

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) **特 許 公 報 (B2)**

(11) 特許番号

特許第6774776号  
(P6774776)

(45) 発行日 **令和2年10月28日(2020.10.28)**

(24) 登録日 令和2年10月7日 (2020.10.7)

(51) Int. Cl. F 1  
D 2 1 C 5/02 (2006.01) D 2 1 C 5/02

請求項の数 3 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2016-78490 (P2016-78490)	(73) 特許権者	000226161
(22) 出願日	平成28年4月8日 (2016.4.8)		日華化学株式会社
(65) 公開番号	特開2017-186710 (P2017-186710A)		福井県福井市文京4丁目2番1号
(43) 公開日	平成29年10月12日 (2017.10.12)	(74) 代理人	110001427
審査請求日	平成31年3月6日 (2019.3.6)		特許業務法人前田特許事務所
		(72) 発明者	田中 多加志
			福井県福井市文京四丁目2番1号 日華
			化学株式会社内
		(72) 発明者	吉田 武司
			福井県福井市文京四丁目2番1号 日華
			化学株式会社内
		(72) 発明者	豊原 治彦
			福井県福井市文京四丁目2番1号 日華
			化学株式会社内

最終頁に続く

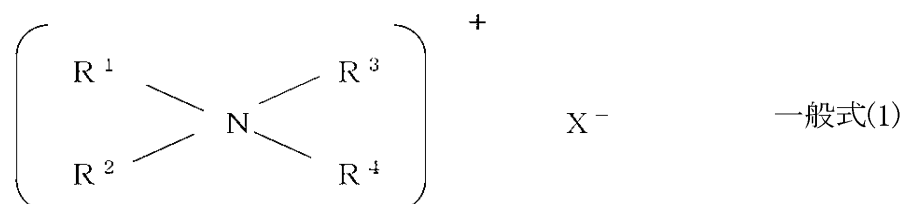
(54) 【発明の名称】 脱墨パルプの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

離解工程を含み、古紙からインクを剥離及び微細化する剥離・微細化工程と、  
 前記剥離・微細化工程で剥離・微細化したインクを排出する排出工程と  
 を含む脱墨パルプの製造方法であって、  
 前記剥離・微細化工程及び前記排出工程における pH は 6 以上 11 以下であり、  
 前記剥離・微細化工程で非イオン性界面活性剤及び下記一般式（1）の化合物を添加す  
 る  
 ことを特徴とする脱墨パルプの製造方法。

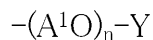
【化 1】



(R<sup>1</sup> は、炭素数 1 ~ 22 のアルキル基、炭素数 5 ~ 22 のヒドロキシアルキル基、炭素数 2 ~ 22 のアルケニル基、炭素数 5 ~ 22 のヒドロキシアルケニル基であり、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup> は、それぞれ独立に、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基

、炭素数 2 ～ 4 のアルケニル基若しくはヒドロキシアルケニル基、ベンジル基、グリシジル基、又は下記一般式 ( 2 ) で示される基であって、 $A^1O$  は炭素数 2 ～ 4 のアルキレンオキシ基であり、 $Y$  は水素又はアシル基であり、 $n$  は  $A^1O$  の繰り返し単位の数で 2 ～ 15 の整数であり、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$  の炭素数 1 ～ 4 のヒドロキシアルキル基の数と炭素数 2 ～ 4 のヒドロキシアルケニル基の数と  $A^1O$  の  $n$  の数との総和が、1 ～ 15 の整数である。 $X^-$  は対イオンである。)

【化 2】



一般式(2)

10

【請求項 2】

前記剥離工程で前記一般式 ( 1 ) の化合物を添加することを特徴とする請求項 1 に記載の脱墨パルプの製造方法。

【請求項 3】

前記剥離・微細化工程及び前記排出工程における  $pH$  は 7 以上 10.5 以下であることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の脱墨パルプの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、脱墨パルプの製造方法に関する。

20

【背景技術】

【0002】

古紙のリサイクルは環境保護のため重要な課題である。現在、新聞古紙、雑誌古紙、色上り古紙などを再生処理した脱墨パルプを紙製品などの原料に再利用しているが、製紙業界では古紙利用率の向上に努めており、低級古紙の利用は避けられない。一方で脱墨パルプの品質に対する要望はより高品質化しており、低級古紙を高度利用し脱墨パルプの品質を維持することが重要になってきている。

【0003】

脱墨パルプの製造工程は、一般的に、古紙からインクを剥離・微細化させる剥離・微細化工程と、剥離・微細化したインクを泡に吸着後浮上させて排出除去するフローテーション系を含む排出工程等を含む。

30

【0004】

ところで、インクの剥離効果や微細化効果を高めるために、苛性ソーダや珪酸ソーダなどアルカリ剤を多量に使用することが行われている。しかしながら、アルカリ剤を多量に添加すると、古紙から得られるパルプの繊維の微細化が過度に進み微細パルプが増加すること、及び過剰のアルカリ剤による変色等により、脱墨パルプの品質が著しく低下し得る。また、フローテーション工程において微細化したパルプがフロスとして排出され歩留まりの低下を招く。

【0005】

このようなアルカリ剤の問題を解決する方法として、特許文献 1 には、原料古紙から剥離したインクを除去するフローテーション工程を含む脱墨工程においてフローテーション工程の少なくとも一部において系中の  $pH$  を 2 以上変化させることで、白色度や歩留りが高く、且つ粘着物や灰分の少ない脱墨パルプが得られる処理方法が開示されている。

40

【0006】

また、特許文献 2 では、原料古紙からインクを剥離する工程と、剥離されたインクをフローテーション系から除去する工程からなる脱墨方法において、油脂と 1 価又は多価アルコールの混合物のアルキレンオキサイド付加物、脂肪酸のアルキレンオキサイド付加物、高級アルコールのアルキレンオキサイド付加物等の非イオン性界面活性剤を脱墨剤として用い、且つフローテーション工程を、第四級アンモニウム塩、ピリジニウム塩等のカチオン性化合物の存在下に、 $pH$  4 ～ 9 の範囲内の  $pH$  で行うことで、白色度が高く、且つ残

