

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6286819号
(P6286819)

(45) 発行日 平成30年3月7日 (2018.3.7)

(24) 登録日 平成30年2月16日 (2018.2.16)

(51) Int.Cl. F 1
D 2 1 H 21/02 (2006.01) D 2 1 H 21/02
D 2 1 C 7/00 (2006.01) D 2 1 C 7/00

請求項の数 1 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2012-243086 (P2012-243086)	(73) 特許権者	000001063
(22) 出願日	平成24年11月2日 (2012.11.2)		栗田工業株式会社
(65) 公開番号	特開2014-91883 (P2014-91883A)		東京都中野区中野四丁目10番1号
(43) 公開日	平成26年5月19日 (2014.5.19)	(74) 代理人	100120891
審査請求日	平成27年10月14日 (2015.10.14)		弁理士 林 一好
前置審査		(74) 代理人	100131705
			弁理士 新山 雄一
		(72) 発明者	村野 正幸
			東京都中野区中野四丁目10番1号 栗田工業株式会社内
		(72) 発明者	小笠原 啓隆
			東京都中野区中野四丁目10番1号 栗田工業株式会社内
		審査官	長谷川 大輔
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 スケールの抑制方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

パルプの生産設備のスケールの抑制方法であって、稼働中の前記設備における循環する流体に、エチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸及びそれらの塩からなる群から選択される1以上の化合物を添加するものであり、該化合物を添加する設備が、黒液が流れている設備である、スケールの抑制方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、パルプの生産設備におけるスケールを抑制する方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

パルプは、木材チップに水酸化ナトリウムを含む処理水を加え蒸解することにより製造される。木材チップには、カルシウム塩、バリウム塩、リン酸塩等が多量に含まれているため、パルプの製造過程で多量のカルシウムイオン、バリウムイオン、リン酸イオンが処理水中に溶出する。

【0003】

これらのイオンは、パルプを蒸解及び漂白する段階で生成するシュウ酸イオンや、それらの段階で使用する薬品により、スケールを形成する。スケールはパルプの生産設備のあ

らゆる部位に付着して、処理水の流量の低下、熱交換効率又は電力消費効率の低下を誘発し、場合によってはパルプの生産設備を破損する。

【0004】

そのため、パルプの生産設備におけるスケールの形成・付着を予防し、又は付着したスケールを除去する必要がある。従来、酸、キレート剤等を用いた化学的洗浄、高圧水等による物理的洗浄を行っていた。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、酸を用いた化学的洗浄は、処理水の含む水酸化ナトリウムを中和するため、高圧水は、スケールの付着した部分に直接当てる必要がある。このため、いずれの洗浄方法もパルプの生産設備を停止して行う必要があり、パルプの生産ロス、洗浄等の手間の増加、洗浄廃液等の後処理の必要性という問題があった。

【0006】

本発明は、以上の実情に鑑みてなされたものであり、パルプの生産設備を停止することなく、連続的にスケールを抑制する方法、具体的には、例えばスケールの形成・付着を予防し、又は、付着したスケールを除去する方法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明者は、パルプの生産設備の流体に、エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム（EDTA・4Na）等の所定の化合物を添加することで、稼働中のパルプの生産設備におけるスケールの形成・付着が抑制されることを見出し、本発明を完成するに至った。具体的には、本発明は以下の方法を提供する。

【0008】

（１）パルプの生産設備のスケールの抑制方法であって、稼働中の前記設備における流体に、エチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸及びそれらの塩からなる群から選択される１以上の化合物を添加する、スケールの抑制方法。

【0009】

（２）前記化合物を、前記流体に対して０．０５ｗｔ／ｖｏｌ％以上添加する（１）に記載のスケールの抑制方法。

【発明の効果】

【0010】

本発明によれば、パルプの生産設備を停止することなく、生産設備でのスケールを抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

