(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.[6]
D21C 5/02
C09D 9/04

(45) 공고일자 2000년04월15일
(11) 등록번호 10-0251077
(24) 등록일자 2000년01월10일

(21) 출원번호	10-1994-0702974	(65) 공개번호	특1995-0700461
(22) 출원일자	1994년08월25일	(43) 공개일자	1995년01월16일
(86) 국제출원번호	PCT/EP 93/00436	(87) 국제공개번호	WO 93/17177
(86) 국제출원일자	1993년02월24일	(87) 국제공개일자	1993년09월02일
(81) 지정국	EP 유럽특허 : 오스트리아 벨기에 스위스 리히텐슈타인 사이프러스 독일 덴마크 스페인 핀랜드 프랑스 영국 그리스 아일랜드 이탈리아 룩셈부르크 모나코 네덜란드 포르투칼 스웨덴 국내특허 : 일본 대한민국		
(30) 우선권주장	842,851 1992년02월26일 미국(US)		

(73) 특허권자 셀 인터나쵸나아레 레사아치 마아츠샤피 비이부이 오노 알버어스
네덜란드 왕국 헤이그시 2596 에이취아아르 카레르 반 부란트란 30
(72) 발명자 존케이스보어차아트
미합중국텍사스주77083휴스턴시비스타델솔드라이브8010
(74) 대리인 차순영, 차윤근

심사관 : 구본경

(54) 휴지잉크제거방법

요약

본 발명은 휴지를 펄프로 전환시키고, 계면 활성 잉크 제거제를 함유하는 수성 매질과 상기 펄프를 접촉시킨 후, pH 약 7 이하에서 실시되는 하나 이상의 세척 및/또는 부유 단계를 결과 펄프-함유 매질에 적용하여 현탁 잉크를 이로부터 제거하고 제지 기계로 후속 첨가하기 위해 상기 펄프-함유 매질을 조건화하는 것으로 구성되는 휴지 원료의 잉크 제거 방법에 관한 것이다.

명세서

[발명의 명칭]

휴지 잉크 제거 방법

[발명의 상세한 설명]

본 발명은 새 종이의 제조에 있어 재활용을 위해 휴지의 섬유 성분을 재생하는 과정에서, 인쇄된 휴지로부터 잉크를 제거하는 방법에 관한 것이다. 보다 특별히, 본 발명은 중성 또는 약간 산성의 pH 조건에서 전적으로 실시되는 휴지 잉크제거 방법에 관한 것이다.

휴지는 제지에 사용되는 생 섬유 물질원으로 오랫동안 사용되어 왔다. 전통적으로, 저급 종이 및 판지 생산품의 생산에만 휴지로부터의 섬유가 사용되었다. 그러나, 오늘날은 재생품의 품질을 향상시키는 단계를 취하여 재생 섬유의 이용 증가가 고무적으로 제공되었다. 이러한 단계는 신문지 및 고품질 종이의 제조에 그 사용을 허용하기 위해 종이 섬유로부터 잉크를 효과적으로 제거하는 처리를 포함한다. 그 양 때문에, 폐신문지는 상기 재생 방법에 특히 중요한 공급원료이다.

본 통상적인 종이 재생 방법 중, 잉크 제거 절차는 휴지를 펄프로 전환시키고 화학 잉크 제거제를 함유하는 알칼리성 수성 잉크 제거 매질과 펄프를 접촉시키는 단계를 포함한다. 물리적 펄프화 수성 매질의 알칼리성은 펄프 섬유로부터 잉크의 부분적 제거를 유발하고, 잉크 제거제는 이 제거를 완결하며 이리하여 펄프로부터 제거된 잉크 입자의 현탁액 및/또는 분산액을 생성한다. 결과 혼합물은 이어서 펄프로부터 현탁된 잉크를 분리하기 위해 부유 또는 세척 처리된다.

대개의 통상적인 잉크 제거 방법에서, 세척 및/또는 부유 단계는 알칼리성 pH, 대개 8.5-10.5에서 실시된다. 펄프화 단계로부터 수송된 유체가 알칼리성이므로 알칼리성 pH 에서의 세척 또는 부유 단계 실시가 편리하다. 또한, 많은 세척잉크제거 및 부유 잉크 제거 방법은 지방산을 계면활성제로 사용하며, 이들 지방산은 수성 매질이 이들을 이온화하기 충분하게 알칼리성일 때에만 계면활성제로서 작용할 수 있다.

