

# (11) **EP 2 048 282 A1**

(12) EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:15.04.2009 Patentblatt 2009/16

(21) Anmeldenummer: **07018478.3** 

(22) Anmeldetag: 20.09.2007

(51) Int Cl.: D21H 17/14<sup>(2006.01)</sup> D21H 17/56<sup>(2006.01)</sup>

D21H 17/55 (2006.01) D21H 21/22 (2006.01)

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE BG CH CY CZ DE DK EE ES FI FR GB GR HU IE IS IT LI LT LU LV MC MT NL PL PT RO SE SI SK TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL BA HR MK RS

(71) Anmelder: DyStar Textilfarben GmbH & Co.
Deutschland KG
65926 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder: Weiler, Peter, Dr.82538 Geretsried (DE)

(74) Vertreter: Muley, Ralf et al DyStar Textilfarben GmbH & Co. Deutschland KG Patent- und Lizenzen Industriepark Hoechst Gebäude B 598 65926 Frankfurt (DE)

- (54) Verwendung von Fettsäurekondensationsprodukten zur Volumenerhöhung von Papier und Karton
- (57) Es wird die Verwendung von Kondensationsprodukten aus Fettsäuren und aminfunktionellen Verbindungen, von durch Alkylierung erhältlichen quarternisierten

Produkten davon oder deren Mischungen zur Volumenerhöhung von Papier und Karton beschrieben.

EP 2 048 282 A1

### **Beschreibung**

20

30

35

40

45

50

55

[0001] Eine Volumenerhöhung von Papier und Karton ist für verschiedene Einsatzzwecke wünschenswert, da das Volumen ein wesentlicher wertbestimmender Faktor von Papier und Karton ist und über ein höheres Volumen spezifisch leichtere Materialien sowie Materialien mit erhöhter Steifigkeit (E-Modul) herstellbar sind. Das Volumen hat ferner zusammen mit der Stärke und der Steifigkeit eines Papiers positiven Einfluß auf dessen Bedruckbarkeit und Endkunden empfinden voluminöse Papiere im Vergleich zu weniger voluminösen Papieren häufig als wertvoller.

**[0002]** Ein klassisches Verfahren zur Volumenerhöhung von Papier und Karton ist der Zusatz von Holzschliff. Steigenden Holzkosten haben jedoch auch die Preise für Holzschliff deutlich erhöht, so daß chemische Produkte zur Volumenerhöhung von Papier und Karton wieder in den Mittelpunkt des Interesses gerückt sind.

[0003] Aus der DE 42 02 703 A1 ist bekannt, Alkoxylierungsprodukte ungesättigter Fettsäuren als Porosierungsmittel und Mittel zur Volumenerhöhung bei Papieren und bei papierähnlichen Materialien einzusetzen. Die Verwendung von Alkoxylierungsprodukten von Alkoholen und Alkylphenolen als Papierquellförderer ist ferner in der EP 0 930 394 B1 beschrieben. Um mit solchen Alkoxylierungsprodukten gute Volumenerhöhungen und ausreichende Festigkeiten in Papieren zu erreichen, ist jedoch in der Regel ein hoher Anteil an Holzstoff im Papier erforderlich, der nur bei höherwertigen Papier- und Altpapiersorten vorliegt. Mit Papieren von geringer Qualität, insbesondere niederwertigen Altpapieren, werden hingegen keine befriedigenden Ergebnisse erzielt.

**[0004]** Weiter ist es bekannt, quartäre Ammoniumverbindungen in Form von wasserhaltigen Emulsionen zur Volumenerhöhung von Papieren, insbesondere Tissuepapieren einzusetzen. Tissuepapiere enthalten durch eine Volumenerhöhung einen erwünschten weicheren Griff.

**[0005]** Wasserhaltige Emulsionen bringen jedoch den Nachteil mit sich, daß häufig Stabilitätsprobleme auftreten und die aktiven Inhaltsstoffe in verdünnter Form vorliegen, wodurch hohe Transportkosten auftreten und große Volumina im Prozeß gehandhabt werden müssen.

**[0006]** Chemische Produkte zur Volumenerhöhung werden insbesondere bei Kaschierpapier und -karton für Buchbinderpappen und Hülsenpapier auf Altpapierbasis eingesetzt, wobei hochwertige Altpapiersorten mit einem hohen Anteil an Holzstoff eingesetzt werden und die Produkte einen Aufbau aus einer Schicht aufweisen.

**[0007]** Ein weiteres bekanntes Verfahren zur Volumenerhöhung von Papier ist der Einsatz treibmittelhaltiger Kapseln. Diese sind jedoch sehr aufwendig zu handhaben und bringen hohe Kosten und Brandgefahren mit sich, so daß sie zur Volumenerhöhung von Papier und Karton Nischenprodukte darstellen, die insbesondere dann zum Einsatz kommen, wenn lebensmittelrechtliche Zulassungen der Produkte zur Volumenerhöhung gefordert sind.