【0011】

【図１】本発明の一実施形態に係るパルプの生産設備の概略構成図である。

【図２】本発明の一実施形態に係る蒸解釜１１における黒液の流量の変化を示すグラフである。

【図３】本発明の一実施形態に係る蒸解釜１１における黒液の流量の変化を示すグラフである。

【図４】本発明の一実施形態に係る苛性化系４１の流路における緑液の流量の変化を示すグラフである。

【発明を実施するための形態】

【0012】

以下、本発明の実施形態について説明するが、これにより本発明が制限されるものではない。

【0013】

<パルプの生産設備>

10

20

30

40

50

図１は、本発明の一実施形態に係る木材チップを用いたパルプ製造系１の概略構成図である。パルプ製造系１は、蒸解系１０、黒液処理系２０、緑液製造系３０、緑液処理系４０、を備え、これらは、図１において実線で示される管で互いに連通され、全体として循環路を構成し、パルプ製造系における流体が循環する。また、蒸解系１０、黒液処理系２０、緑液製造系３０、緑液処理系４０は、図示しない導入手段としての導入部をさらに備える。以下、各構成要素について詳細に説明する。

【００１４】

〔蒸解系〕

蒸解系１０は、図示しないヒーターを上部及び／又は下部に有する蒸解釜１１を有し、この蒸解釜１１の下流にはパルプ精製部が設けられている。蒸解釜１１には、パルプの原料である木材チップと、水酸化ナトリウムを含有する白液とが投入され、木材チップの蒸解が行われる。これによって生じたパルプ（パルプスラリー）はパルプ精製部へと移送され、漂白、抄紙工程等を順次受け、紙が製造される。一方、廃液である黒液は、水酸化ナトリウムの回収等のため、後述するエバポレータ２１へと移送される。

10

【００１５】

〔黒液処理系〕

黒液処理系２０は、上流から順に、エバポレータ２１、ボイラ２２、を有する。黒液は、エバポレータ２１で濃縮された後、ボイラ２２へと移送され、このボイラ２２内で燃焼される。すると、黒液に含有されていた無機ナトリウム塩が溶解し、ボイラ２２の底部から緑液（スメルト）として排出される。排出された緑液は、溶解タンク３１へと移送される。

20

【００１６】

〔緑液製造系〕

緑液製造系３０は、上流から順に、溶解タンク３１と、緑液クラリファイア３２と、緑液タンク３３と、を有する。緑液は、溶解タンク３１において水に攪拌され溶解する。これにより、水酸化ナトリウムに加え、炭酸ナトリウムを豊富に含有する緑液が生成される。溶解タンク３１には図示しない送液ポンプが設けられており、緑液はこの送液ポンプに吸引され、緑液クラリファイア３２へと移送される。緑液は、残存する未溶解成分が緑液クラリファイア３２において除去される。その後、緑液タンク３３へと移送されて貯留され、やがて苛性化系４１へと移送される。

30

【００１７】

〔緑液処理系〕

緑液処理系４０は、上流から順に、苛性化系４１、白液クラリファイア４２、白液タンク４３、を有し、白液クラリファイア４２の下流にキルン４４、を有する。苛性化系４１、白液クラリファイア４２、白液タンク４３は、互いに連通され、全体として循環路を構成する。またキルン４４は苛性化系４１に連通される。

【００１８】

緑液は、苛性化系４１においてキルン４４から供給された酸化カルシウムと混合される。苛性化系４１は、スレーカ４１１、及びその下流に位置する複数の苛性化反応槽４１２を有する。スレーカ４１１に移送された緑液（通常、９０～１００℃、pH１３～１４）は、同じくスレーカ４１１に供給された酸化カルシウムと混合される。すると、酸化カルシウムが水で消和されて水酸化カルシウムが生成される。その後、苛性化反応槽４１２へと移送されると、緑液中の炭酸ナトリウムが水酸化カルシウムと反応し、水酸化ナトリウム及び炭酸カルシウムが生成される。

40

【００１９】

このようにして得られた白液は、白液クラリファイア４２へと移送される。この白液クラリファイア４２において、不溶性の炭酸カルシウムが沈降され分離された後、白液は白液タンク４３に貯留され、やがて蒸解釜１１へと循環して再利用されることになる。一方、分離された炭酸カルシウムはキルン４４へと回収され、焙焼されて酸化カルシウムへと戻って、苛性化系４１において再利用される。

50

【0020】

[導入部]

導入部は、蒸解系10、黒液処理系20、緑液製造系30、又は緑液処理系40の適宜の部位にあり、後述するスケールの抑制剤が導入される。蒸解系10、黒液処理系20、緑液製造系30、又は緑液処理系40は、それらのあらゆる個所の流体にスケールを形成するイオンを含み、スケールによる問題が懸念される。導入部から導入されたスケールの抑制剤は、導入個所及びその下流においてスケールを抑制する。本発明において、スケールの抑制は、特に制限されないが、例えば、スケールの形成・付着を予防し、又は付着したスケールを除去することを意味する。