50

インク数の少ない高品質の脱墨パルプが得られる脱墨方法が提示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0007】

【特許文献1】特開平10-53988

【特許文献2】特開平8-337984

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

しかしながら、特許文献1、2に記載の方法では、除去工程におけるフローテーション系においてパルプ液を低アルカリ性条件に調整するものであり、剥離工程におけるアルカリ剤によるパルプ品質の低下等の問題を根本的に解決するためには、剥離工程においても低アルカリ性条件に調整することが必要である。

【0009】

本発明は、前記従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、低アルカリ性条件において高品質の脱墨パルプを良好な歩留まりで製造することができる脱墨パルプの製造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】

【0010】

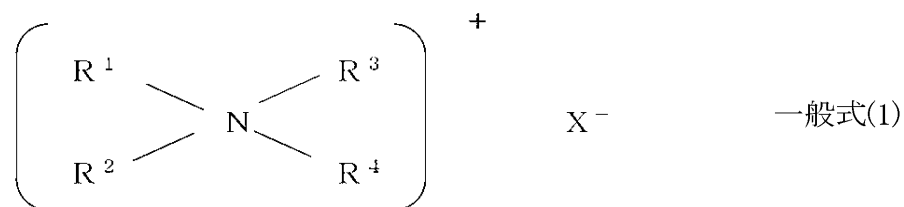
本発明者は、前記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、剥離・微細化工程において下記一般式(1)で示される化合物を脱墨剤として添加することにより、剥離・微細化工程及び排出工程をより低アルカリ性条件で行い得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0011】

すなわち、ここに開示する脱墨パルプの製造方法は、離解工程を含み、古紙からインクを剥離及び微細化する剥離・微細化工程と、前記剥離・微細化工程で剥離・微細化したインクを排出する排出工程とを含む脱墨パルプの製造方法であって、前記剥離・微細化工程及び前記排出工程におけるpHは6以上11以下であり、前記剥離・微細化工程で非イオン性界面活性剤及び下記一般式(1)の化合物を添加することを特徴とする。なお、好ましい態様では、前記離解工程で前記一般式(1)の化合物を添加する。

【0012】

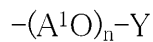
【化1】



(R<sup>1</sup>は、炭素数1~22のアルキル基、炭素数5~22のヒドロキシアルキル基、炭素数2~22のアルケニル基、炭素数5~22のヒドロキシアルケニル基であり、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>は、それぞれ独立に、炭素数1~4のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、炭素数2~4のアルケニル基若しくはヒドロキシアルケニル基、ベンジル基、グリシジル基、又は下記一般式(2)で示される基であって、A<sup>1</sup>Oは炭素数2~4のアルキレンオキシ基であり、Yは水素又はアシル基であり、nはA<sup>1</sup>Oの繰り返し単位の数で2~15の整数であり、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup>の炭素数1~4のヒドロキシアルキル基の数と炭素数2~4のヒドロキシアルケニル基の数とA<sup>1</sup>Oのnの数との総和が、1~15の整数である。X<sup>-</sup>は対イオンである。)

【0013】

## 【化 2】



一般式(2)

## 【0014】

好ましい態様では、前記剥離・微細化工程及び前記排出工程における pH は 7 以上 10.5 以下である。

## 【発明の効果】

## 【0015】

本発明によれば、剥離・微細化工程及び排出工程において使用するアルカリ剤量を低減させることができ、これにより、高品質な脱墨パルプを良好な歩留まりで得ることができる。

10

## 【図面の簡単な説明】

## 【0016】

【図 1】図 1 は、本発明の一実施形態に係る脱墨パルプの製造方法の工程を説明するためのフローチャートである。

【図 2】図 2 は、古紙においてパルプ繊維上にインクが密着した状態を模式的に示す図である。

【図 3】図 3 は、図 2 の状態から、パルプ繊維の離解とインクの一部剥離が進んだ状態を模式的に示す図である。

20

【図 4】図 4 は、図 3 の状態から、さらにインクの剥離・微細化が進んだ状態を模式的に示す図である。

## 【発明を実施するための形態】

## 【0017】

以下、本発明の実施形態を詳細に説明する。以下の好ましい実施形態の説明は、本質的に例示に過ぎず、本発明、その適用物或いはその用途を制限することを意図するものではない。

## 【0018】

## &lt; 脱墨パルプの製造方法 &gt;

図 1 に示すように、脱墨パルプの製造方法は、一般に、(I) 古紙からインクを剥離・微細化する剥離・微細化工程と、(II) 剥離されたインクを排出する排出工程とを含む。

30

## 【0019】

より具体的には、(I) 剥離・微細化工程は、まず必須な工程として、離解(パルピング)工程(S1)、次に任意な工程として、粗選工程(S2)、高濃度処理工程(S3)、熟成工程(S4)、希釈工程(S5)等を含む。

## 【0020】

また、(II) 排出工程は、まず必須な工程として、フローテーション工程(S6)、及び任意な工程として、洗浄工程(S7)等を含む。

## 【0021】

40

古紙 1 は、例えば図 2 に示すように、絡み合ったパルプ繊維 2 上にインク 3 が密着した構造を有している。

## 【0022】

離解工程(S1)は、古紙 1 に物理的な操作を施して古紙 1 のパルプ繊維 2 を解きほぐすとともにパルプ繊維 2 からインク 3 を剥離し微細化する工程である。具体的には、図 2 のような状態の古紙 1 を水及び必要な添加剤とともに、例えば離解機に入れ、攪拌力により古紙 1 のパルプ繊維 2 を解きほぐす。パルプ繊維 2 の離解とともに、パルプ繊維 2 に密着したインク 3 は一部剥離が進み、図 3 に示すような状態となる。離解工程(S1)においては、パルプ繊維 2 の離解を促進させる観点から、後述するように、添加剤としてアルカリ剤等を添加することができる。