휴지로부터 잉크 제거는 종이가 펄프로 환원되고, 계면활성제를 잉크 제거제로서 함유하는 수성 매질과 펄프가 접촉되는 잉크 제거 방법에 의해 달성될 수 있다는 것이 당분야에 알려져 있다. 또한 종이 잉크 제거 분야(예컨대 미합중국 특허 제 4,162,186호)에서, 알콜 분자당 평균 7-15개 옥시에틸렌 단위를 함유하는 계면활성제-류 알콜 또는 알킬-치환된 페놀의 에틸렌 옥사이드 부가물('에톡실레이트')인 화학제를 사용하는 것이 알려져 있다. 또한 미합중국 특허 제 4,518,459호로부터 고분자량 또는 장쇄 알콜의 히드록시-말단 또는 벤질 에테르-말단 에틸렌 옥사이드-프로필렌 옥사이드 부가물(에톡시-프로폭실레이트)인

잉크제거용 계면활성제를 사용하는 것이 알려져 있다. 그러나, 이러한 잉크 제거 방법은 통상적인 알칼리성 또는 염기성 조건하에 실시되었다.

인쇄된 휴지의 잉크 제거 방법은 전적으로 중성 또는 산성 조건에서 실시될 수 있다. 세척 및 과산화물 표백 작업이 히드라펄프화의 산성 세척 및/또는 부유 단계 사이에 또는 산성 세척 및/또는 부유 단계 후에 실시될 수 있다.

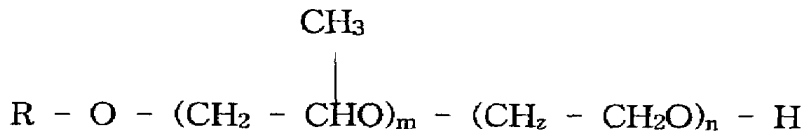
본 발명은 일반적으로 신문지, 책, 장부 및 잡지와 같은 일반적 휴지 원료의 잉크제거, 및 또한 그 공정에 통상적으로 사용되는 실행 및 절차에 적용 가능하다. 일반적으로, 임의의 상기 방법은 필수적으로 적어도 두 기본 단계로 구성된다: 첫째, 휴지 공급물을 펄프로 환원시키고 잉크제거를 함유하는 수성 매질과 펄프를 접촉시켜 잉크의 현탁액 또는 분산액을 생성하는 단계, 및 둘째로 결과 펄프 함유 매질로부터 현탁된 또는 분산된 잉크 입자를 제거하기 위한 세척 및/또는 부유 처리.

본 발명의 방법은 펄프 형태의 휴지, 즉 먼저 개별적인 섬유로 실질적으로 환원된 휴지를 사용하여 실시된다. 펄프화는 적합하게 이 목적을 위해 고안된 임의의 다양한 통상적 방법 및 장치를 사용하여 수행될 수 있다. 가장 편리하게, 휴지 방법 공급원료는 '히드라펄퍼'로 알려진 장치에서 처리되며, 이는 pH 약 7 이하, 바람직하게 3-7, 보다 바람직하게 3.5-6.5, 및 가장 바람직하게 5-5.5를 갖는 수성 매질내에서 섬유 슬러리를 생성한다. 산성은 일반적으로, 예컨대 황산 또는 염산과 같은 산을 수성 접촉 매질에 첨가함으로서 유지된다. 전형적으로, 원하는 pH를 제공하기 충분한 양의 산을 접촉 매질에 첨가한다.

그리고나서, 결과 섬유를 수성 매질 내에서 계면 활성 잉크 제거제와 접촉시킨다. 섬유와 잉크 제거제의 접촉은 적합하게 펄프화 장치내에서, 예컨대 잉크 제거제를 히드라펄퍼의 수성 슬러리에 단순히 첨가함으로써 실시한다. 대안으로, 접촉은 수성 펄프 슬러리의 교반을 제공하는 별도의 가공 장치를 사용하여 실시할 수 있다. 접촉 단계를 위해, 펄프는 형성된 슬러리의 총중량에 대해 휴지 공급물의 건조 중량으로 계산시 전형적으로 0.5중량%-12중량%의 양으로 존재한다. 바람직한 구체예로 슬러리는 4 중량%-6 중량% 펄프 섬유를 함유한다. 슬러리내에 존재하는 잉크제거제의 양은 건조 섬유 중량을 기준으로 계산하여 적합하게 0.05 중량%-2.0 중량%이다. 바람직한 구체예로, 사용된 잉크제거제의 양은 0.2 중량%-1.5 중량%이며, 0.2 중량%-1.0 중량%가 특히 바람직하다.

본 발명의 목적을 위해, 예컨대 알킬페놀의 옥시에틸렌 부가물, 알킬페놀의 옥시프로필렌-옥시에틸렌 부가물 및 지방산의 옥시에틸렌-옥시프로필렌 부가물과 같은 다른 계면 활성제가 사용될 수 있으나, 계면활성 잉크제거제는 바람직하게 알콜 분자 당 6-20개 옥시에틸렌 단위를 갖는 계면활성제-류 알콜의 하나 이상의 옥시에틸렌 부가물(또는 에톡실레이트) 계면활성제-류 알콜의 하나 이상의 옥시프로필렌-옥시에틸렌 부가물(또는 프로폭시에톡실레이트) 또는 그의 혼합물이다.

본 발명에 사용하기 위한 적합한 계면활성 잉크제거제는 하기 일반식을 갖는 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트이다.



