polypropylen, Polyethylen, Polyester, Cellulose, Cellulosetriacetat, Textilstoffen, nicht gewebten Materialien und geeigneten Baustoffen wie z.B. Tapeten, Raumverkleidungen, Kunststoffüberzügen verwendet werden. Besonders bevorzugt ist die Anwendung auf Papier und Karton sowie Photopapieren.

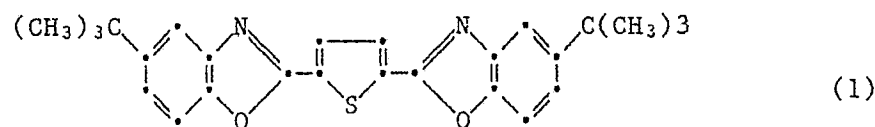
Die Streichmasse kann auf das Substrat durch jedes herkömmliche Verfahren aufgebracht werden, beispielsweise mit einem Luftmesser, einem Streichmesser, einer Bürste, einer Rolle, einer Rakel oder einem Stab, worauf dann die Beschichtung z.B. mit Infrarottrocknern und/oder Heisslufttrocknern bei Paperoberflächentemperaturen im Bereich von 70 bis 200°C, vorzugsweise 90 bis 130°C, bis auf eine Restfeuchte von 3-6 % getrocknet werden. Vergleichbar hohe Weissgrade werden somit schon bei niedrigen Trocknungstemperaturen erreicht.

Durch die Verwendung der erfindungsgemässen Präparate bzw. Hilfsmittel zeichnen sich die erhaltenen Beschichtungen durch eine optimale Verteilung der Dispersions-Aufheller über die gesamte Oberfläche und eine dadurch bedingte Steigerung des Weissniveaus sowie eine hohe Lichteinheit aus.

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele näher erläutert, worin alle Teile und Prozentangaben in Gewicht ausgedrückt sind, sofern nichts anderes angegeben ist.

#### Beispiel 1:

Der Aufheller der Formel



wird mit den in Tabelle 1 angegebenen Teilen der Komponenten bei Raumtemperatur während 15 Stunden in einer Glasperlenrührmühle (Glasperlendurchmesser 2 mm) in Gegenwart von Wasser gemahlen.

#### Beispiel 2

Der Aufheller gemäss Beispiel 1 wird mit den in Tabelle 2 angegebenen Komponenten und Teilen zusammengeschmolzen, nach Abkühlung trockengemahlen und anschliessend gemäss Beispiel 1 in Wasser dispergiert.

Tabelle 1

| Pröp.-<br>Nr. | Teile Hilfsmittel    | Teile Aufheller<br>gem. Beispiel 1 | Naphtthalinsulfonsäure/<br>Formaldehyd | Nonylphenol (35 AeO) |
|---------------|----------------------|------------------------------------|----------------------------------------|----------------------|
| 1.1           | 90 PDCH              | 10                                 | 5 %                                    | 10 %                 |
| 1.2           | 90 PDCH              | 10                                 | 10 %                                   |                      |
| 1.3           | 90 PDCH              | 10                                 |                                        |                      |
| 1.4           | 85 PDCH              | 15                                 | 10 %                                   |                      |
| 1.5           | 90 Benzophenon       | 10                                 | 10 %                                   |                      |
| 1.6           | 90 Dibenzyl          | 10                                 | 10 %                                   |                      |
| 1.7           | 90 Benzylphenylketon | 10                                 | 10 %                                   |                      |

Die erhaltenen homogenen Dispersionen sind glessbar und lagerstabil. Die Prozentangaben in Tabelle 1 beziehen sich auf die Summe an Trockensubstanz von Aufheller und Hilfsmittel

Tabelle 2

| Präp.-<br>Nr. | Teile Hilfsmittel | Teile Aufheller | Naphtthalinsulfonsäure/<br>Formaldehyd | Nonylphenol (35 AeO) |
|---------------|-------------------|-----------------|----------------------------------------|----------------------|
| 2.1           | 90 PDCH           | 10              | 5 %                                    | 5 %<br>10 %          |
| 2.2           | 90 PDCH           | 10              | 10 %                                   |                      |
| 2.3           | 90 PDCH           | 10              |                                        |                      |
| 2.4           | 90 PDCH           | 10              |                                        |                      |
| 2.5           | 85 PDCH           | 15              | 10 %                                   |                      |
| 2.6           | 80 PDCH           | 20              | 10 %                                   |                      |
| 2.7           | 90 Benzophenon    | 10              | 10 %                                   |                      |

Die erhaltenen homogenen Dispersionen sind giessbar und lagerstabil. Die Prozentangaben in Tabelle 2 beziehen sich auf die Summe an Trockensubstanz von Aufheller und Hilfsmittel.