50

## 【 0 0 2 3 】

次に、粗選工程（Ｓ２）は、古紙１中に含まれる大きな異物を予め除去するための工程であり、例えばスクリーン等を用いて粗い不要物を取り除くことができる。

## 【 0 0 2 4 】

また、高濃度処理工程（Ｓ３）は、古紙１を絞り攪拌を行って古紙１から離解工程（Ｓ１）で剥離・微細化しなかったインク３の剥離・微細化を行う工程である。具体的には例えば、古紙液を脱水機で脱水後、ニーディング操作を施しインク３の剥離・微細化を行う。

## 【 0 0 2 5 】

そして、熟成工程（Ｓ４）は、離解された古紙１をそのまま放置させることによりインク３の剥離・微細化を促進させる工程であり、例えば加熱や漂白の処理などを施して放置することにより達成される。インク３の剥離・微細化が進んだ古紙１は、例えば図４に示すような状態となる。

## 【 0 0 2 6 】

また、希釈工程（Ｓ５）は、後の（ＩＩ）排出工程、特にフローテーション工程（Ｓ６）においてパルプ繊維２からのインク３の除去を容易にするための工程であり、（Ｉ）剥離工程を経て得られた古紙液から効率よくインク３を除去するために、例えばパルプ濃度が約１質量％程度になるまで水を加えて攪拌し均一にする。

## 【 0 0 2 7 】

（ＩＩ）排出工程の必須工程であるフローテーション工程（Ｓ６）は、剥離・微細化したインク３を泡に吸着後浮上させて排出する工程である。具体的には例えば、希釈した古紙液に必要な添加剤とともにフローテーター等に入れて発泡させ、この発泡状態の古紙液において剥離・微細化されたインク３が発生した泡に吸着されて浮き上がることにより、インク３が排出される。泡に吸着されて浮上することによりインク３のパルプ繊維２への再付着も抑制される。

## 【 0 0 2 8 】

また、洗浄工程（Ｓ７）は、古紙１に水を加えて攪拌した後絞ったりする操作を繰り返して水中に浮き出たインク３を除去する工程である。

## 【 0 0 2 9 】

## &lt; 古紙及びインク &gt;

脱墨パルプの原料となる古紙は、特に限定されるものではなく、印刷された紙類であればよい。具体的には例えば、凸版印刷、オフセット印刷、グラビア印刷、インクジェット印刷などのあらゆる印刷方法によって印刷された新聞紙、雑誌、ＯＡ紙、チラシ、色上紙、模造紙、感熱や感圧記録紙、昇華転写紙などの上質古紙、中質古紙、低質古紙などが挙げられる。

## 【 0 0 3 0 】

印刷されたインクは、例えば、枚葉インク等の亜麻仁油や大豆油などの乾性油または半乾性油を配合した酸化重合タイプ、浸透乾燥タイプ、オフ輪インク等の加熱乾燥タイプ、金属インク等の熱硬化タイプ、ＵＶ硬化型インク等の活性エネルギー線硬化タイプなどあらゆるタイプのインクを含む。なお、活性エネルギー線硬化型インクは熱エネルギーを必要とせず活性エネルギー線を照射するだけで簡便に硬化するインクであり、活性エネルギー線としては、可視光、ＵＶ、ＥＢ、ＬＥＤ、赤外線、Ｘ線、線、線、線などが挙げられ、活性エネルギー線硬化型インクとしては、例えば、ＵＶ硬化型インク、ＥＢ硬化型インク、ＬＥＤ硬化型インク、可視光硬化型インクなどがある。いずれのインクも、活性エネルギー線の照射により重合反応が起こり硬化するものである。また活性エネルギー線硬化型インクは、熱硬化型インク等の他のタイプとのハイブリッド型活性エネルギー線硬化型インクを含む。

## 【 0 0 3 1 】

本実施形態に係る脱墨パルプの製造方法は、パルプに密着したインクの剥離が困難な酸化重合タイプインクで印刷された古紙や、インクの微細化が困難な活性エネルギー線硬化

10

20

30

40

50

型インクで印刷された古紙に対しても有用である。なお、古紙は様々な種類のインクが混在しているのが一般的であり、その中には活性エネルギー線硬化型インクが含まれている場合がある。また、インクの密着性向上のためのニスや微細化が困難な活性エネルギー線硬化型ニスを含んでいる古紙にも有用である。

#### 【 0 0 3 2 】

< アルカリ剤及び脱墨剤の添加について >

ここに、本実施形態の脱墨パルプの製造方法は、前記 ( I ) 剥離・微細化工程及び前記 ( I I ) 排出工程における pH は 6 以上 11 以下であり、( I ) 剥離・微細化工程で後述する脱墨剤を添加することを特徴とする。以下、本実施形態に係る脱墨パルプの製造方法において使用するアルカリ剤及び脱墨剤について説明する。

10

#### 【 0 0 3 3 】

[ アルカリ剤 ]

アルカリ剤は、古紙のパルプ繊維の解きほぐしを促進させてインクの剥離・微細化を促進させるために用いられる。アルカリ剤の種類は、特に限定されるものではないが、具体的には例えば水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、ケイ酸ナトリウム、炭酸ナトリウムなどの無機系アルカリ剤が挙げられる。これらは 1 種又は 2 種以上を使用することができる。

#### 【 0 0 3 4 】

[ アルカリ剤の使用量 ]