**[0008]** Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, chemische Verbindungen zur Volumenerhöhung von Papier und Karton bereitzustellen, die ohne die Nachteile des Standes der Technik verwendet werden können, sowie ein Verfahren zur Volumenerhöhung von Papier und Karton und danach erhältliches Papier und Karton bereitzustellen.

**[0009]** Diese Aufgabe wird durch die Verwendung eines Kondensationsprodukts aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung, eines durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierten Produktes des Kondensationsprodukts oder einer Mischung daraus zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton gelöst.

[0010] Überraschenderweise kann mit Kondensationsprodukten aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung sowie durch Alkylierung erhältlichen, teilweise oder vollständig quarternisierten Produkten der Kondensationsprodukte oder Mischungen aus den Kondensationsprodukten und deren quarternisierten Produkten eine sehr gute Volumenerhöhung von Papier und Karton erreicht werden. Besonders überraschend ist es, daß diese Verbindungen im Papieroder Kartonherstellungsprozeß zu einer sehr starken Entwässerung der Papiere oder Kartons führen, wodurch höhere Produktionsgeschwindigkeiten erzielt und die Energiekosten gesenkt werden können. Die Kondensationsprodukte und deren quarternisierte Produkte haben ferner den Vorteil, daß sie in der Regel eine gute Wasserlöslichkeit aufweisen und in Papierherstellprozessen daher problemlos eingesetzt werden können. Darüber hinaus sind die Kondensationsprodukte und deren quarternisierte Produkte einfach und preiswert herstellbar.

[0011] Unter Kondensationsprodukten aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindungen werden im Sinne der Erfindung die Reaktionsprodukte einer Kondensationsreaktion von Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung verstanden, wobei sich eine Fettsäure und eine aminfunktionelle Verbindung unter Austritt eines Wassermoleküls zu einem Molekül verbinden. Die Kondensationsprodukte können durch Umsetzung von Fettsäuren oder aktivierten Derivaten davon, beispielsweise Carbonsäurechloriden, mit den aminfunktionellen Verbindungen erhalten werden. Es können dabei eine Fettsäure oder Mischungen verschiedener Fettsäuren mit einer aminfunktionellen Verbindung oder mit einer Mischung mehrerer aminfunktioneller Verbindungen umgesetzt werden. Bevorzugt ist es, auch unter Kostengesichtspunkten, die Fettsäuren ohne vorherige Derivatisierung unmittelbar mit den aminfunktionellen Verbindungen umzusetzen, vorzugsweise unter Erwärmen. Dabei findet zwischen der Carbonsäuregruppe der Fettsäure und einer Aminogruppe der aminfunktionellen Verbindung eine Amidbildung, oder im Fall des Einsatzes von Aminoalkoholen als aminfunktionelle Verbindung, in der Regel auch eine zumindest teilweise Veresterung statt. Das entstehende Reaktionswasser wird dem Prozeß vorteilhafterweise im Reaktionsverlauf entzogen, beispielsweise durch Abdestillieren.

[0012] Die quarternisierten Produkte der Kondensationsprodukte werden durch Umsetzen mit Alkylierungsmitteln

erhalten, wobei die Amin- und/oder Amidgruppen der Kondensationsprodukte zumindest teilweise bis zur Quarternisierung alkyliert werden, das heißt es bilden sich Alkylammoniumverbindungen der Kondensationsprodukte. In diesen Alkylammoniumverbindungen können die Aminogruppen teilweise oder vollständig zu Ammoniumgruppen alkyliert sein. Die quarternisierten Produkte liegen in Form von Salzen vor. Als Anionen kommen alle gängigen Anionen in Betracht, beispielsweise Chloride, Hydrogensulfate, Sulfate oder Carbonate. Als Alkylgruppen kommen insbesondere  $C_1$ - bis  $C_{10}$ -Alkylreste in Betracht, wobei Methyl-, Ethyl-, Propyl- und Butylreste bevorzugt sind. Besonders bevorzugt werden durch Methylierung quarternisierte Produkte verwendet. Ein bevorzugtes Methylierungsmittel ist Dimethylsulfat.