Beispiel 3:a) Herstellung der Streichmasse

700 g eines handelsüblichen Kaolinpigments und 300 g eines handelsüblichen Calciumcarbonatpigments werden mit 385 g Wasser, 5 g eines Dispergators auf Basis Na-salz einer Polycarbonsäure bei einem pH von ca. 9 und unter Einwirkung starker Scherkräfte dispergiert. Zu der entstehenden Pigmentdispersion werden 240 g einer handelsüblichen 50 %igen Polymerdispersion auf Basis von Styrol-Butylacrylat-Copolymer Acronal S 320 D der BASF) und eine der in den Beispielen 1 bis 2 beschriebenen Aufhellerdispersion zugesetzt und verrührt. Der Einsatz des Aufhellers beträgt 0,3 %, bezogen auf die eingesetzte Menge Pigment. Anschliessend wird die Streichfarbe durch Verdünnung mit Wasser auf einen Feststoffgehalt von 50 % eingestellt.

b) Aufbringung des Papierstrichs

Der Strich wird auf holzfreies und nach den üblichen Methoden sauer geleimtes Streichrohrpapier mit Hilfe einer Handrakel aufgebracht, so dass das Strichgewicht nach der Trocknung mit Hilfe eines IR-Strahlers ca. 15 g pro m<sup>2</sup> beträgt. Die nach dieser Trocknung noch vorhandene Restfeuchte beträgt ca. 2 %.

c) Weissgradbestimmung

Die Weisse der Beschichtung wird nach "Ciba-Geigy-Weissgrad" ermittelt, wie in "Stand der instrumentellen Weissbewertung unter besonderer Berücksichtigung der Beleuchtung", Textilveredlung 5/1983, S. 157-162 beschrieben. Der Weissgrad der Präparate 1.1 bis 2.7 ist in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3

| Beispiel | Präparat Nr. | Ciba-Geigy-Weissgrad |
|----------|--------------|----------------------|
| 1        | 1.1          | 116,0                |
|          | 1.2          | 118,0                |
|          | 1.3          | 109,0                |
|          | 1.4          | 101,2                |
|          | 1.5          | 68,5                 |
|          | 1.6          | 92,3                 |
|          | 1.7          | 109,1                |
| 2        | 2.1          | 127,5                |
|          | 2.2          | 124,6                |
|          | 2.3          | 112,8                |
|          | 2.4          | 112,0                |
|          | 2.5          | 111,1                |
|          | 2.6          | 103,7                |
|          | 2.7          | 96,8                 |

Beispiel 4:

Es wird eine Streichmasse ohne Hilfsmittelzusatz, jedoch mit 0,3 % des Aufhellers gemäss Beispiel 1 und

den in Tabelle 4 genannten Dispergatoren analog dem im Beispiel 3 angewendeten Vorgehen hergestellt und appliziert (Präparate 4.1 bis 4.4). Die Resultate der Weissgradmessung sind in Tabelle 4 denjenigen entsprechenden Präparaten des Beispiels 2 gegenüber gestellt.

Tabelle 4

| Präp.<br>Nr. | Naphthalinsulfon-<br>säure/Formaldehyd<br>(in % bezogen auf den Aufheller) | Nonylphenol<br>(35 AeO) | Ciba-Geigy-<br>Weissgrad |       | Präp.<br>Nr. |
|--------------|----------------------------------------------------------------------------|-------------------------|--------------------------|-------|--------------|
| 4.1          | 5 %                                                                        |                         | 62,2                     | 127,5 | 2.1          |
| 4.2          | 10 %                                                                       |                         | 59,5                     | 124,6 | 2.2          |
| 4.3          |                                                                            | 5 %                     | 75,3                     | 112,8 | 2.3          |
| 4.4          |                                                                            | 10 %                    | 73,7                     | 112,0 | 2.4          |

Beispiel 5:

a) Der Aufheller der Formel (1) wird mit den in Tabelle 5 angegebenen Komponenten und Teilen zusammengesmolzen und nach Abkühlung trockengemahlen.

b) Das so erhaltene feste pulverförmige Präparat wird in eine 90°C heisse Lösung aus 9 %igem wässrigem Polyvinylalkohol (Mowiol 4-98 der Firma Hoechst) eingetragen und durch Anwendung von Scherkräften schmelzemulgiert. Anschliessend wird soviel dieser wässrigen Formulierung mit der Pigmentdispersion gemäss Beispiel 3a) verrührt, dass die entstehende Streichfarbe 0,4 % Polyvinylalkohol bezogen auf die Menge an Pigment enthält. Der Einsatz von Aufheller beträgt 0,3 % oder 0,1 % bezogen auf die eingesetzte Menge Pigment.