アルカリ剤の使用量は、前記 ( I ) 剥離・微細化工程及び前記 ( I I ) 排出工程における pH が 6 以上 11 以下になるように添加する。さらに、脱墨性を上げる観点から、pH は 7 以上になるように添加することがより好ましく、パルプ繊維の過度な微細化が抑制され、脱墨パルプを良好な歩留まりで得ることができる観点から、pH は 10.5 以下になるように添加することがより好ましい。

20

#### 【 0 0 3 5 】

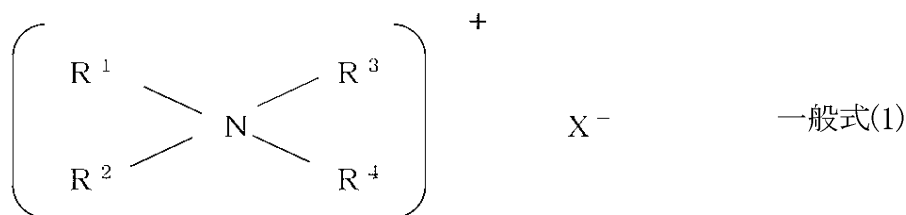
[ 脱墨剤：一般式 ( 1 ) で示される化合物 ]

本実施形態において、脱墨剤として下記一般式 ( 1 ) の化合物 ( 第四級アンモニウム塩 ) を添加する。

#### 【 0 0 3 6 】

【 化 3 】

30

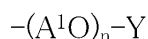


( R<sup>1</sup> は、炭素数 1 ~ 22 のアルキル基、炭素数 5 ~ 22 のヒドロキシアルキル基、炭素数 2 ~ 22 のアルケニル基、炭素数 5 ~ 22 のヒドロキシアルケニル基であり、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup> は、それぞれ独立に、炭素数 1 ~ 4 のアルキル基若しくはヒドロキシアルキル基、炭素数 2 ~ 4 のアルケニル基若しくはヒドロキシアルケニル基、ベンジル基、グリシジル基、又は下記一般式 ( 2 ) で示される基であって、A<sup>1</sup>O は炭素数 2 ~ 4 のアルキレンオキシ基であり、Y は水素又はアシル基であり、n は A<sup>1</sup>O の繰り返し単位の数で 2 ~ 15 の整数であり、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>4</sup> の炭素数 1 ~ 4 のヒドロキシアルキル基の数と炭素数 2 ~ 4 のヒドロキシアルケニル基の数と A<sup>1</sup>O の n の数との総和が、1 ~ 15 の整数である。X<sup>-</sup> は対イオンである。 )

40

#### 【 0 0 3 7 】

## 【化 4】



一般式(2)

## 【0038】

一般式(1)中、 $R^1$ で示されるアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基は直鎖状であっても分岐状であってもよい。 $R^1$ はインクの剥離・微細化の観点から炭素数6~20のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基が好ましく、炭素数8~18のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基がより好ましい。

10

## 【0039】

一般式(1)中、 $R^2$ 、 $R^3$ 、 $R^4$ で示されるヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基は直鎖状であっても分岐状であってもよく、インクの剥離・微細化の観点から炭素数2~3のヒドロキシアルキル基が好ましい。

## 【0040】

一般式(2)中、 $A^1O$ は、例えば、エチレンオキシ基、プロピレンオキシ基、ブチレンオキシ基、スチレンオキシ基が挙げられ、それらは、単独でも、それらを2種以上用いてもよい。2種以上を用いた場合アルキレンオキシドの付加形態に制限はなく、例えば、ランダム付加、ブロック付加、ランダムとブロックを混合する方法などが挙げられる。 $A^1O$ は、インクの剥離・微細化の観点から、エチレンオキシ基及び/又はプロピレンオキシ基が好ましい。 $A^1O$ の $n$ 数は、炭素数1~4のヒドロキシアルキル基の数と炭素数2~4のヒドロキシアルケニル基の数と $A^1O$ の $n$ 数の総和が、2~10であることが好ましく、2~8がより好ましく、2~6がさらにより好ましく、2~4が特に好ましい。 $Y$ は水素が好ましい。

20

## 【0041】

$X^-$ は対イオンであり、特に限定するものではないが、例えば、メチル硫酸イオン、エチル硫酸イオンなどのアルキル硫酸イオン；パラトルエンスルホン酸イオンなどのアルキルベンゼンスルホン酸イオン；塩化物イオンなどのハロゲン化物イオンなどが挙げられる。

## 【0042】

本実施形態の一般式(1)の化合物は、水の中に投入され、かつ種々の樹脂等からなるインクを、例えばそのエステル結合を切断することにより分解する触媒として機能し、パルプ繊維からのインクの剥離・微細化を促進させることができると考えられる。このため、疎水性と親水性とのいずれか一方に偏らないようにバランスを取る必要があり、水相と有機化合物相との両方の内部を移動できることが好ましく、例えば、窒素に結合している4つの基の種類や長さ、およびアルキレンオキシ基の数を適度に調節することにより、その効果が向上し得る。そして、一つ以上のアルキレンオキシ基を有している必要がある。

30

## 【0043】

このように、前記一般式(1)の化合物を脱墨剤として(I)剥離・微細化工程において添加することで、インクの剥離及び微細化が促進され、脱墨パルプの製造において使用するアルカリ剤量を低減させることができる。そうして、高品質な脱墨パルプを良好な歩留まりで得ることができる。

40

## 【0044】

一般式(1)の化合物の製造方法としては、特に限定するものではなく、公知の製造方法で得られる。

## 【0045】

なお、一般式(1)の化合物は1種又は2種以上を使用することができる。

## 【0046】

脱墨剤はそのまま使用してもよいが、水や有機溶剤に溶解、乳化又は分散して使用することができる。また、後述の非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸と共に用いることが好ま