【0021】

導入個所は、前述した流体流路の任意の個所であってよく、スケールによる問題の発生の抑制が求められる部位又はその上流であることが好ましい。例えば、蒸解釜11、ボイラ22、溶解タンク31、スレーカ411緑液に導入したり、スメルトを溶解させるための水に導入したりすることができる。

【0022】

[スケールの抑制剤]

本発明のスケールの抑制剤は、エチレンジアミン四酢酸(EDTA)、ジエチレントリアミン五酢酸(DTPA)、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸(EDTMP)、ホスホノブタントリカルボン酸(PBTC)及びそれらの塩からなる群から選択される1以上の化合物であり、高温、高アルカリ環境においても分解されず、稼働中のパルプの生産設備でのスケールを抑制することができる。また、これらのスケールの抑制剤は、一部又は全部の部分が稼働中のパルプの生産設備を流通する流量を、その清浄時に流通する流量近くまで回復させることができる。これらのスケールの抑制剤は、洗浄前後でカップー価及び白色度に変化させず、パルプ品質に悪影響を及ぼさない。スケール抑制剤は、エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム、ジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウム、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウム、ホスホノブタントリカルボン酸を含むのが好ましい。

【0023】

スケールの抑制剤の導入量は、スケールを形成するイオンの存在量、パルプの生産設備への付着による流量の低下等に応じて、適宜設定することができる。スケールの形成・付着を十分に抑制するため、導入量は、特に制限されないが、流体(例えば、黒液、緑液)に対し、好ましくは0.05wt/vol%以上、より好ましくは0.10wt/vol%以上、さらに好ましくは0.25wt/vol%以上である。また、望まない反応を抑制するため、導入量は、特に制限されないが、流体に対し、5.0wt/vol%以下、4.0wt/vol%以下、3.0wt/vol%以下、2.0wt/vol%以下、1.0wt/vol%以下、0.5wt/vol%以下であってよく、望まない反応が起こらない限り、5.0wt/vol%超であってよい。添加するスケールの抑制剤の導入量が0.05wt/vol%より低いと、スケールの抑制剤はパルプ又は流通する流体中の金属イオンに消耗される。一方、スケールの抑制剤の導入量が、望まない反応が起こる量を超えると、スケールの形成・付着の予防、スケールの除去効率が高いものの、パルプ品質が低下するおそれがある。なお、流通する流体の体積は、例えば、流体流路の適宜の個所に流量計を設け、その測定値に基づいて算出できる。

【0024】

スケールの抑制剤の導入方法は、特に制限されないが、例えば、導入部において機械的又は人為的に添加することができる。スケールの除去を目的とするときは、例えば、パルプの生産設備の流体の流量が所定の値を下回った時から、その流量が清浄時の値又はパルプの生産において問題とならない値に回復するまで、連続的に又は断続的に、スケールの抑制剤を添加することができる。また、スケールの形成・付着の予防を目的とするときは、例えば、連続的に又は断続的に、スケールの抑制剤を添加することができ、また、スケールの抑制剤の量は、特に制限されず、任意の量を使用することができ、一定の量を添加

し続けてよく、変更して添加してもよい。スケールの抑制剤を、このように導入することで、スケールの形成・付着を予防でき又は付着したスケールを除去することができる。

【0025】

スケールの抑制剤は、そのスケールを抑制する作用を阻害しない限り、1以上の他の薬剤を混合して用いることができる。他の薬剤は、特に制限されないが、例えばキレート剤や高分子化合物等であって、キレート剤は、ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸（HEDTA）、グルタミン酸二酢酸（CMGA）、ヒドロキシエチリレンジホスホン酸（HEDP）、アミノトリメチレンホスホン酸（ATMP）、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸（EDTMP）、ホスホノブタントリカルボン酸（PBTC）、クエン酸、コハク酸、フタル酸、リンゴ酸、酒石酸及びそれらの塩等からなる群から選択される1以上のものであってよい。エチレンジアミン四酢酸、ジエチレントリアミン五酢酸、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸、ホスホノブタントリカルボン酸及びそれらの塩以外のキレート剤の導入量は、本発明のスケール抑制剤の3倍以下、2倍以下、1倍以下、0.5倍以下、0.3倍以下、0.1倍以下であってよく、含まなくてよい。