Die so erhaltene Streichfarbe wird durch Verdünnung mit Wasser auf einen Feststoffgehalt von 50 % eingestellt, gemäss Beispiel 3b) aufgetragen und der Weissgrad gemäss Beispiel 3c) bestimmt. Die Weissgrade sind Tabelle 5 zu entnehmen.

Tabelle 5

| Präp.<br>Nr. | Teile Hilfsmittel                | Teile Aufheller | Emulgator <sup>2)</sup><br>100 % Trocken-<br>gehalt | Weissgrad<br>bei 0,3 %<br>Aufheller-<br>einsatz <sup>1)</sup> |
|--------------|----------------------------------|-----------------|-----------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|
| 5.0          | ohne                             | ohne            | ohne                                                | 41                                                            |
| 5.1          | 100 PDCH                         | 1               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 151                                                           |
| 5.2          | 100                              | 2               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 138                                                           |
| 5.3          | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 112                                                           |
| 5.4          | 100                              | 20              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 91                                                            |
| 5.5          | 100                              | 100             | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 63                                                            |
| 5.6          | 100 Benzophenon                  | 1               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 124                                                           |
| 5.7          | 100                              | 2               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 127                                                           |
| 5.8          | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 106                                                           |
| 5.9          | 100                              | 20              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 93                                                            |
| 5.10         | 100                              | 100             | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 65                                                            |
| 5.11         | 100 Cetylalkohol                 | 1               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 144                                                           |
| 5.12         | 100                              | 2               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 146                                                           |
| 5.13         | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 95                                                            |
| 5.14         | 100 Salicylsäure-<br>phenylester | 1               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 139                                                           |
| 5.15         | 100                              | 2               | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 117                                                           |
| 5.16         | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 72                                                            |
| 5.17         | 100 PDCH                         | 10              | 5 % Emulgator <sup>4)</sup>                         | 101                                                           |
| 5.18         | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>5)</sup>                         | 113                                                           |
| 5.19         | 100                              | 10              | 5 % Emulgator <sup>6)</sup>                         | 85                                                            |

1) bezogen auf die eingesetzte Menge Pigment

2) bezogen auf die Summe an Trockensubstanz von Aufhellern und Hilfsmittel

3) ethoxylierter Hydroxyabietylalkohol mit 200 Mol Ethylenoxid (EO) + 1 % 1,6-Hexamethyldiisocyanat

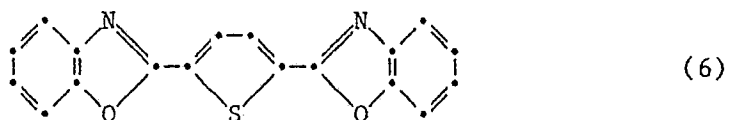
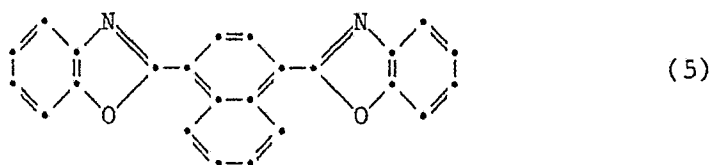
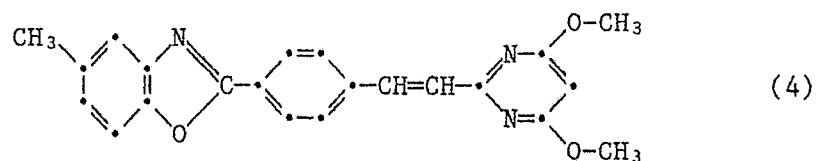
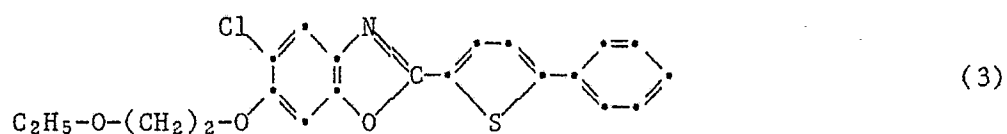
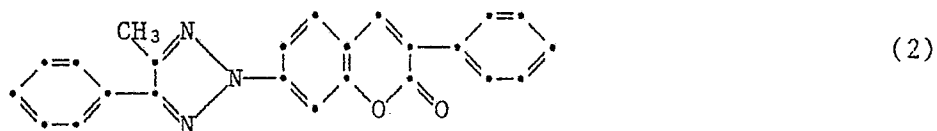
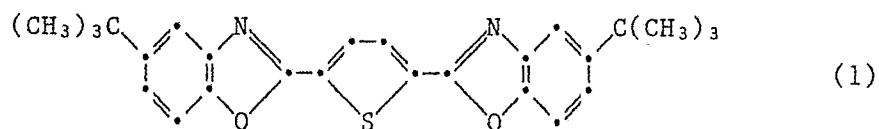
4) Polyoxyethylensorbitanmonostearat/Sorbitanmonostearat 1:1