**[0013]** Unter Fettsäuren werden im Sinne der Erfindung gesättigte oder ungesättigte aliphatische Monocarbonsäuren mit einem verzweigten oder bevorzugt unverzweigten Kohlenstoffskelett verstanden. Bevorzugt sind  $C_8$ - bis  $C_{30}$ -Fettsäuren, besonders bevorzugt  $C_{12}$ - bis  $C_{24}$ -Fettsäuren. Die Fettsäuren können gesättigt sein oder eine oder mehrere, beispielsweise zwei oder drei Doppelbindungen pro Fettsäuremolekül aufweisen und können durch die Formeln  $C_nH_{2n+1}COOH$ ,  $C_nH_{2n-1}COOH$ ,  $C_nH_{2n-3}COOH$  oder  $C_nH_{2n-5}COOH$ , mit n=7 - 29, bevorzugt n=11 - 23, wiedergegeben werden. Beispiele von erfindungsgemäß bevorzugt verwendeten Fettsäuren sind Palmitinsäure, Stearinsäure, Ülsäure, Linolsäure, Linolensäure, Palmölfettsäure und Kokosölfettsäure.

**[0014]** Unter aminfuktionellen Verbindungen werden Verbindungen verstanden, die mindestens eine Aminogruppe enthalten, wobei die Aminogruppe eine primäre, sekundäre oder tertiäre Aminogruppe sein kann. Die aminfunktionelle Verbindung kann zusätzlich zu der mindestens einen Aminogruppe weitere funktionelle Gruppen enthalten, insbesondere Amidgruppen, Hydroxylgruppen und/oder Ethergruppen, vorzugsweise Polyethergruppen.

20

30

35

40

45

50

55

**[0015]** Bevorzugte aminfunktionelle Verbindungen sind Amine, Amidamine und Aminoalkohole, die gegebenenfalls weitere funktionelle Gruppen enthalten können, beispielsweise Ethergruppen, insbesondere Polyethergruppen. Besonders bevorzugt sind Monoamine, Diamine, Polyamine, Polyamidamine, Aminoalkohole, Polyalkylenoxidamine und/oder Polyetheramine. Als aminfunktionelle Verbindungen sind Aminoalkohole, beispielsweise Triethanolamin (N (CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)<sub>3</sub>), und Polyetheramine der Formeln N[(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>H]<sub>3</sub>, HN[(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)<sub>n</sub>H]<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O)N, mit n = 2 - 30 am meisten bevorzugt.

**[0016]** Wie oben beschrieben findet bei der Kondensation aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung eine Amidbildung oder im Fall des Einsatzes von Aminoalkoholen in der Regel auch eine zumindest teilweise Veresterung statt. Die erfindungsgemäß bevorzugt verwendeten Kondensationsprodukte aus Fettsäure und Monoamin, Diamin, Polyamin, Polyamidamin, Aminoalkohol, Polyalkylenoxidamin und Polyetheramin stellen Fettsäureamide, Fettsäureamidamine oder Fettsäureesteramine dar, die jeweils gegebenenfalls zusätzlich freie Hydroxygruppen und/oder Polyethergruppen enthalten können, oder Mischungen daraus.

**[0017]** In einer bevorzugten Verwendung werden daher zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton Fettsäureamide, Fettsäureamidamine, Fettsäureasteramine, Alkylammoniumverbindungen der Fettsäureamide, Fettsäureamidamine oder Fettsäureesteramine oder Mischungen davon eingesetzt. Weiter bevorzugt ist es, daß es die Kondensationsprodukte und/oder deren quarternisierte Produkte in Form eines Mittels eingesetzt werden, wobei das Mittel aus Fettsäureamiden, Fettsäureamidaminen, Fettsäureesteraminen und/oder deren Alkylammoniumverbindungen besteht.

**[0018]** Besonders bevorzugte Kondensationsprodukte aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung sind Verbindungen der Formel  $R^1C(O)X$ , mit  $X = OR^2$ ,  $NHR^3$  oder  $NR^3R^4$ , worin  $R^1$   $C_nH_{2n+1}$ ,  $C_nH_{2n-1}$ ,  $C_nH_{2n-3}$  oder  $C_nH_{2n-5}$  ist, mit n=7-29,  $R^2O$  ein Aminoalkohol oder Polyetheramin und  $R^3$ ,  $R^4$  unabhängig voneinander Alkyl, Arylalkyl, Aminoalkyl, Aminoarylalkyl, Polyamin, Polyamidamin, Polyether oder Polyetheramin sind. Die erfindungsgemäß verwendeten, durch Alkylierung erhältlichen zumindest teilweise quarternisierten Produkte der Kondensationsprodukte enthalten zumindest teilweise quartäre Alkylammoniumgruppen ( $RR'R'''N^+Y^-$ ), worin R, R', R'' und R''' unabhängig voneinander  $C_1$ - $C_{10}$ -Alkylreste sind, bevorzugt Methyl, Ethyl, Propyl oder Butyl, wobei ein oder mehrere der Reste an der Ammoniumgruppe durch Alkylierung eingeführt wurden und  $Y^-$  ein Gegenion ist, beispielsweise das Gegenion des Methylierungsmittels.