10

【0026】

高分子化合物は、公知のものからなる群から選択される1以上のものであってよい。高分子化合物の導入量は、特に制限されないが、スケールの抑制剤の作用を阻害しない限り、任意の量であり得、含まなくてもよい。

【0027】

スケールの抑制剤を導入する方法は、特に制限されないが、例えば、固体の抑制剤を直接流体に添加する、又は抑制剤の溶液（例えば水溶液）を、流体に添加することができる。本発明のスケールの抑制剤は水溶液で使用する事ができるため、スケールの抑制剤の溶解速度等の違いに対しても、スケールを形成するイオンやパルプの生産設備に付着したスケールとの反応時間を調整することができる。

20

【0028】

また、スケールの抑制剤は、パルプスラリーに添加され、例えば、漂白、抄紙工程等を順次受け、紙が製造することができる。

【0029】

＜他のパルプの生産設備＞

本発明の他の実施形態におけるパルプの生産設備は、古紙パルプを用いたパルプの製造系である。古紙パルプを用いたパルプの製造系は、原料となる古紙を水と混合しながら機械力でパルプスラリーとする離解系、脱墨剤を加えてインキ成分を除去する脱墨系、脱墨されたパルプスラリーをスクリーンで水洗する洗浄系等を備える。

30

【0030】

古紙パルプには填料として炭酸カルシウムが添加され、また脱墨助剤として塩化カルシウムが添加されることがあり、古紙パルプの製造系においてスケールによる問題が発生する。本発明のスケールの抑制方法は、古紙パルプの製造系におけるスケールの抑制方法においても使用され得る。

【実施例】

40

【0031】

以下の実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は、その要旨を超えない限り、以下の実施例に何ら限定されるものではない。

【0032】

実施例で用いたスケールを抑制するために用いた化合物は、以下の通りである。

【表 1】

化合物	製品名	分子量
エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム (EDTA・4Na)	キレスト 40 (キレスト株式会社製)	380
ジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウム (DTPA・5Na)	キレスト P (キレスト株式会社製)	503
ニトリロ三酢酸三ナトリウム (NTA・3Na)	キレスト 70 (キレスト株式会社製)	257
ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸三ナトリウム (HEDTA・3Na)	キレスト H (キレスト株式会社製)	344
グルタミン酸二酢酸四ナトリウム (CMGA・4Na)	キレスト CMG-40 (キレスト株式会社製)	351
ヒドロキシエチルピペリン三酢酸三ナトリウム (HEDP)	デイクエスト 2010 (サーモフィスコジャパン株式会社製)	206
アミノトリアメチレンホスホン酸 (ATMP)	デイクエスト 2000 (サーモフィスコジャパン株式会社製)	299
エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウム (EDTMP・5Na)	デイクエスト 2046 (サーモフィスコジャパン株式会社製)	551
ホスホノタントリカルボン酸 (PBTC)	ハイビット AM (ラングセス株式会社製)	270
クエン酸	(キシタ化学株式会社)	192
コハク酸	(キシタ化学株式会社)	118
フタル酸	(キシタ化学株式会社)	166
リンゴ酸	(キシタ化学株式会社)	134
酒石酸	(キシタ化学株式会社)	150

10

【0033】

＜実施例 1～4 及び比較例 1～10＞

パルプ生産設備の黒液 100 mL 及び粒径 1.5 mm の炭酸カルシウム 1 g の入ったステンレス製オートクレーブに、化合物をそれぞれ 10 mmol/L 又は 20 mmol/L になるように添加し、180℃のオイルバス中で 2 時間模擬蒸解試験を行った。その後、黒液中のカルシウムイオンの濃度 (mg/L) を測定し、カルシウムイオンの封鎖率を定めた。なお、酸性の化合物は、水酸化ナトリウムで pH 7 に中和したものを用いた。