5) ethoxylierter Stearylalkohol mit 35 Mol EO

6) ethoxyliertes Stearylamin mit 2 Mol EO

## Beispiel 6:

Gemäss Beispiel 5a werden feste Präparate mit je einem Aufheller der Formel



und den in Tabelle 6 angegebenen Komponenten und Teilen hergestellt. Diese Präparate werden gemäss Beispiel 5b) weiterverarbeitet. Die Weissgrade sind Tabelle 6 zu entnehmen.

Tabelle 6

| Präp.<br>Nr. | Teile Hilfsmittel | Teile Aufheller                                                              | Emulgator <sup>2)</sup><br>100 % Trocken-<br>gehalt | CG-Weissgrad<br>bei 0,1 %<br>Aufheller-<br>einsatz <sup>1)</sup> |
|--------------|-------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| 6.1          | 90 PDCH           | 10 Aufheller(1)                                                              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 96                                                               |
| 6.2          | 90 PDCH           | 10 Aufheller(2)                                                              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 96                                                               |
| 6.3          | 90 PDCH           | 10 Aufheller(3)                                                              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 85                                                               |
| 6.4          | 90 PDCH           | 10 Aufheller(4)                                                              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 83                                                               |
| 6.5          | 90 PDCH           | 10 Aufheller(5)                                                              | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 96                                                               |
| 6.6          | 90 PDCH           | 5 Aufheller (1)<br>5 Aufheller (6)                                           | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 90                                                               |
| 6.7          | 90 PDCH           | 2,5 Aufheller(1)<br>2,5 Aufheller(2)<br>2,5 Aufheller(4)<br>2,5 Aufheller(6) | 5 % Emulgator <sup>3)</sup>                         | 96                                                               |

1) bezogen auf die eingesetzte Menge Pigment

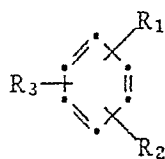
2) bezogen auf die Summe an Trockensubstanz von Aufhellern und Hilfsmittel

3) ethoxylierter Hydroxyabietylalkohol mit 200 Mol Ethylenoxid (EO) + 1 % 1,6-Hexamethylendiisocyanat

## Patentansprüche

1. Präparat enthaltend mindestens einen Dispersionsaufheller, mindestens einen Dispergator und/oder Emulgator gekennzeichnet durch einen Gehalt an mindestens einem über 40°C bis 200°C schmelzenden, wasserunlöslichen aromatischen oder C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>-fettalkoholischen Hilfsmittel oder Hilfsmittelgemisch.

2. Präparat gemäss Anspruch 1, das als Hilfsmittel Verbindungen der Formel



(I),

enthält,  
wobei R<sub>1</sub> = -COOR, -COR, SO<sub>2</sub>NHR, oder R oder OH,  
R<sub>2</sub> = H, -COOR, -COR, SO<sub>2</sub>NHR oder R,  
R<sub>3</sub> = H oder Phenylen,

mit R = gegebenenfalls mit C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkyl oder Phenyl substituiertes C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl, C<sub>3</sub>-C<sub>8</sub>-Cycloalkyl oder Phenyl bedeutet.