[0019] Es hat sich überraschenderweise gezeigt, daß die erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen, das heißt die Kondensationsprodukte aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung und die durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierten Produkte davon, besonders geeignet zur Volumenerhöhung von Altpapier sind, da auf die ansonsten bei der Verarbeitung von Altpapier zur Erzielung einer ausreichenden Festigkeit und Voluminösität erforderliche Zusätze von Holzstoff oder Holzschliff vollständig verzichtet werden kann, wodurch sich die Verarbeitung von Altpapier vereinfacht und auch deutlich kostengünstiger gestalten läßt.

[0020] In einer bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung werden die Verbindungen daher zur Volumenerhöhung von Altpapier verwendet. Unter Altpapier wird üblicherweise und auch im Sinne der Erfindung sowohl gebrauchtes Papier als auch Karton (Pappe) verstanden. Nach der Liste der europäischen Standardsorten für Altpapier unterteilt man Altpapier nach aufsteigender Qualität in vier Gruppen, nämlich untere Sorten (Gruppe 1), mittlere Sorten (Gruppe 2), bessere Sorten (Gruppe 3) und krafthaltige Sorten (Gruppe 4). Ferner werden Sondersorten der Gruppe 5 zugewiesen. Diese Gruppen werden nach ihrer Qualität in weitere Untergruppen unterteilt, beispielsweise die Gruppen 1.01 bis 1.11 und die Gruppen 2.01 bis 2.12.

[0021] Weiter ist es bevorzugt, die erfindungsgemäß zu verwendenden Verbindungen zur Volumenerhöhung von holzstoffarmen, niederwertigen Altpapiersorten, insbesondere der oben genannten Gruppen 1 und 2, zur Volumener-

höhung von holzstoffhaltigen, bereits recycelten Altpapiersorten und von deinktem Altpapier einzusetzen. Bei diesen Altpapiersorten konnte bei der erfindungsgemäßen Verwendung eine deutliche Steigerung des Volumens ohne größeren Abfall der Festigkeit erzielt werden. Wird Papieren oder Kartons Holzstoff zur Volumenerhöhung zugesetzt, konnte mit Hilfe der erfindungsgemäßen Verwendung bei Einsatz von niederwertigen Altpapiersorten überraschenderweise das Volumen ohne Festigkeitsabfall deutlich gesteigert werden.

[0022] Bevorzugt wird in der erfindungsgemäßen Verwendung mehrschichtiges Papier oder mehrschichtiger Karton eingesetzt.

[0023] In einer weiteren bevorzugten Ausgestaltung der Erfindung werden die beschriebenen Kondensationsprodukte und/oder deren quarternisierte Produkte in Form eines Mittels zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton verwendet, wobei das Mittel mindestens 90 Gew.-%, weiter bevorzugt mindestens 95 Gew.-% und am meisten bevorzugt mindestens 98 Gew.-% Kondensationsprodukte aus einer oder mehreren Fettsäuren und einer oder mehreren aminfunktionellen Verbindungen und/oder durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierte Produkte der Kondensationsprodukte enthält. Es ist auch bevorzugt, daß das Mittel weniger als 10 Gew.-% Wasser, bevorzugt weniger als 5 Gew.-%, besonders bevorzugt weniger als 3 Gew.-% und am meisten bevorzugt weniger als 1 Gew.-% Wasser enthält. Das Mittel kann Lösungsmittel enthalten, insbesondere Glykole, beispielsweise Mono-, Di-, Tri- und/oder Polyglykole, insbesondere Mono-, Di-, Tri- und/oder Polygthylenglykole.

[0024] Bevorzugt ist es weiter, daß das Mittel mindestens 90 Gew.-%, besonders bevorzugt mindestens 95 Gew.-% und am meisten bevorzugt mindestens 98 Gew.-% Fettsäureamide, Fettsäureamidamine, Fettsäureesteramine und/oder Alkylammoniumverbindungen davon enthält. Durch den hohen Gehalt an aktiven Inhaltsstoffen müssen auf diese Weise nur vergleichsweise geringe Mengen des Mittels zur Volumenerhöhung eingesetzt werden, wodurch die Prozeßführung vereinfacht wird und die Transportkosten niedrig sind. Im Vergleich zu den im Stand der Technik häufig eingesetzten Emulsionen aktiver Verbindungen wird durch den hohen Gehalt an aktiven Inhaltsstoffen ferner eine sehr gute Lagerstabilität erreicht.