상기식에서 R은 8-18개 탄소원자, 바람직하게 12-18개 탄소원자를 갖는 직쇄 또는 분지쇄 알킬, 또는 8-12개 탄소원자를 갖는 알킬 부분을 갖는 알킬아릴기이고, m 및 n은 각각 분자당 옥시프로필렌기 및 옥시에틸렌기의 평균수이며, m이 0 이면 n은 6-20, 바람직하게 7-15, 및 보다 바람직하게 7-13 이고, m이 0.5-7, 바람직하게 1-3 및 보다 바람직하게 1-2.5 이면 n은 1-20, 바람직하게 2-12 및 보다 바람직하게 2-9이다. 알킬기는 직쇄 또는 분지쇄인 탄소 연쇄를 가질 수 있다. 바람직하게, 본 발명에 사용된 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 내 R기의 약 85%는 직쇄 알킬기이다. R은 예컨대 할로겐기와 같은 불활성인 임의의 치환체로 치환될 수 있다고 여겨진다. 이 부류의 에톡실레이트는 통상적으로 촉매의 존재하에 해당 알콜 (ROH)에 에틸렌 옥사사이들 첨가함으로써 제조된다.

본 발명에서 잉크 제거제로 적합한 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트는 일차 또는 이차 직쇄 또는 분지쇄 알콜의 에톡실화, 또는 프로폭실화 후 에톡실화에 유도된다. 적합하게, 알콜은 8-18개 탄소원자 바람직하게 9-15개 탄소원자, 및 보다 바람직하게 12-15개 탄소원자를 갖는다. 이 부류의 가장 일반적인 (프로폭시)에톡실레이트 및 본 발명에서 특시 유용한(프로폭시)에톡실레이트는 일차 알콜(프로폭시)에톡실레이트, 즉 R이 알킬기이고 에톡시 또는 프로폭시 에테르 치환체가 알킬기의 일차 탄소에 결합되는 일반식의 화합물이다.

알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 잉크제거제를 형성하기 위한, (프로폭시)에톡실화에 적합한 알콜은 코코넛 지방 알콜, 수지 지방 알콜, 및 구입가능한 합성 장쇄 지방 알콜 혼합물, 예컨대 NEODOL 25 알콜 (Shell Chemical Company 에 의해 제조되고 판매되는 상품의 등록 상표)로 구입가능한 C_{12}-C_{15} 알콜 혼합물, NEDOL 45 알콜로서 구입가능한 C_{14}-C_{15} 알콜 혼합물, Tergitol 24(Union Carbide Corporation 에 의해 제조되고 판매되는 상품의 등록 상표)로서 구입가능한 C_{12}-C_{14} 알콜 혼합물, 및 예컨대 NEODOL 23 알콜 (Shell)로서 구입가능한 C_{12}-C_{14} 알콜 혼합물을 포함한다.

적합한 알콜(프로폭시)에톡실레이트는 (프로폭시)에톡실화될 알콜 또는 알콜의 혼합물에 전체 알콜을 기준으로 계산된 양, 예컨대 0.1 중량%-0.6 중량%, 바람직하게 0.1 중량-0.4 중량%의, 알콕실화를 위한 촉매로서 작용하는 강염기, 전형적으로 수산화 나트륨 또는 수산화칼륨과 같은 알칼리 금속 알칼리토금속 히드록사이드를 첨가함으로써 제조될 수 있다. 결과 혼합물은 존재하는 임의의 물의 기체상 제거에 의해 건조시킨다. 그리고나서, 알콜 에톡실레이트를 위해, 알콜 몰 당 약 7몰 이상의 에틸렌 옥사이드를 도입하고, 에틸렌 옥사이드가 소모될 때까지 알콜 에톡실레이트를 반응시키고, 반응 과정 후 반응 압력의 저하가 이어진다. 그리고나서, 존재하는 임의의 몰의 기체상 제거에 의해 결과 알콜 프로폭실레이트를 임의로 건조시키고나서, 알콜 몰 당 1몰-12몰의 에틸렌 옥사이드가 소모될 때까지 알콜 프로폭실레이트를 반

응시키고, 반응 과정 후 반응 압력의 저하가 이어진다. 본 발명의 목적을 위해, 프로필렌 옥사이드 및 에틸렌 옥사이드를 알콜에 연속적으로 첨가함으로써 알콜 프로폭시에톡실레이트가 바람직하게 제조된다. 프로폭실화/에톡실화는 통상적인 방법으로 실시되며 전형적으로 승온 및 승압에서 실시된다. 적합한 반응 온도는 120℃-220℃이며, 140℃-160℃가 바람직하다. 에틸렌 옥사이드 부분 압력이 205-515 kPa (15-60 psig)인 377-860 kPa (40-110 psig)의 전체 압력이 특히 바람직하며, 에틸렌 옥사이드 부분 압력이 239-446 kPa (20-50 paig)인 446-722 kPa (50-90 psig)의 전체 압력이 보다 바람직한 것으로 여겨진다. 압력은 반응 정도의 척도로 작용하며, 압력이 시간에 따라 더 이상 감소하지 않으면 반응이 실질적으로 완결되는 것으로 여겨진다.