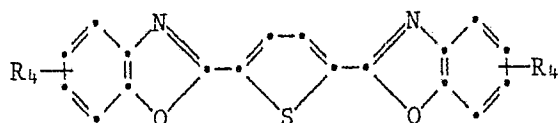
3. Präparat gemäss Anspruch 2, das als Hilfsmittel Benzylphenylketon, Salicylsäurephenylester, Benzophenon, Dibenzyl, p-Benzyl-biphenyl, Benzolsulfanilid, 1-Hydroxi-2-phenylnaphthoat, Terephthalsäurediphenylester, Terephthalsäuredimethylester, Cetylalkohol und/oder Phthalsäuredicyclohexylester enthält.

4. Präparat gemäss Anspruch 1 enthaltend 0,1-150 Teile des Hilfsmittels oder Hilfsmittelgemisches, bezogen auf 1 Teil Dispersionsaufheller, und 2-20 % Dispergator und/oder Emulgator, bezogen auf die Summe von Dispersionsaufheller und Hilfsmittel.

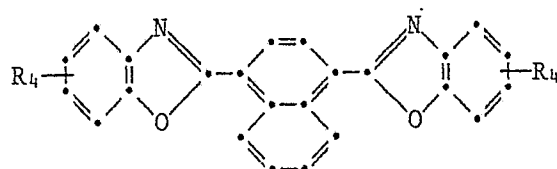
5. Präparat gemäss Anspruch 4, das 1-100 Teile Hilfsmittel bezogen auf 1 Teil Aufheller enthält.

6. Präparat gemäss Anspruch 1, das Dispersionsaufheller aus der Klasse der Cumarine und/oder Benzoxazole enthält.

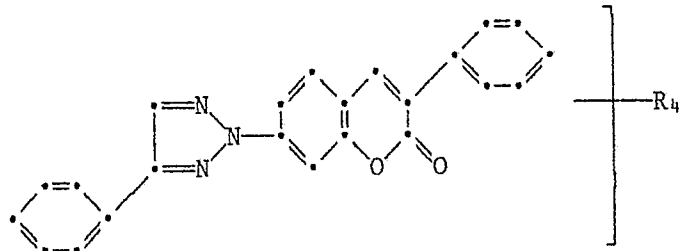
7. Präparat gemäss Anspruch 6, das als Dispersionsaufheller eine Verbindung oder Mischung von Verbindungen der Formel



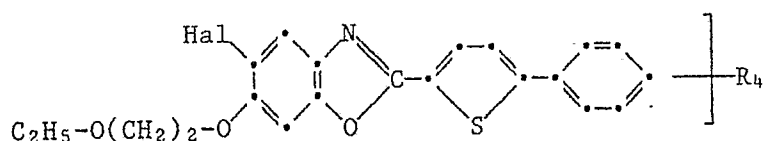
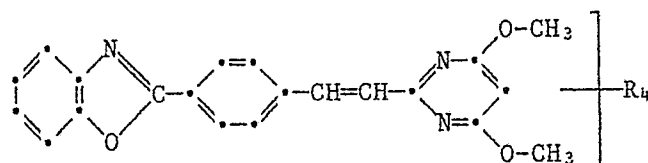
(II)



(III)



(IV)

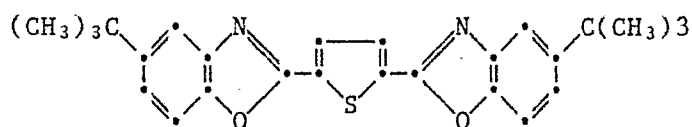
(V)  
und

(VI)

enthält,

worin R<sub>4</sub> = Wasserstoff oder unabhängig voneinander C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl bedeutet.

8. Präparat gemäss Anspruch 6, das als Dispersionsaufheller eine Verbindung der Formel



enthält.

9. Präparat gemäss Anspruch 7, das als Hilfsmittel Phthalsäuredicyclohexylester enthält.

10. Verfahren zur Herstellung der in Anspruch 1 bis genannten Präparate, dadurch gekennzeichnet, dass der Dispersionsaufheller und das Hilfsmittel zusammengeschmolzen, erstarren gelassen und anschliessend trockengemahlen werden, wobei die Dispergatoren und/oder Emulgatoren mitgeschmolzen oder nachträglich während der Trockenmahlung oder einer gegebenenfalls folgenden Nassmahlung zugefügt werden.