[0025] Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton, bei dem im Papieroder Kartonherstellungsprozeß zur Volumenerhöhung ein Kondensationsprodukt aus einer Fettsäure und einer aminfunktionellen Verbindung, ein durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisiertes Produkt des Kondensationsprodukts
oder eine Mischung daraus zugesetzt wird. Bevorzugt werden die Verbindungen zur Volumenerhöhung im erfindungsgemäßen Verfahren bei der Papierherstellung dem Papierstoff zugesetzt, wobei es besonders bevorzugt ist, die Verbindungen dem Papierstoff vor dem Stoffauflauf zuzusetzen.

**[0026]** Das oben beschriebene Mittel bzw. die erfindungsgemäß zu verwendenden Kondensationsprodukte oder deren durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierten Produkte können, bezogen auf den Papierstoff, in Mengen von 0,05 bis 2 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 bis 0,8 Gew.-%, insbesondere 0,2 bis 0,6 Gew.-% eingesetzt werden. Die erfindungsgemäß einzusetzenden Produkte können auch in Kombination mit bekannten Mitteln zur Volumenerhöhung sowie anderen Hilfsstoffen oder Hilfsreagenzien eingesetzt werden.

**[0027]** Die erfindungsgemäß zu verwendenden Mittel zur Volumenvergrößerung können unverdünnt oder in verdünnter Form zum Einsatz gebraucht werden, wobei der unverdünnte Einsatz bevorzugt ist.

**[0028]** Die bei der erfindungsgemäßen Verwendung beschriebenen geeigneten, bevorzugten und besonders bevorzugten Ausgestaltungen der Erfindung sind bei dem erfindungsgemäßen Verfahren ebenfalls geeignet, bevorzugt und besonders bevorzugt.

[0029] Die Erfindung betrifft weiter Papier oder Karton, die ein Kondensationsprodukt aus einer Fettsäure und einer aminfunktionellen Verbindung und/oder ein durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisiertes Produkt des Kondensationsprodukts enthalten. Bevorzugt enthält das Papier oder der Karton die im Zusammenhang mit der erfindungsgemäßen Verwendung bevorzugten Kondensationsprodukte und/oder deren quarternisierte Produkte sowie die oben beschriebenen bevorzugten Mengen von 0,05 - 2 Gew.-%, vorzugsweise 0,1 - 0,8 Gew.-%, insbesondere 0,2 - 0,6 Gew.-%, bezogen auf das Papier oder den Karton.

**[0030]** Es versteht sich, daß die vorstehend genannten und die nachstehend noch zu erläuternden Merkmale nicht nur in den angegebenen Kombinationen, sondern auch in anderen Kombinationen oder in Alleinstellung einsetzbar sind, ohne den Rahmen der vorliegenden Erfindung zu verlassen.

[0031] Die nachfolgenden Beispiele erläutern die Erfindung.

50 **[0032]** Herstellung der Produkte

20

30

35

40

45

55

I. Fettsäurekondensationsprodukt (Produkt A)

73,23 kg Ölsäure (M = 282,47 g/mol) werden vorgelegt und 31,55 kg Triethanolamin (M = 149,19 g/mol) dazugegeben. Nach langsamem Erwärmen auf 180°C werden bei dieser Temperatur im Laufe von 5 Stunden ca. 4,78 kg Reaktionswasser abdestilliert, bis eine Säurezahl von max. 6,0 mg KOH / g erreicht ist.

II. Teilweise quarternisiertes Fettsäurekondensationsprodukt (Produkt B)

76,63 kg Produkt A (M = 413,65 g/mol) werden in einem absolut trockenen Kessel vorgelegt und auf 55 - 60°C

aufgeheizt. Unter Rühren und Kühlen werden 11,69 kg Dimethylsulfat (M = 126,13 g/mol) bei maximal 75 - 80°C zulaufen gelassen. Nach Zulaufende wird zwei Stunden bei 65 - 75°C nachgerührt. Sobald kein Dimethylsulfat mehr nachweisbar ist, wird das Produkt abgezogen.

5 [0033] Herstellung der Papiere

- Zerfaserung: Escher-Wyss-Pulper

Zeit: 30 min. Stoffdichte: 4 %

- 10 Temperatur zu Beginn: 45 °C
  - Papiermischung: siehe Tabelle
  - Blattbildung: Rapid-Köthen

15

- Trocknung: Trockner des MK-Sheet-Formers:

Press-Druck: 10 PSI Speed: 10 % Temperatur: 110°C

20

- Verwendete Prüfnorm: Blattbildung: DIN EN ISO 5269/2-00

Dickenmessung: DIN EN 20 534-93

Flächenbezogene Masse: DIN EN ISO 536-96

Zugfestigkeit: DIN EN ISO 1924/2-95

25

30

40

- Klimatisierung: Normalklima 23°C und 50 % relative Luftfeuchte (DIN EN 20 187-93)

[0034] Die jeweilige Papiermischung wurde mit einem Escher-Wyss-Pulper zu einem Papierstoff mit 4% Stoffdichte zerfasert. Dem Papierstoff wurde das Produkt zur Volumenerhöhung in der angegebenen Einsatzmenge zugegeben. Die Blattbildung wurde in einem Blattbildner des Typs Rapid-Köthen durchgeführt und das erhaltene Papierblatt wurde mit einem Trockner des MK-Sheet-Formers getrocknet. Nach dem Trocknen wurde das spezifische Volumen und der Bruchkraftindex der hergestellten Papiere bestimmt und daraus im Vergleich zur Nullprobe die prozentuale Änderung bestimmt. Die Ergebnisse sind in den folgenden Tabellen 1 bis 4 zusammengestellt.