프로폭실화/에톡실화 절차는 알콜 (프로폭시)에톡실레이트 몰 당 원하는 평균수의 프로필렌 옥사이드 또는 에틸렌 옥사이드 단위를 도입하도록 한다. 예컨대, 알콜 부분들의 실질적 비율이 7개 이상의 에틸렌 옥사이드 부분과 조합되기 시작하고, 대략 같은 비율이 7개 이하의 에틸렌 옥사이드 부분과 조합되기 시작하나 알콜 몰 당 에틸렌 옥사이드 7몰로 알콜 혼합물을 처리하는 것은 각각의 알콜 분자를 알콜 부분 몰당 평균 7개의 에틸렌 옥사이드 부분으로 에톡실화하도록 실시하기 위해 한다. 전형적인 에톡실화 생성물 혼합물에는 또한 작은비율의 반응하지 않은 알콜이 있다.

한가지 예로, 본 발명의 알콜 에톡실레이트 및/또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 잉크제거제는 부가적으로 적어도 하나의 C_8-C_{18} 지방산을 포함한다. 이들 잉크제거제는 전형적으로 지방산을 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트에 첨가함으로써 제조된다. 대안으로, 잉크제거제를 형성하기 위해 펄프 접촉단계(단계 a)중 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시 에톡실레이트 및 지방산을 수성 알칼리성 매질에 따른 첨가할 수 있다. 취급 성질을 개선시키기 위해 소량의 물 또는 글리콜을 첨가할 수 있다. 이리하여 생성된 잉크 제거제는 전형적으로 85 중량%-99 중량% 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 및 각각 15 중량%-1 중량% 지방산을 함유할 것이다. 바람직한 예로, 잉크 제거제는 90 중량%-97 중량% 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 및 각각 10 중량%-3 중량% 지방산을 함유할 것이다. 특히 바람직한 예로, 잉크 제거제는 95 중량% 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 및 각각 5 중량%-3 중량% 지방산으로 함유할 것이다.

8개 이하의 탄소를 갖는 산은 감소된 잉크-응집 성능을 결과시키고, 18개 훨씬 이상의 탄소수를 갖는 지방산은 감소된 잉크 제거 성능을 결과시키므로, 이러한 계면 활성 잉크 제거제를 제조하기 위해 알콜 에톡실레이트 및/또는 알콜 프로폭시에톡실레이트와 함께 사용되는 지방산은 바람직하게 C_8-C_{18}, 보다 바람직하게 C_{12}-C_{10}이다. 8-18개 탄소원자를 갖는 본 발명에 사용하기 적합한 지방산의 예는 라우르산, 스테아르산, 수지 지방산, 코코넛 지방산, 헥사데칸산, 테트라데칸산이며, 스테아르산, 수지 지방산 및 코코넛 지방산이 바람직하다. 지방산은 전형적으로 유리산 형태로 사용된다.

펄프 섬유와 계면 활성 잉크 제거제 사이의 접촉 중, 수성 접촉 매질은 약 7 이하의 pH에서 유지된다. pH 값 3-7이 바람직하고, pH 3.5-6.5가 보다 바람직하며, pH 5-5.5가 일반적으로 가장 바람직하다. 산성은 일반적으로, 예컨대 황상, 염산 등과 같은 무기산의 첨가에 의해 유지되며 황산이 바람직하다. 전형적으로, 첨가된 산의 양은 원하는 pH를 유지하기 충분한 양이다.

물, 펄프, 염기 및 잉크 제거제외에, 접촉 슬러리는 잉크 제거 방법에 통상적으로 사용되며 산성 pH 조건에서 기능하는 예컨대 증백제, 용매, 탈포제, 수연화제 등과 같은 다른 물질을 더 함유할 수 있다. 원한다면, 바람직한 알콜 에톡실레이트 및/또는 알콜 프로폭시에톡실레이트 외에 다른 잉요제거제가 존재할 수 있다. 그런, 부가적인 잉크 제거제의 사용은 필요하거나 바람직하지 않다.

잉크 제거제와 접촉 중 펄프 슬러리의 가공은 바람직하게 승온에서 특히 30℃-100℃의 온도에서 실시된다. 본 발명은 40℃-80℃의 온도에서 특히 효과적인 것으로 밝혀졌으나 45℃-60℃의 온도가 특히 바람직한 것으로 여겨진다.

휴지 펄프와 수성 잉크 제거 매질의 접촉 시간은 본 발명의 목적에 중요하지 않다. 그러나, 약 10분 이상의 접촉 시간이 잉크 제거 성능을 고려할 때 바람직하다. 방법 효율성을 위해, 접촉 시간이 20분-1시간인 것이 바람직하여, 접촉시간이 20분-45분인 것이 보다 바람직하다.