50

しい。さらに他の脱墨剤を加えても構わない。

【 0 0 4 7 】

前記有機溶剤の種類としては、特に限定されるものではないが、メタノール、エタノール、プロパノールなどの炭素数 1 ～ 6 の低級アルコール；前記低級アルコールのアルキレンオキシド付加物；エチレングリコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコールなどのグリコール；3 - メチル - 3 - メトキシブタノールなどが挙げられる。

【 0 0 4 8 】

〔 脱墨剤の使用量 〕

本実施形態の脱墨剤の使用量は、アルカリ剤添加量を低減させつつ優れた脱墨性を得るとともにコストを抑制させる観点から、用いられる古紙の乾燥重量に対して、0 . 0 0 0 1 質量% ～ 1 0 質量% が好ましく、0 . 0 0 0 5 質量% ～ 5 質量% がより好ましく、0 . 0 0 1 質量% ～ 1 質量% が特に好ましい。

【 0 0 4 9 】

〔 アルカリ剤及び脱墨剤の添加時期 〕

前記アルカリ剤は、( I ) 剥離・微細化工程におけるインクの剥離・微細化を促進させて優れた脱墨性を得る観点から、前記( I ) 剥離・微細化工程の各工程のいずれか一つ以上の工程で添加することが好ましく、( I ) 剥離工程のうちの離解工程( S 1 )、高濃度処理工程( S 3 )のいずれか一つ以上の工程で添加することがより好ましく、離解工程( S 1 )で添加することが特に好ましい。また、脱墨パルプの製造方法において発生した白水を再利用する場合には、再利用する白水に添加してもよい。

【 0 0 5 0 】

前記脱墨剤は、インクの剥離・微細化を促進させる観点から、前記( I ) 剥離・微細化工程で添加する。具体的には( I ) 剥離・微細化工程を構成する複数の工程のうち、特にインクの剥離・微細化が促進される離解工程( S 1 )、高濃度処理工程( S 3 )、熟成工程( S 4 )のいずれか一つ以上の工程で添加することが好ましく、特に離解工程( S 1 )で添加することがより好ましい。

【 0 0 5 1 】

そして、前記脱墨剤は、アルカリ剤添加量を低減させつつ優れた脱墨性を得る観点から、前記アルカリ剤と同時に、又はアルカリ剤の添加直後に添加することが好ましい。

【 0 0 5 2 】

すなわち、前記アルカリ剤は前記( I ) 剥離・微細化工程、より好ましくはその離解工程( S 1 )で添加され、前記脱墨剤はその( I ) 剥離・微細化工程、より好ましくはその離解工程( S 1 )において前記アルカリ剤の添加と同時に又はその直後に添加することが特に好ましい。

【 0 0 5 3 】

本構成によれば、前記( I ) 剥離・微細化工程及び前記( I I ) 排出工程を上述のような低アルカリ性条件で行うことにより、アルカリ剤によるパルプ繊維の過度な微細化が抑制され、脱墨パルプを良好な歩留まりで得ることができる。また、上述のごとくアルカリ剤と同時に又はアルカリ剤の添加直後に前記一般式( 1 )化合物の脱墨剤を添加することにより、このような低アルカリ性条件であっても、インクの剥離・微細化が効果的に促進され、白色度の高い脱墨パルプを得ることができる。

【 0 0 5 4 】

< 非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩 >

印刷古紙のインク除去のために非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩を添加してもよい。

【 0 0 5 5 】

非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩は、前記一般式( 1 )の化合物の起泡性が低い場合やフローテーション工程( S 6 )におけるインクの凝集性が不十分である場合に、併用することによって起泡性を最適化することができ、フローテーションにおけるインクの凝集性を向上させてインクの排出を促進させることができる。



## 【 0 0 5 6 】

## 〔 非イオン性界面活性剤 〕

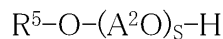
非イオン性界面活性剤は、特に限定されるものではなく、具体的には、高級アルコールアルキレンオキシド付加物、高級アルコールアルキレンオキシド付加物の脂肪酸エステル化物、アルキル又はアルケニルフェノールアルキレンオキシド付加物、脂肪酸アルキレンオキシド付加物、多価アルコールのアルキレンオキシド付加物の高級脂肪酸エステル化物、脂肪族アミンアルキレンオキシド付加物、脂肪酸アミドアルキレンオキシド付加物、ポリオキシプロピレンのアルキレンオキシド付加物のポリアルキレングリコール型；グリセロール脂肪酸エステル、ペンタエリスリトール脂肪酸エステル、ソルビトール脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステルの多価アルコール型が挙げられる。ここで述べた高級アルコールは通常炭素数 8 ～ 22 の直鎖又は分岐の不飽和又は飽和の高級アルコールであり、アルキル又はアルケニルフェノールは通常炭素数 6 ～ 22 の直鎖又は分岐のアルキル又はアルケニルフェノールであり、脂肪酸は通常炭素数 10 ～ 22 の不飽和又は飽和の脂肪酸であり、多価アルコールは通常炭素数 3 ～ 12 の多価アルコールであり、脂肪族アミンは通常炭素数 8 ～ 22 の直鎖又は分岐の不飽和又は飽和の脂肪族アミンであり、フローテーションにおけるインク除去性（インク捕集性、インク凝集性）の観点から、高級アルコールのアルキレンオキシド付加物、高級アルコールのアルキレンオキシド付加物の脂肪酸エステル化物、多価アルコールのアルキレンオキシド付加物の高級脂肪酸エステル化物が好ましく、脱墨性の観点から、下記一般式（3）、下記一般式（4）の非イオン性界面活性剤がより好ましい。これらは 1 種又は 2 種以上を使用することができる。

10

20

## 【 0 0 5 7 】

## 【 化 5 】



一般式(3)

（ただし  $R^5$  は炭素数 8 ～ 22 のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基であり、 $A^2O$  は炭素数 2 ～ 4 のアルキレンオキシ基であり、 $s$  は  $A^2O$  の繰り返し単位の数であり、1 ～ 240 の整数である。）