35 Deinktes Papier

[0035] Zur Herstellung von grafischen Papieren wird deinktes Altpapier eingesetzt. Das Volumen von grafischen Papieren wird durch Zusatz von Holzstoff um bis zu 5,5% gesteigert. Da Holzstoff aber einen hohen Anteil an Lignin enthält, fällt der Bruchkraftindex um bis zu 21,5% ab. Durch Einsatz von Produkt A mit deinktem Altpapier erreicht man eine Steigerung des Volumens um bis zu 9,5%. Der Bruchkraftindex nimmt dabei aber nur um bis zu 10,7% ab. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 dargestellt.

Niederwertiges Papier

[0036] Durch Zugabe des Produktes A kann das Volumen von sortiertem gemischtem Altpapier (Sorte 1.02) und unverkauften Zeitungen (Sorte 2.02) um bis zu 9,2% gesteigert werden. Trotz der hohen Steigerung des Volumens nimmt der Bruchkraftindex nur um bis zu 13,5% ab. Mit unbenutzter Wellpappe erreicht man eine geringe Steigerung des Volumens bei einem geringen Abfall des Bruchkraftindex. Man sieht allerdings sehr genau, daß man nur durch Verwendung des Produktes A zur Volumenerhöhung die benötigte Steigerung des Volumens bekommt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 2 dargestellt.

Recyceltes Altpapier

[0037] Die Verwendung von Produkt A führt zu einer deutlichen Steigerung des Volumens um bis zu 9,3% bei einer nur geringen Abnahme des Bruchkraftindex um bis zu 14,4%. Die Ergebnisse sind in Tabelle 3 dargestellt.

# Vergleich der Produkte A und B

10

15

[0038] Sowohl Produkt A als auch Produkt B führen zu einer Steigerung des Volumens um bis zu 9,2% bzw. 10,1% bei einem geringen Abfall des Bruchkraftindex. Da Produkt B aufgrund der permanenten kationischen Ladung besser auf die Holzfasern aufzieht, hat es eine bessere Effizienz als Produkt A. Bei gleicher Einsatzmenge führt Produkt B zu einer höheren Steigerung des Volumens als Produkt A. Um eine vorgegebene Steigerung des Volumens zu erreichen, kann auch die Einsatzmenge reduziert werden. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 dargestellt.

20			
25			
30			
35			
40			
45			
50			
55			

Tabelle 1: Volumenerhöhung von deinktem Papier

Beispiel	Eingesetztes Produkt zur Volumenerhöhung	Einsatzmenge [Gew%]	Papiermischung	Flächenmasse [g/m²]	Dicke [μm]	Spezifisches Volumen [cm <sup>3</sup> /g] [cm <sup>3</sup> /g]	Änderung des spezifischen Volumens im Vergleich zum Beispiel 0 [%]	Bruchkraftindex [Nm/g]	Änderung des Bruchkraftindex im Vergleich zum Beispiel 0 [%]
0	-	-	Deinkingware (Sorte 1.11)	137,0	256,4	1,87	-	35,4	-
V1	Holzstoff	4,0	-	137,7	264,1	1,92	2,5	31,4	-11,3
V2	Holzstoff	8,0	-	136,9	270,2	1,97	5,5	27,8	-21,5
1	Produkt A	0,3	Deinkingware (Sorte 1.11)	136,6	273,5	2,00	7,0	33,1	-6,5
2	ProduktA	0,5	Deinkingware (Sorte 1.11)	137,1	280,9	2,05	9,5	31,6	-10,7