잉크 제거제를 함유하는 수성 매질과 펄프간의 접촉 후, 매질내에 둘다 분산되거나 현탁되어 있는 펄프 섬유와 잉크 입자의 분리를 위해 접촉 혼합물을 처리한다. 매질로부터 서로 분리하는 것은 통상적인 잉크 제거 실행에 일반적으로 사용되는 기술, 특히 당 분야에 세척 및 부유로 알려져 있는 처리에 의해 약간 산성 pH조건에서 실시된다. 세척에서, 잉크 입자는 물 흐름, 대개 펄프에 대한 역류와 접촉하여 펄프로부터 세정된다. 세척에 일반적으로 사용되고 본 발명의 실행에 사용하기 적합한 장치 중, 다양한 디자인의 사이드힐, 스크린, 중력 데커 또는 드럼 세척기, 경사 스크루 추출기, 스크류 프레스, 및 원심 세정기가 있다. 잉크 분리의 부유 방법은 일반적으로 펄프를 통해 공기 또는 다른 기체 스트림을 버블링시킴을 포함한다. 기포가 표면에 발생하여 잉크 입자를 이들과 함께 운반하여, 분리할 수 있는 거품을 생성한다. 본원에 기재된 바와 같은 펄프화 및 접촉 단계 그리고 잉크 단계외에, 본 발명은 일반적으로 휴지 재생 작업에 그리고 특히 신문지 잉크 제거에 사용되는 바와 같이 다른 방법 단계를 사용하여 실행될 수 있다.

부유 분리 방법을 사용하는 한가지 예로, 접촉 혼합물은 약간 산성 조건하에 실시되는 단일 부유 단계를 받는다. pH는 적합하게 약 7 이하, 바람직하게 3-7, 보다 바람직하게 3.5-6.5, 및 가장 바람직하게 5-5.5이다. 약간 산성 매질은 일반적으로 예컨대 황상, 아황산, 염산과 같은 산율 수성 접촉 매질에 첨가함으로써 얻어진다. 전형적으로, 접촉 매질에 첨가되는 산의 양은 펄프 섬유의 건조 중량에 대해 계산하여 0.05 중량%-2 중량%이다.

대안적으로, 접촉 혼합물은 하나 이상의 부유 단계를 받을 수 있으며, 각각의 단계는 약간 산성 조건에서 실시된다. 유사하게, 세척 분리 방법이 사용되면, 접촉 혼합물은 하나의 중성 또는 산성 세척 단계 또는 중성 또는 산성 세척 단계를 받을 수 있다. 또한, 접촉 혼합물은 적합하게 세척 및 부유 단계의 조합 뿐 아니라 다른 통상적인 가공 단계, 예컨대 부유 후 임의의 농축 단계 후 세척 단계, 세척 후 부유 및 그리고나서 임의의 농축 단계 및 세척 단계, 및 세척 후 나트륨 히드로설파이트를 표백제로 사용하는 환원성

표백을 받을 수 있다.

산성 조건에서의 펄프화 단계 및/또는 부유 잉크제거 단계 둘다를 수행하는 것과 관련된 잇점은 통상적인 알칼리성 잉크 제거 방법에서 얻어진 증백도 수치 이상의 종이 증백도 특성을 포함한다. 또한, 잉크 제거된 펄프로부터 제조된 종이 내 잉크 입자량은 통상적인 알칼리성 잉크 제거 방법에서 얻어진 것 이하이다. 통상적인 알칼리성 잉크 제거 방법에서, 셀룰로스 섬유는 종이가 형성되기 전에 산성 pH 에 평형화될 시간을 갖지 못하므로, 제지 기계내에 펄프를 두기전에 종이 성질에 역효과를 가질 수 있는 산성으로 펄프를 만들고 제지 기계에서 제거하고 건조시켜야 한다. 본 방법에서, 펄프는 이미 산성이므로 제지 기계에 두기 위해 적당히 조건화되어 있다.

본 명세서 및 청구의 범위에 제공된 범위 및 한계는 본 발명을 특별히 지적하고 명확히 청구하는 것으로 여겨지는 것이다. 그러나, 같거나 실질적으로 같은 결과를 얻기 위해 실질적으로 같은 방법으로 실질적으로 같은 기능을 수행하는 다른 범위 및 제한이 본 명세서 및 청구의 범위에 의해 규정된 바와 같은 본 발명의 범주내에 있는 것으로 여겨진다.

본 발명은 예시의 목적을 위해 제공되며 본 발명을 제한하는 것으로 해석되지 않는 하기 실시예에 의해 하기될 것이다.

본 발명을 예시의 목적을 위해 제공되며 본 발명을 제한하는 것으로 해석되지 않는 하기 실시예에 의해 하기될 것이다.