20

【0034】

＜対照 1＞

加熱前の黒液中のカルシウムイオンの濃度を測定した。

【0035】

＜対照 2＞

化合物をオートクレーブに添加しなかったことを除いて、実施例 1～4 と同様に模擬蒸解試験を行った。

【0036】

【表 2】

	化合物	mmol/L	wt/vol%	黒液中の カルシウムイオン 濃度 (mg/L)	カルシウムイオン の封鎖率 (%)
実施例 1	エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム	10.0	0.38	494	100
実施例 2	ジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウム	10.0	0.50	482	100
実施例 3	エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウム	10.0	0.55	490	100
実施例 4	ホスホノタントリカルボン酸 ²⁾	10.0	0.27	484	100
比較例 1	ニトリロ三酢酸三ナトリウム	10.0	0.26	252	53
比較例 2	ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸三ナトリウム	10.0	0.34	231	48
比較例 3	グルタミン酸二酢酸四ナトリウム	10.0	0.35	158	33
比較例 4	ヒドロキシエチルピペリン三酢酸三ナトリウム ²⁾	10.0	0.21	88	18
比較例 5	アミノトリアメチレンホスホン酸 ²⁾	10.0	0.30	75	16
比較例 6	クエン酸 ²⁾	20.0	0.38	66	8
比較例 7	コハク酸 ²⁾	20.0	0.24	72	8
比較例 8	フタル酸 ²⁾	20.0	0.33	64	7
比較例 9	リンゴ酸 ²⁾	20.0	0.27	62	7
比較例 10	酒石酸 ²⁾	20.0	0.30	68	8
対照 1	— ¹⁾	0.0	0.00	82	0
対照 2	— ¹⁾	0.0	0.00	59	0

30

40

1) 化合物添加せず、2) pH 7 のナトリウム塩

【0037】

実施例 1～4 における、エチレンジアミン四酢酸四ナトリウム、ジエチレントリアミン

50

五酢酸五ナトリウム、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウム、ホスホノブタントリカルボン酸のナトリウム塩は、高温下で、黒液中のカルシウムイオンの濃度を大きくでき、カルシウムイオンの封鎖率も高かった。これらの化合物は、高温でも分解せず、スケールを分解でき、カルシウムイオンとキレートを形成し得ることがわかった。これに対し、比較例 1～10 における化合物は、実施例 1～4 における化合物に比べ、スケールを分解する機能が低く、生産設備の停止中には有効に使用できることが知られているが、稼働中には有効に使用できない。

【0038】

＜実施例 5 及び比較例 11＞

清浄時の黒液の流量は $350 \text{ m}^3 / \text{hr}$ であり、LBKP（広葉樹晒クラフトパルプ）の生産能力は $850 \text{ t} / \text{日}$ である連続蒸解釜において、スケールにより、黒液の流量が $120 \text{ m}^3 / \text{hr}$ まで低下した連続蒸解釜の下部のヒーターの循環吸引ポンプ部分に、まず、清浄時の黒液の流量 $350 \text{ m}^3 / \text{hr}$ に対して $0.4 \text{ wt} / \text{vol} \%$ のクエン酸三ナトリウム（40 質量％水溶液）を、経過時間 0.5～2.5 時間の間添加し続けた。続いて、清浄時の黒液の流量 $350 \text{ m}^3 / \text{hr}$ に対して $0.4 \text{ wt} / \text{vol} \%$ のエチレンジアミン四酢酸四ナトリウム（40 質量％水溶液）を、経過時間 4.0～6.0 時間の間添加し続けた。経過時間 30 分毎に黒液の流量を測定して、各化合物のスケールの抑制効果を評価し、測定値を以下の表に示し、図 2 に経過時間に対する黒液の流量変化を示した。

【0039】

【表 3】

経過時間 (hr)		化合物	黒液流量 (m^3 / hr)
0		— a)	120
0.5	比較例 11	クエン酸・3Na ↓	119
1			118
1.5			119
2			121
2.5			120
3		— a)	118
3.5		— a)	121
4	実施例 5	EDTA・4Na ↓	120
4.5			142
5			158
5.5			222
6			304
6.5		— a)	310
7		— a)	312

a) 化合物の添加を中止

b) 表中の「↓」は各化合物を 2 時間添加し続けたことを示す。

【0040】

クエン酸三ナトリウムを添加しても黒液の流量に変化はなかったが、エチレンジアミン四酢酸四ナトリウムを添加した時、黒液の流量が $310 \text{ m}^3 / \text{hr}$ まで回復した。そして、洗浄前後で銅価及び白色度に変化はなく、パルプ品質に悪影響がないことを確認した。従って、エチレンジアミン四酢酸四ナトリウムは高温下で有効にカルシウムイオンを封鎖できるだけでなく、さらに高アルカリ性下でも、分解することなくスケールを分解することができることがわかった。