## 【 0 0 5 8 】

## 【 化 6 】



一般式(4)

（ただし  $R^6$ 、 $R^7$  は、それぞれ独立に、炭素数 1 ～ 22 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基炭素数 2 ～ 22 のアルケニル基、ヒドロキシアルケニル基であり、少なくとも一つが炭素数 8 ～ 22 であり、 $A^2O$  は炭素数 2 ～ 4 のアルキレンオキシ基であり、 $t$  は  $A^2O$  の繰り返し単位の数であり、1 ～ 240 の整数である。）

## 【 0 0 5 9 】

一般式（3）中、 $R^5$  は炭素数 12 ～ 22 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基が好ましく、炭素数 18 ～ 22 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基がより好ましい。 $s$  は 15 ～ 220 が好ましく、30 ～ 200 がより好ましい。

40

## 【 0 0 6 0 】

一般式（4）中、 $R^6$ 、 $R^7$  のうち少なくとも一つが炭素数 12 ～ 22 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基が好ましく、炭素数 18 ～ 22 のアルキル基、ヒドロキシアルキル基がより好ましい。 $t$  は 15 ～ 220 が好ましく、30 ～ 200 がより好ましい。

## 【 0 0 6 1 】

## 〔 高級脂肪酸またはその塩 〕

次に本発明の脱墨パルプの製造方法に添加する高級脂肪酸またはその塩について説明する。

## 【 0 0 6 2 】

50

高級脂肪酸またはその塩としては、下記一般式(5)の高級脂肪酸またはその塩が挙げられる。これらは1種又は2種以上を使用することができる。

【0063】

【化7】



一般式(5)

(ただし  $R^8$  は炭素数7～21のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基であり、 $Z^+$  は水素イオンまたは対イオンである。)

【0064】

一般式(5)中、 $R^8$  は炭素数11～21のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基であることが好ましく、炭素数17～21のアルキル基、アルケニル基、ヒドロキシアルキル基、ヒドロキシアルケニル基であることがより好ましい。 $Z$  としては特に限定されないが、ナトリウム、カリウムなどのアルカリ金属；カルシウム、マグネシウムなどのアルカリ土類金属；トリエタノールアミン、ジエタノールアミンなどのアルカノールアミンなどが挙げられる。

【0065】

<非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩の使用量>

本実施形態の非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩の使用量は、脱墨性、コストの観点から、用いられる古紙の乾燥重量に対して、0.001～10質量%が好ましく、0.005～5質量%がより好ましく、0.01～1質量%が特に好ましい。

【0066】

<非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩の添加時期>

本実施形態の非イオン性界面活性剤、高級脂肪酸またはその塩の添加時期は特に限定するものではないが、脱墨性の観点から、前記(I)剥離・微細化工程の各工程及び(II)排出工程におけるフローテーション工程(S6)のいずれか一つ以上の工程で添加することが好ましく、特に、(I)剥離・微細化工程のうちの離解工程(S1)、粗選工程(S2)、高濃度処理工程(S3)、熟成工程(S4)、希釈工程(S5)のいずれか一つ以上の工程で添加することがより好ましい。また、脱墨パルプの製造方法において発生した白水を再利用する場合には、再利用する白水に添加してもよい。

【0067】

<その他の薬剤>

また場合により、本実施形態の脱墨パルプの製造方法には、さらにアニオン性界面活性剤を添加することができる。アニオン性界面活性剤としては高級アルコールのアルキレンオキシド付加物の硫酸エステル化物、高級アルコールのアルキレンオキシド付加物のリン酸エステル化物(モノエステル、ジエステル、トリエステル)、アルキル硫酸エステル化物、アルキルリン酸エステル化物(モノエステル、ジエステル、トリエステル)、アルキルスルホネートなどが挙げられる。

【0068】

また、本実施形態の脱墨パルプの製造方法には、従来脱墨工程において使用される公知の薬剤、例えば、過酸化水素、過炭酸ソーダ、次亜塩素酸ナトリウム、ハイドロサルファイト、二酸化チオ尿素などの漂白剤；キレート剤；過酸化水素安定剤；他の公知の脱墨剤；発泡剤；ピッチコントロール剤；離解促進剤などを、所望により添加することができる。

【実施例】

【0069】

以下実施例により本発明をより詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0070】

<脱墨剤：一般式(1)の化合物>

表 1 に実施例及び比較例に用いた一般式 ( 1 ) 化合物の脱墨剤を示す。また、表 2 に比較例に使用した第 4 級アンモニウム塩を示す。さらに、表 3 に実施例及び比較例に使用した非イオン性界面活性剤を示す。表 1 ～ 表 3 において R<sup>2</sup> ～ R<sup>4</sup> は置換基であり、EO 及び PO は、それぞれエチレンオキシ基及びプロピレンオキシ基、数字は付加モル数を示す。また表中で、例えば化合物 No. ( E 4 ) のように R<sup>2</sup> と R<sup>3</sup> の項目にまたいで ( EO )<sub>4</sub>H という記載がある場合は、R<sup>2</sup> と R<sup>3</sup> に合計で 4 モルのエチレンオキシドを付加したということを表す。

【 0 0 7 1 】

【表 1】

No.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	R <sup>4</sup>	X <sup>-</sup>
(E 1)	オクチル	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 2)	ラウリル	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	メチル	メチル	パラトルエンスルホン酸イオン
(E 3)	ラウリル	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH	メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 4)	ラウリル	(EO) <sub>4</sub> H		メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 5)	ラウリル	(EO) <sub>12</sub> H		メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 6)	ステアリル	(EO) <sub>6</sub> H		ベンジル	Cl <sup>-</sup>

【 0 0 7 2 】

【表 2】

No.	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	R <sup>4</sup>	X <sup>-</sup>
(E 7)	オクチル	メチル	メチル	メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 8)	ラウリル	(EO) <sub>20</sub> H		メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>
(E 9)	ラウリル	(EO) <sub>50</sub> H		メチル	CH <sub>3</sub> SO <sub>4</sub> <sup>-</sup>