Tabelle 2: Niederwertiges Papier

	1			T				T	_
Beispiel	Eingesetztes Produkt zur Volumenerhöhung	Einsatzmenge [Gew%]	Papiermischung	Flächenmasse [g/m²]	Dicke [µm]	Spezifisches Volumen [cm <sup>3</sup> /g]	Änderung des spezifischen Volumens im Vergleich zum Beispiel 0 [%]	Bruchkraftindex [Nm/g]	Änderung des Bruchkraftindex im Vergleich zum Beispiel 0 [%]
0/1	-	-	sortiertes gemischtes Altpapier (Sorte 1.02)	137,3	257,6	1,88	-	36,4	-
0/2	-	-	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,0	257,2	1,88	-	36,6	-
V1	-	-	unbenutzte Kraftwellpappe (Sorte 4.01.01)	136,9	263,7	1,93	2,6	35,8	-1,6
3	Produkt A	0,3	sortiertes gemischtes Altpapier (Sorte 1.02)	137,5	277,8	2,02	7,6	32,9	-9,6
4	Produkt A	0,5	sortiertes gemischtes Altpapier (Sorte 1.02)	136,8	281,4	2,06	9,6	31,1	-14,6
5	Produkt A	0,3	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,2	278,1	2,03	8,0	32,0	-12,1
6	Produkt A	0,5	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,4	281,6	2,05	9,2	31,5	-13,5

Tabelle 3: Recyceltes Altpapier

Beispiel	Eingesetztes Produkt zur Volumenerhöhung	Einsatzmenge [Gew%]	Papiermischung	Flächenmasse [g/m²]	Dicke [μm]	Spezifisches Volumen [cm <sup>3</sup> /g]	Änderung des spezifischen Volumens im Vergleich zum Beispiel 0 [%]	Bruchkraftindex [Nm/g]	Änderung des Bruchkraftindex im Vergleich zum Beispiel 0 [%]
0	-	-	holzstoffhaltiges recyceltes Altpapier	137,2	259,1	1,89	-	36,1	-
1	Produkt A	0,3	holzstoffhaltiges recyceltes Altpapier	137,5	278,8	2,03	7,4	32,9	-8,9
2	Produkt A	0,5	holzstoffhaltiges recyceltes Altpapier	137,1	282,9	2,06	9,3	30,9	-14,4

50

Tabelle 4: Vergleich der Produkte A und B

Beispiel	Eingesetztes Produkt zur Volumenerhöhung	Einsatzmenge [Gew%]	Papiermischung	Flächenmasse [g/m²]	Dicke [μm]	Spezifisches Volumen [cm <sup>3</sup> /g] [cm <sup>3</sup> /g]	Änderung des spezifischen Volumens im Vergleich zum Beispiel 0 [%]	Bruchkraftindex [Nm/g]	Änderung des Bruchkraftindex im Vergleich zum Beispiel 0 [%]
0	-	-	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,0	257,2	1,88	-	36,6	-
1	ProduktA	0,3	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,2	278,1	2,03	8,0	32,0	-12,1
2	ProduktA	0,5	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,4	281,6	2,05	9,2	30,9	-15,1
3	Produkt B	0,3	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,5	281,1	2,04	8,9	31,8	-12,6
4	Produkt B	0,5	unverkaufte Zeitungen (Sorte 2.02)	137,6	284,5	2,07	10,1	30,2	-17,0

## Patentansprüche

5

10

- Verwendung eines Kondensationsprodukts aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung, eines durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierten Produktes des Kondensationsprodukts oder einer Mischung daraus zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton.
- 2. Verwendung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, **daß** die Fettsäure ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Verbindungen der Formeln C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub>COOH, C<sub>n</sub>H<sub>2n-1</sub>COOH, C<sub>n</sub>H<sub>2n-3</sub>COOH und C<sub>n</sub>H<sub>2n-5</sub>COOH, worin n = 7 29 ist.
- 3. Verwendung nach Anspruch 1 oder 2, **dadurch gekennzeichnet**, **daß** die aminfunktionelle Verbindung ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Monoamin, Diamin, Polyamin, Polyamidamin, Aminoalkohol, Polyalkylenoxidamin und Polyetheramin.
- 4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensationsprodukt ein Fettsäureamid, Fettsäureamidamin oder Fettsäureesteramin ist und das quarternisierte Produkt eine Alkylammoniumverbindung des Fettsäureamids, Fettsäureamidamins oder Fettsäureesteramins ist.
- 5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, **daß** das Kondensationsprodukt aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung eine Verbindung der Formel R¹C(O)X ist, mit X = OR², NHR³ oder NR³R⁴, worin R¹ = C<sub>n</sub>H<sub>2n+1</sub>, C<sub>n</sub>H<sub>2n-3</sub> oder C<sub>n</sub>H<sub>2n-5</sub> ist, mit n = 7 29, R²O ein Aminoalkohol oder Polyetheramin und R³, R⁴ unabhängig voneinander Alkyl, Arylalkyl, Aminoalkyl, Aminoarylalkyl, Polyamin, Polyamidamin, Polyether oder Polyetheramin sind.
- 6. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß das Kondensationsprodukt und/ oder dessen quarternisiertes Produkt in Form eines Mittels eingesetzt werden, das nicht mehr als 10 Gew.-% Wasser enthält.
- 7. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Mittel mindestens 95 Gew.-% Kondensationsprodukte aus Fettsäure und aminfunktioneller Verbindung und/oder durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisierte Produkte der Kondensationsprodukte enthält.
  - **8.** Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** das Papier oder der Karton mehrschichtig sind.
  - 9. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 8, es sich bei dem Papier oder Karton um Altpapier handelt.
  - 10. Verfahren zur Volumenerhöhung von Papier oder Karton, bei dem im Papier- oder Kartonherstellungsprozeß zur Volumenerhöhung ein Kondensationsprodukt aus einer Fettsäure und einer aminfunktionellen Verbindung, ein durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisiertes Produkt des Kondensationsprodukts oder eine Mischung daraus zugesetzt wird.
  - **11.** Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, **daß** das Kondensationsprodukt, deren quarternisiertes Produkt oder die Mischung daraus im Papier- oder Kartonherstellungsprozeß zum Papierstoff zugesetzt wird.
  - **12.** Verfahren nach Anspruch 10 oder 11, **dadurch gekennzeichnet**, **daß** 0,05 2 Gew.-%, bezogen auf Papierstoff, zugesetzt werden.
- 13. Papier oder Karton, dadurch gekennzeichnet, daß sie ein Kondensationsprodukt aus einer Fettsäure und einer aminfunktionellen Verbindung und/oder ein durch Alkylierung zumindest teilweise quarternisiertes Produkt des Kondensationsprodukts enthalten.