【0041】

＜実施例 6 及び比較例 12＞

清浄時の黒液の流量は $150 \text{ m}^3 / \text{hr}$ であり、NBKP（針葉樹晒クラフトパルプ）の生産能力は $200 \text{ t} / \text{日}$ である連続蒸解釜において、スケールにより、黒液の流量が $40 \text{ m}^3 / \text{hr}$ まで低下した連続蒸解釜の上部のヒーターの循環吸引ポンプ部分に、まず、清浄時の黒液の流量 $150 \text{ m}^3 / \text{hr}$ に対して $0.5 \text{ wt} / \text{vol} \%$ のヒドロキシエチル

エチレンジアミン三酢酸三ナトリウム（４０質量％水溶液）を、経過時間０．５～２．５時間の間添加し続けた。続いて、清浄時の黒液の流量 $150\text{ m}^3/\text{hr}$ に対して $0.5\text{ wt}/\text{vol}\%$ のジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウム（４０質量％水溶液）を、経過時間４．０～６．０時間の間添加し続けた。経過時間３０分毎に黒液の流量を測定して、各化合物のスケールの抑制効果を評価し、測定値を以下の表に示し、図３に経過時間に対する黒液の流量変化を示した。

【００４２】

【表４】

経過時間 (hr)		化合物	黒液流量 (m^3/hr)
0		— a)	37
0.5	比較例 12	HEDTA・3Na ↓	40
1			40
1.5			42
2			43
2.5			42
3		— a)	44
3.5		— a)	43
4	実施例 6	DTPA・5Na ↓	45
4.5			48
5			62
5.5			92
6			135
6.5		— a)	137
7		— a)	142

a) 化合物の添加を中止

b) 表中の「↓」は各化合物を２時間添加し続けたことを示す。

【００４３】

ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸三ナトリウムを添加しても黒液の流量に変化はなかったが、ジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウムを添加した時、黒液の流量が $140\text{ m}^3/\text{hr}$ まで回復した。そして、洗浄前後で銅価及び白色度に変化はなく、パルプ品質に悪影響がないことを確認した。従って、ジエチレントリアミン五酢酸五ナトリウムは高温下で有効にカルシウムイオンを封鎖できるだけでなく、さらに高アルカリ性下でも、分解することなくスケールを分解することができることがわかった。

【００４４】

＜実施例 7 及び比較例 13＞

清浄時の緑液の流量は $150\text{ m}^3/\text{hr}$ である粗緑液送液配管において、スケールにより、緑液の流量が $90\text{ m}^3/\text{hr}$ まで低下した粗緑液送液の吸引ポンプ部分に、清浄時の緑液の流量 $150\text{ m}^3/\text{hr}$ に対して $0.5\text{ wt}/\text{vol}\%$ となるように、まず、清浄時の緑液の流量 $150\text{ m}^3/\text{hr}$ に対して $0.5\text{ wt}/\text{vol}\%$ のヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸三ナトリウム（４０質量％水溶液）を、経過時間０．５～２．５時間の間添加し続けた。続いて、清浄時の緑液の流量 $150\text{ m}^3/\text{hr}$ に対して $0.5\text{ wt}/\text{vol}\%$ のエチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウム（５０質量％水溶液）を、経過時間４．０～６．０時間の間添加し続けた。経過時間３０分毎に黒液の流量を測定して、各化合物のスケールの抑制効果を評価し、測定値を以下の表に示し、図４に経過時間に対する黒液の流量変化を示した。

【００４５】

【表 5】

経過時間 (hr)		化合物	黒液流量 (m^3/hr)
0		— a)	92
0.5	比較例 13	HEDTA・3Na ↓	90
1			88
1.5			91
2			95
2.5			93
3		— a)	90
3.5		— a)	88
4	実施例 7	EDTMP・5Na ↓	90
4.5			102
5			116
5.5			125
6			128
6.5		— a)	135
7		— a)	138

10

a) 化合物の添加を中止

b) 表中の「↓」は各化合物を 2 時間添加し続けたことを示す。

【0046】

ヒドロキシエチルエチレンジアミン三酢酸三ナトリウムを添加しても緑液の流量に変化はなかったが、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウムを添加した時、緑液の流量が $140 \text{ m}^3/\text{hr}$ まで回復した。そして、洗浄前後で、キルンにおいて発生する生石灰品質及び蒸解系で生産されるパルプ品質に悪影響がないことを確認した。従って、エチレンジアミンテトラメチレンホスホン酸五ナトリウムは高温下で有効にカルシウムイオンを封鎖できるだけでなく、さらに高アルカリ性下でも、分解することなくスケールを分解することができることがわかった。