[예시적 구체예]

[실시예 1]

이 실시예는 분자 당 평균 약 13개 옥시에틸렌 단위를 함유하는 C_{14}-C_{15}의 주로 직선형의 일차 알콜(약 60 중량% C_{14} 및 40 중량% C_{15})의 혼합물을 잉크 제거제로 사용하여 본 발명 방법에 따라 실시된 폐 신문지의 잉크 제거를 예시한다. 에톡실레이트 잉크 제거제는 통상적인 수산화 칼륨 촉매의 존재하에 실시되는 첨가 반응에 의해 제조했다. 에틸렌 옥사이드를 C_{14}-C_{15} 알콜 혼합물에 첨가하여 에톡실레이트를 형성했다.

본 발명의 성능을 시험하기 위해, 폐 신문지의 잉크 제거를 위해 하기 절차를 실시했다.

[샘플 제조]

신문지를 손으로 찢고 잘 섞었다. 찢기 전에 종이의 인쇄되지 않은 여백을 잘라서 바탕값 표준으로 사용하기 위해 모았다.

[히드라펄프화 및 잉크 제거]

수돗물을 40-45℃로 가열했다. 그리고나서 수성 10 중량% 황산을 첨가하여 pH를 약 5.5로 조정했다. 여기에 1 중량% 계면 활성제(건조 폐 종이에 대해 0.2 중량% 계면활성제) 4㎖를 첨가했다. 찢어진 신문지 20g을 첨가하여 약 5% 점조도의 슬러리를 제조했다. 이 슬러리를 고속 교반 셋팅상에 해밀톤-비이치 혼합기내에서 30분간 혼합했다.

그리고나서 이 슬러리에 부유 분리를 했다.

[부유 분리]

수돗물을 40-45℃로 가열하고 약 2ℓ를 덴버 부유기내에 두었다. 이 장치는 교반 모터, 임펠러 축 및 교반날 및 펄프 슬러리를 위한 용기로 구성된다. 슬러리가 교반됨에 따라, 공동 교반기 축에서 공기가 끌려나와 작은 구멍을 통해 교반날에서 나간다. 이 방식으로 생성된 기포는 잉크 입자를 그와 함께 취하여 펄프 슬러리를 통해 발생한다. 용기 상단의 거품을 제거하여 펄프 슬러리로부터 잉크 입자를 분리한다.

펄프 슬러리를 용기에 첨가하고, 부가적인 40-45℃ 수돗물을 사용하여 총 부피 약 5ℓ까지 희석시켰다. 그리고나서 수성 10% 황산을 첨가하여 pH 5.5로 조정했다. 펄프 슬러리 점조도는 약 0.5 중량%였다. 이 혼합물을 분당 900 회전으로 10분간 교반하면서 슬러리 거품을 걷어내어 모았다.

부유 용기로부터 슬러리를 따라내고 100 U.S. 메쉬 스크린을 통해 여과했다.

[환원성 표백]

부유분리로부터 결과되는 펄프를 따로 40-45℃ 수돗물을 800㎖까지 희석시켰다. 여기서 0.17g의 나트륨 히드로설파이트를 첨가했다. 40-45㎖의 0.1N 염산 용액을 첨가하여 슬러리 pH를 4.0-4.5로 조정했다. 결과 혼합물을 온화하게 교반한 후 30분간 정치시켰다.

이 나트륨 히드로설파이트 환원성 표백은 증백도를 증가시킨다.

[제지]

잉크 제거된 펄프로부터 종이를 만들고 종이를 증백도 및 오염 계수에 대해 분석함으로써 잉크 제거 방법 성능을 측정했다. 각각의 표백된 펄프를 4 분량으로 나누어 각각 3-4g 나가는 적어도 3개, 및 바람직하게 4개의 핸드시이트를 제조할 수 있었다.

TMI(Technical Machines Inc.) TAPPI(Technical Association of the Pulp and Paper Industry)표준 시이트 내에서 40-45℃ 수돗물 7ℓ에 각각의 펄프 분량을 분배시켰다.

기계내에, 펄프를 침적시켜 습윤 시이트를 형성하고 이를 통해 물을 신속히 배수시켰다. 이리하여 형성된 시이트를 두꺼운 습윤 여과지 조각 후 두꺼운 건조여과지 조각으로 덮고나서 13.6㎏ (30lb) 롤링 핀으로 굴려 몇 층을 압착시켰다. 그 다음 층들을 장치로부터 제거하고 제조된 시이트를 여과지로부터 분리했다. 최종적으로, 제조된 시이트를 4개의 두꺼운 여과지 사이에 두고(둘은 위에 둘은 밑에) TMI TAPPI 시이트 프레스내에서 446kPa (50psig)의 힘으로 압착시키고 실온에서 어두운 곳에 약 24시간동안 새로운 두꺼운

여과지 사이에 건조시켰다.

이리하여 제조된 종이 ('핸드시이트'를 같은 절차를 사용하여 바탕값 표준으로부터 제조된 핸드시이트에 비교하여 증백도를 분석했다. 표준화된 Technidyne S-4 증백도 시험기를 사용하여 시이트로부터의 광반사 %를 기준하여 증백도 측정을 했다. 양면상의 네 사분원 각각의 중앙에서 한 번씩 각각의 시이트에 대해 8번 측정을 했으며, 8개 수치를 시이트에 대해 평균했다. 대개, 8개 별개의 측정치는 약 1% 이하의 범위였다. 보고된 증백도 기록치는 적어도 3개의 유사하게 가공된 시이트에 대한 증백도 결과의 평균이었다. 결과를 비교할 때, 두 증백도(2%)는 실험치 사이의 실험적으로 유의한 최소 차이가 되는 것으로 당업자에게 일반적으로 인식된다.