55

35

40

45



# **EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT**

Nummer der Anmeldung EP 07 01 8478

	EINSCHLÄGIGE	E DOKUMEN	ITE					
Kategorie	Kennzeichnung des Dokun der maßgebliche		, soweit e	rforderlich,		etrifft ispruch		SIFIKATION DER LDUNG (IPC)
Х	US 2004/188047 A1 ( ET AL) 30. Septembe * Absätze [0002], [0076] - [0082],   Ansprüche 1-13; Tab	er 2004 (20 [0023] -   [0112] - [0	)04-09 [0037] )117];	-30)	1-1	.3	D21H D21H	17/14 17/55 17/56 21/22
X	WO 01/59213 A (NALC 16. August 2001 (20 * Seite 3, Zeile 4 * Seite 7, Zeile 3 1-12; Beispiele 1,2	901-08-16) - Seite 5, - Zeile 23	_	- /	1-1	.3		
X	US 5 716 498 A (JEN 10. Februar 1998 (1 * das ganze Dokumer	1998-02-10)	[US]	ET AL)	1-1	.3		
								HERCHIERTE HGEBIETE (IPC)
							D21H	
Der vo	orliegende Recherchenbericht wu		•					
	Recherchenort		ußdatum de			,,,•	Prüfer	F
	München	3.	März	2009		Hin	dia,	Evangelia
X : von Y : von ande A : tech O : nich	ATEGORIE DER GENANNTEN DOK besonderer Bedeutung allein betrach besonderer Bedeutung in Verbindung eren Veröffentlichung derselben Kate niologischer Hintergrund itschriftliche Offenbarung schenliteratur	itet g mit einer	E:äi na D:in L:au  &:N	teres Patentdok ich dem Anmeld der Anmeldung is anderen Grüi	cument dedatui g angef nden a	, das jedoo n veröffen ührtes Do ngeführtes	ch erst am tlicht word kument Dokumer	en ist 

# ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.

EP 07 01 8478

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben. Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

03-03-2009

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokume	ent	Datum der Veröffentlichung		Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichur
US 2004188047	A1	30-09-2004	AT CA CN EP KR	419426 T 2461629 A1 1532335 A 1500744 A2 20040084726 A	15-01-20 24-09-20 29-09-20 26-01-20 06-10-20
WO 0159213	A	16-08-2001	AT AU BR CA DE DK EP ES NO	378471 T 4794601 A 0107656 A 2392763 A1 60131379 T2 1268928 T3 1268928 A1 2295147 T3 20022913 A	15-11-20 20-08-20 01-04-20 16-08-20 11-09-20 17-03-20 02-01-20 16-04-20 08-10-20
US 5716498	Α	10-02-1998	KEI	 NE	

**EPO FORM P0461** 

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

## IN DER BESCHREIBUNG AUFGEFÜHRTE DOKUMENTE

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde ausschließlich zur Information des Lesers aufgenommen und ist nicht Bestandteil des europäischen Patentdokumentes. Sie wurde mit größter Sorgfalt zusammengestellt; das EPA übernimmt jedoch keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

# In der Beschreibung aufgeführte Patentdokumente

DE 4202703 A1 [0003]

• EP 0930394 B1 [0003]