20

【符号の説明】

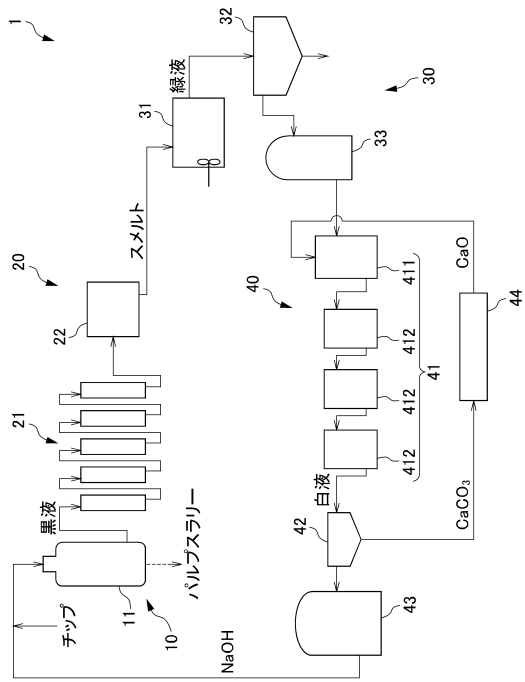
【0047】

- 1 パルプ製造系
- 10 蒸解系
- 11 蒸解釜
- 20 黒液処理系
- 21 エバポレータ
- 22 ボイラ
- 30 緑液製造系
- 31 溶解タンク
- 32 緑液クラリファイア
- 33 緑液タンク
- 40 緑液処理系
- 41 苛性化系
- 42 白液クラリファイア
- 43 白液タンク
- 44 キルン
- 411 スレーカ
- 412 苛性化反応槽

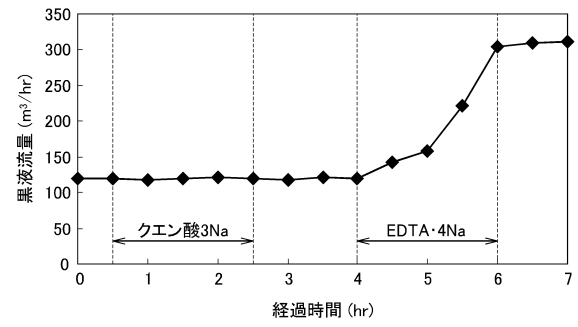
30

40

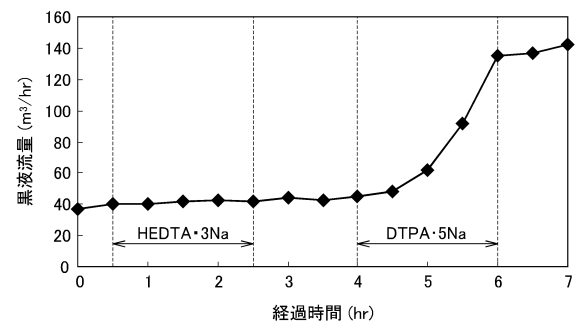
【図 1】



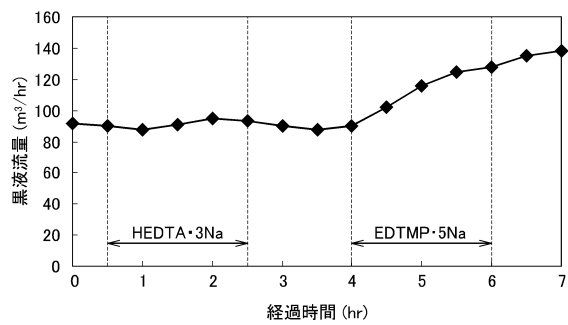
【図 2】



【図 3】



【図 4】



フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2008-248454 (JP, A)
特開平10-025684 (JP, A)
特開昭61-108787 (JP, A)
特開昭60-134092 (JP, A)
特開昭61-075892 (JP, A)
特開2008-202185 (JP, A)
特開平01-250486 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D21B1/00-1/38
D21C1/00-11/14
D21D1/00-99/00
D21F1/00-13/12
D21G1/00-9/00
D21H11/00-27/42
D21J1/00-7/00