【 0 0 7 3 】

【表 3】

(P 1)	ステアリルアルコール (PO) <sub>10</sub> / [ (EO) <sub>40</sub> / (PO) <sub>20</sub> ] 付加物 [ ] 内はランダム付加を意味する
-------	--

【 0 0 7 4 】

< 新聞古紙の古紙再生試験 >

実施例 1 ～ 18 及び比較例 1 ～ 20 の試験条件及び評価結果を表 4 ～ 表 7 に示す。

【 0 0 7 5 】

【 表 4 】

実施例	一般式 1 化合物	濃度 (質量%)	添加 時期	化合物 P1 濃度 (質量%)	NaOH 添加後 pH	熟成工程後				フローテーション工程後		
						ろ水度 (フリーネス) (ml)	紙密度 (g/cm <sup>3</sup> )	完全 洗浄 白色度	完全 洗浄 ERIC	歩留率 (%)	白色度	ERIC
1	(E 1)	0.2	D 1	0.1	7.5	295	0.547	57.25	263.0	94.6	48.55	528.0
2	(E 1)	0.2	D 1	0.1	9	283	0.553	57.62	251.8	94.2	49.04	504.3
3	(E 1)	0.2	D 1	0.1	10.5	265	0.584	58.03	238.8	93.4	49.53	477.7
4	(E 2)	0.2	D 1	0.1	7.5	296	0.545	57.13	265.6	94.7	48.46	533.9
5	(E 2)	0.2	D 1	0.1	9	282	0.557	57.55	253.3	94.1	48.99	509.0
6	(E 2)	0.2	D 1	0.1	10.5	262	0.585	57.96	241.0	93.3	49.49	482.1
7	(E 3)	0.2	D 1	0.1	7.5	297	0.544	57.30	261.3	94.6	48.68	523.0
8	(E 3)	0.2	D 1	0.1	9	283	0.558	57.70	248.9	94.2	49.19	496.4
9	(E 3)	0.2	D 1	0.1	10.5	266	0.582	58.09	236.0	93.2	49.68	471.5
10	(E 4)	0.2	D 1	0.1	7.5	297	0.547	57.23	263.8	94.6	48.58	526.3
11	(E 4)	0.2	D 1	0.1	9	288	0.558	57.61	251.9	94.2	49.07	501.9
12	(E 4)	0.2	D 1	0.1	10.5	260	0.580	58.03	238.2	93.3	49.57	477.0

【 0 0 7 6 】

10

20

30

40

【 表 5 】

実施例	一般式 1 化合物	濃度 (質量%)	添加 時期	化合物 P1 濃度 (質量%)	NaOH 添加後 pH	熟成工程後				フローテーション工程後		
						ろ水度 (フリーネス) (ml)	紙密度 (g/cm <sup>3</sup> )	完全 洗浄 白色度	完全 洗浄 ERIC	歩留率 (%)	白色度	ERIC
13	(E 5)	0.2	D 1	0.1	7.5	296	0.547	57.06	268.0	94.7	48.35	536.8
14	(E 5)	0.2	D 1	0.1	9	282	0.553	57.45	256.0	94.2	48.88	512.1
15	(E 5)	0.2	D 1	0.1	10.5	261	0.578	57.88	243.0	93.3	49.39	487.5
16	(E 6)	0.2	D 1	0.1	7.5	294	0.545	57.16	266.6	94.5	48.45	532.2
17	(E 6)	0.2	D 1	0.1	9	284	0.557	57.54	253.8	94.1	48.97	508.0
18	(E 6)	0.2	D 1	0.1	10.5	263	0.579	57.93	242.5	93.4	49.47	483.0

【 0 0 7 7 】

10

20

30

40

【 表 6 】

比較例	一般式 1 化合物	濃度 (質量%)	添加 時期	化合物 P1 濃度 (質量%)	NaOH 添加後 pH	熟成工程後				フローテーション工程後		
						ろ水度 (フリーネス) (ml)	紙密度 (g/cm <sup>3</sup> )	完全 洗浄 白色度	完全 洗浄 ERIC	歩留率 (%)	白色度	ERIC
1	—	—	—	0.3	7.5	291	0.543	56.05	299.3	94.6	47.10	600.0
2	—	—	—	0.3	9	282	0.557	56.45	289.3	94.0	47.51	579.7
3	—	—	—	0.3	10.5	260	0.578	56.85	276.5	93.0	48.03	554.8
4	—	—	—	0.3	11.5	232	0.616	57.25	263.8	92.0	48.40	530.0
5	—	—	—	0.3	12.5	220	0.622	57.65	251.5	91.6	49.04	504.6
6	(E 1)	0.2	D 1	0.1	11.5	230	0.610	57.72	248.6	92.2	49.11	498.8
7	(E 3)	0.2	D 1	0.1	11.5	229	0.613	57.63	243.3	92.0	49.32	489.9
8	(E 6)	0.2	D 1	0.1	11.5	231	0.611	57.64	251.5	92.1	49.03	502.0
9	(E 1)	0.2	D 1	0.1	12.5	220	0.624	58.26	236.7	91.5	49.61	474.9
10	(E 3)	0.2	D 1	0.1	12.5	218	0.624	58.28	231.9	91.5	49.93	465.0
11	(E 6)	0.2	D 1	0.1	12.5	218	0.621	58.02	238.8	91.6	49.54	474.8