11. Verwendung der in einem der Ansprüche 1 bis 9 genannten Präparate zum optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier, Karton, Folien, Textilstoffen, Holz, nichtgewebten Materialien und Baustoffen.

12. Verwendung der in einem der Ansprüche 1 bis 9 genannten Präparate zum optischen Aufhellen von Streichmassen für die Beschichtung von Papier, Photopapier und Karton.

13. Wässrige Streichmasse enthaltend Weisspigmente, synthetische Binder, mindestens einen Dispersionsaufheller, mindestens einen Dispergator und/oder Emulgator und mindestens ein über 40°C bis 200°C schmelzendes, wasserunlösliches aromatisches oder C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub>-fettalkoholisches Hilfsmittel oder Hilfsmittelgemisch.

14. Verfahren zur Herstellung der in Anspruch 13 genannten Streichmasse, dadurch gekennzeichnet, dass man die Komponenten in beliebiger Reihenfolge bei Temperaturen von 10°C bis 150°C mischt bzw. schmelzemulgiert.



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 88 81 0563

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE                                                                                                                                                                                                                                  |                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------|
| Kategorie                                                                                                                                                                                                                                               | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile                                                           | Betrifft Anspruch                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                     | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)                 |
| X,Y                                                                                                                                                                                                                                                     | FR-A-2 360 104 (CIBA-GEIGY)<br>* Ansprüche 1-3,7,9,11,12; Seite 4,<br>Zeilen 25-31 *                                                          | 1,2,4,<br>10-14                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       | C 09 D 5/00<br>D 06 L 3/12<br>D 21 H 1/28<br>G 03 C 1/92 |
| X,Y                                                                                                                                                                                                                                                     | US-A-3 475 172 (A.G. BRIGHT et al.)<br>* Insgesamt *                                                                                          | 1-9,11-<br>14                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                          |
| X,Y                                                                                                                                                                                                                                                     | US-A-3 434 837 (E.B. KNOTT et al.)<br>* Figur; Spalte 1, Zeile 38 - Spalte 2,<br>Zeile 56; Spalte 4, Zeile 72 - Spalte<br>5, Zeile 72 *       | 1-5,11-<br>14                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                         |                                                          |
| X,Y                                                                                                                                                                                                                                                     | GB-A- 911 104 (WARWICK CHEMICAL LTD)<br>* Seite 1, Zeile 77 - Seite 2, Zeile<br>106 *                                                         | 1,3-6,<br>10,11,<br>14                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                |                                                          |
| Y                                                                                                                                                                                                                                                       | DE-A-3 001 387 (CHEMISCHE FABRIK<br>STOCKHAUSEN & CIE.)<br>* Ansprüche 1,3,7,9,15-17; Seite 6,<br>letzter Absatz; Seite 11, Zeilen 10-12<br>* | 1,3,4,<br>10-14                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                       | US-A-2 797 198 (F.L. CHAPPELL, Jr.)<br>* Spalte 1, Zeile 39 - Spalte 2, Zeile<br>62; Spalte 7, Zeilen 8-13 *                                  | 3,4,10                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                | D 06 L<br>D 21 H<br>G 03 C                               |
| A                                                                                                                                                                                                                                                       | US-A-3 789 012 (R.J. TUITE)                                                                                                                   |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                       | DE-B-1 150 274 (LEONAR-WERKE)                                                                                                                 |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                       | GB-A-1 151 590 (ILFORD)                                                                                                                       |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| A                                                                                                                                                                                                                                                       | DE-A-2 500 915 (BAYER)                                                                                                                        |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| D,A                                                                                                                                                                                                                                                     | GB-A-1 349 934 (IMPERIAL CHEMICAL<br>INDUSTRIES)                                                                                              |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt                                                                                                                                                                               |                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |
| Recherchenort<br>DEN HAAG                                                                                                                                                                                                                               | Abschlußdatum der Recherche<br>01-12-1988                                                                                                     | Prüfer<br>NESTBY K.                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                   |                                                          |
| KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE                                                                                                                                                                                                                       |                                                                                                                                               | T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze<br>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder<br>nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist<br>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument<br>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument<br>.....<br>& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes<br>Dokument |                                                          |
| X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet<br>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer<br>anderen Veröffentlichung derselben Kategorie<br>A : technologischer Hintergrund<br>O : nichtschriftliche Offenbarung<br>P : Zwischenliteratur |                                                                                                                                               |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                       |                                                          |