영상 분석 방법을 사용하여 잉크('오염') 입자에 대해 핸드 시이트를 조사했다. 원형 핸드시이트의 모서리로부터의 거리가 다른 2.54㎝×2.54㎝(1인치×1인치)입방 구획 4개에 대해 조사했다. Minolta 50㎜ 미크로 렌즈를 갖는 MTI 시리이즈 6800 비데오카메라를 사용하는 Tracor Northern 8502/C 영상 분석기 내에 직접 영상을 입력시켰다. 바탕값 영상은 영상 인지 시스템에 고유한 반점 및 음영을 포함하는 규칙적 인위 구조를 나타냈다. 이들은 핸드시이트 영상으로부터 삭제했다. 샘플 영상의 광범위 증백도 변화를 수정하기 위해 75×75 거대 중간 필터를 사용했다. 이 필터는 샘플 영상으로부터 삭제된 광범위 변화 영상을 나타냈다. 0.04㎟ 보다 면적이 큰 입자에 대해 잉크 계수(잉크 입자가 점유한 백만부 당 분로 표현된 상대적 핸드 시이트 표면적)를 측정했다. 10개의 다른 핸드 시이트에 대한 표준 실험은 영상 분석을 사용하여 얻어진 잉크 계수 값이 TAPPI 표준 절차 T437 ㎝-85를 사용하여 얻어진 것과 유사했음을 나타냈다.

증백도 및 잉크 계수 시험 결과는 표 I에 표현되어 있다.

[실시예 2]

히드라펄프화 및 부유 단계 둘 다를 pH 3.5에서 실시한 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 3]

히드라펄프화 및 부유 단계 둘 다를 pH 7.0에서 실시한 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 4]

사용된 알콜 에톡실레이트 잉크 제거제가 분당 평균 약 7개의 옥시에틸렌 단위를 함유하는 C_{14}-C_{15}의 주로 직선형 및 일차 알콜의 혼합물(약 60 중량% C_{14} 및 40 중량% C_{15})인 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 5]

사용된 알콜 에톡실레이트 잉크 제거제가 분자당 평균 약 9개의 옥시에틸렌 단위를 함유하는 C_{12}-C_{15}의 주로 직선형의 일차 알콜(약 30 중량% C_{12}, 25 중량% C_{13}, 25 중량% C_{14} 및 20 중량% C_{15})의 혼합물인 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 6]

사용된 잉크제거제가 C_{12}-$C_{15}(PO)_2(EO)_7$인 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 7]

사용된 잉크 제거제가 C_{12}-$C_{15}(PO)_2(EO)_7$인 것을 제외하고 실시예 2의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[실시예 8]

사용된 잉크 제거제가 C_{12}-$C_{15}(PO)_2(EO)_7$인 것을 제외하고 실시예 3의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[비교 실시예 A]

히드라펄프화 및 부유 단계를 둘다 pH 9.0에서 실시한 것을 제외하고 실시예 1의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[비교 실시예 B]

히드라펄프화 및 부유 단계를 둘다 pH 9.0에서 실시한 것을 제외하고 실시예 4의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[비교 실시예 C]

히드라펄프화 및 부유 단계를 둘다 pH 9.0에서 실시한 것을 제외하고 실시예 5의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[비교 실시예 D]

히드라펄프화 및 부유 단계를 둘다 pH 9.0에서 실시한 것을 제외하고 실시예 6의 절차를 반복했다. 이들 시험 결과는 표 I에 나타나 있다.

[표 1]

부유 잉크 제거 기능

실시예 번호	계면 활성제	펄프화 & 부유 pH	증백도 (%)	잉크 계수 (ppm)
1	C_{14}-C_{15} $(EO)_{13}$	5.5	58.3	423
2	C_{14}-C_{15} $(EO)_{13}$	3.5	58.4	374
3	C_{14}-C_{15} $(EO)_{13}$	7.0	57.9	366
4	C_{14}-C_{15} $(EO)_{7}$	5.5	58.2	463
5	C_{14}-C_{15} $(EO)_{9}$	5.5	57.2	419
6	C_{14}-C_{15} $(PO)_2(EO)_7$	5.5	57.8	399
7	C_{14}-C_{15} $(PO)_2(EO)_7$	3.5	55.8	366
8	C_{14}-C_{15} $(PO)_2(EO)_7$	7.0	57.2	366
비교 실시예A	C_{14}-C_{15} $(EO)_{13}$	9.0	55	--
비교 실시예B	C_{14}-C_{15} $(EO)_{7}$	9.0	55	--
비교 실시예C	C_{14}-C_{15} $(EO)_{9}$	9.0	53	461
비교 실시예D	C_{14}-C_{15} $(PO)_2(EO)_7$	9.0	52	195

표 I에 나타난 바와 같이, pH 5.5 및 3.5에서 C_{14}-C_{15} $(EO)_{13}$의 사용은 통상적인 염기성 펄프화 및 잉크 제거 조건하에 얻어진 결과(비교 실시예 A)에 비했을 때 증가된 시이트 증백도를 제공한다. 실시예 1과 2의 비교는 시험 pH가 역효과 없이 5.5에서 3.5로 감소될 수 있음을 제시한다. 실시예 1, 3과 비교 실시예 A의 비교는 시험 pH가 5.5에서 7.0에서 9.0으로 증가할 때 점차적인 증백도 감소가 있다는 것을 제시한다.

실시예 4와 비교 실시예 B의 비교는 C_{14}-C_{15} $(EO)_7$이 또한 pH 9.0에서보다 pH 5.5에서 상당히 높은 증백도를 제공한다는 것을 지시한다.

실시예 5와 비교 실시예 C의 비교는 C_{14}-C_{15} $(EO)_9$이 시험 pH 9.0에서보다 pH 5.5에서 상당히 높은 증백도 및 보다 낮은 잉크 입자 계수를 제공한다는 것을 지시한다.

C_{14}-C_{15} $(PO)_2(EO)_7$에 대한 결과는 잉크 제거 계면활성제가 프로필렌 옥사이드를 함유할 때 산성 및 중성 시험 pH 둘 다에서 실질적으로 높은 증백도 수치가 얻어진다는 것을 지시한다. 산성 pH에서의 보다 높은 잉크 계수가 실상보다 더 분명할 수 있다. 산성 및 중성 pH에서 얻어진 보다 밝은 핸드시이트 배경에 대하여 희미하고 작은 잉크 입자가 보다 더 쉽게 감지된다.

(57) 청구의 범위

청구항 1

a) 휴지를 펄프로 전환시키고, 계면 활성 잉크 제거제를 함유하는 수성 매질과 상기 펄프를 접촉시키고, b) pH 7 이하에서 실시되는 하나 이상의 세척단계, 부유단계, 또는 세척 및 부유 단계에 적용함으로써 현탁 잉크가 이로부터 제거되고 제지 기계로으 후속 첨가용으로 상기 펄프-함유 매질이 조건화되는 것으로 이루어지며, 이때 상기 계면 활성 잉크 제거제는 알콜 에톡실레이트 화합물, 알콜 프로폭시에톡실레이트 화합물 및 이들의 혼합물로부터 선택되는, 휴지 원료의 잉크 제거 방법.

청구항 2

제1항에 있어서, 상기 계면 활성 잉크 제거제는 하기 일반식을 갖는 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트인 방법:

$$R - O - (CH_2 - \underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{C}}HO)_m - (CH_z - CH_2O)_n - H$$

상기식에서 R은 8-18개의 탄소 원자를 갖는 직쇄 또는 분지쇄 알킬기, 또는 8-12개의 탄소 원자를 갖는 알킬 부분을 갖는 알킬아릴기이고, m 및 n은 각각 분자당 옥시프로필렌기 및 옥시에틸렌기의 평균수이며, m이 0이면 n은 6-20이고, m이 0.5-7이면 n은 1-20이다.

청구항 3

제2항에 있어서, 상기 계면 활성 잉크 제거제는 m이 0이면 n은 7-15이거나, m이 1-3이면 n은 2-12인 알콜 에톡실레이트 또는 알콜 프로폭시에톡실레이트인 방법.

청구항 4

제1-3항 중 어느한 항에 있어서, 상기 계면 활성 잉크 제거제가 부가적으로 C_8-C_{18} 지방산을 포함하는 방법.

청구항 5

제1-3항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 a)에서 수성 매질은 pH 7 이하를 갖는 방법.

청구항 6

제1-3항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 a)에서 수성 매질은 pH 3-7을 갖는 방법.

청구항 7

제1-3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 세척 단계 및 부유 단계는 pH 3-7에서 실시되는 방법.

청구항 8

제1-3항 중 어느 한 항에 있어서, 단계 b) 이전에 단계 a)로부터의 결과 펄프-함유 매질을 i)세척하여 부가적인 잉크를 제거하고, ii) 과산화수소를 사용하여 pH 9-12에서 또는 나트로 히드로설파이트를 사용하여 pH 4-6에서 표백하고, iii) 알콜 에톡실레이트 화합물, 알콜 프로폭시에톡실레이트 화합물 및 이들의 혼합물로 구성된 군으로부터 선택되는 계면활성잉크제거제와 pH 7 이하에서 접촉시키는 방법.

청구항 9

제1-3항 주 어느 한 항에 있어서, 수성 매질은 0.5 중량%-12 중량%의 펄프를 함유하고 방법의 a) 단계는 30℃-100℃의 온도에서 실시되는 방법.