【 0 0 7 8 】

10

20

30

40

【 表 7 】

比較例	一般式 1 化合物	第 4 級 アンモニウム塩	濃度 (質量%)	添加 時期	化合物 P1 濃度 (質量%)	NaOH 添加後 pH	熟成工程後				フローテーション工程後		
							ろ水度 (フリーネス) (ml)	紙密度 (g/cm <sup>3</sup> )	完全 洗浄 白度	完全 洗浄 ERIC	歩留率 (%)	白度	ERIC
12	(E 3)	—	0.2	D 2	0.1	7.5	290	0.546	56.20	296.5	94.7	47.21	594.1
13	(E 3)	—	0.2	D 2	0.1	9	289	0.556	56.50	286.8	94.2	47.62	574.0
14	(E 3)	—	0.2	D 2	0.1	10.5	262	0.580	56.91	273.8	93.3	48.14	548.9
15	—	(E 7)	0.2	D 1	0.1	7.5	293	0.544	56.19	297.1	94.7	47.28	589.8
16	—	(E 7)	0.2	D 1	0.1	10.5	260	0.581	56.90	273.3	93.4	48.17	548.6
17	—	(E 8)	0.2	D 1	0.1	7.5	290	0.545	56.18	297.0	94.6	47.26	594.5
18	—	(E 8)	0.2	D 1	0.1	10.5	259	0.577	56.88	273.5	93.0	48.16	548.0
19	—	(E 9)	0.2	D 1	0.1	7.5	292	0.546	56.01	299.3	94.6	47.12	550.0
20	—	(E 9)	0.2	D 1	0.1	10.5	258	0.576	56.38	276.3	93.1	48.04	554.8

## [ 実施例 1 ]

J I S 標準離解機に、同一日発行の同一紙面の新聞古紙（新聞は酸化重合型インクにて印刷したもの）及び同一ちらし（新聞 70 % / ちらし 30 %）の原料古紙（以下古紙という）を 100 g、水を古紙の濃度が 5 質量 % となるように入れ、水酸化ナトリウムを pH 7.5 になるよう調整した後、温度 40 にて離解を開始し、同時に一般式（1）化合物を純分で 0.2 質量 %（対古紙）、化合物（P1）を純分で 0.1 質量 %（対古紙）添加し（図 1 に示すように、一般式（1）化合物の添加時期 D1 とする）、離解を 10 分間行った（離解工程）。

## 【 0080 】

その後恒温槽にて 60 × 4 時間熟成を行った（熟成工程）。

10

## 【 0081 】

熟成工程後古紙濃度が 1 質量 % になるように 40 の水を混合し、古紙液 4.3 kg を 5 L デンバー型フローテーターにて仕込み、エア量 3.0 L / 分を通し、30 秒毎にフロス（水面上に出た泡、及び泡に付着したインク）をかきとりながら、フロス量が 300 mL になるまでフローテーション処理を行った（フローテーション工程）。

## 【 0082 】

熟成工程後又はフローテーション工程後に得られた脱墨パルプについて、後述する各種評価試験を実施した。

## 【 0083 】

## [ 実施例 2 ]

20

離解時における水酸化ナトリウム添加量を pH 9 となるように調整した以外は実施例 1 と同じ方法で実施した。

## 【 0084 】

## [ 実施例 3 ]

離解時における水酸化ナトリウム添加量を pH 10.5 となるように調整した以外は実施例 1 と同じ方法で実施した。

## 【 0085 】

## [ 実施例 4 ~ 18 ]

離解工程において添加する一般式（1）化合物を表 1 に示す（E2）～（E6）とするとともに、水酸化ナトリウム添加量を調整して pH を変えた以外は実施例 1 と同じ方法で実施した。

30

## 【 0086 】

## [ 比較例 1 ~ 5 ]

一般式（1）化合物を添加せず、化合物（P1）濃度を 0.3 質量 % とし、水酸化ナトリウム添加量を調整して pH を変えた以外は実施例 1 と同じ方法で実施した。

## 【 0087 】

## [ 比較例 6 ~ 11 ]

一般式（1）化合物を（E1）、（E3）又は（E6）とし、水酸化ナトリウム添加量を調整して pH 11.5 又は pH 12.5 とした以外は実施例 1 と同様に実施した。

## 【 0088 】

40

## [ 比較例 12 ]

J I S 標準離解機に、同一日発行の同一紙面の新聞古紙及び同一ちらし（新聞 70 % / ちらし 30 %）の原料古紙（以下古紙という）を 100 g 及び化合物（P1）を純分で 0.1 質量 %（対古紙）、及び水を古紙の濃度が 5 質量 % となるように入れ、温度 40 にて、10 分間離解した（離解工程）。

## 【 0089 】

その後恒温槽にて 60 × 2 時間熟成を行った（熟成工程）。

## 【 0090 】

熟成工程後古紙濃度が 1 質量 % になるように 40 の水を混合し、水酸化ナトリウムを添加して pH 7.5 となるよう調整した後、古紙液 4.3 kg を 5 L デンバー型フローテ

50



ーターにて仕込み、エアー量 3.0 L / 分を通して、一般式 (1) 化合物 (E3) を純分で 0.2 質量 % (対古紙) となるよう添加し (図 1 に示すように、一般式 (1) 化合物添加時期 D2 とする)、30 秒毎にフロスをかきとりながら、フロス量が 300 mL になるまでフローテーション処理を行った (フローテーション工程)。

【0091】

その後は実施例 1 と同様に各種評価試験を実施した。

【0092】

[ 比較例 13, 14 ]

水酸化ナトリウム添加量を調整して pH を変えた以外は比較例 12 と同じ方法で実施した。

10

【0093】

[ 比較例 15 ~ 20 ]

一般式 (1) 化合物を表 3 に示す第 4 級アンモニウム塩 (E7)、(E8) 又は (E9) とし、水酸化ナトリウムを添加して pH 7.5 又は 10.5 とした以外は実施例 1 と同様に実施した。

【0094】

< 各評価試験の説明 >

[ 熟成工程後のろ水度 (フリーネス) (mL) ]

熟成工程後のパルプを JIS P 8121-2 (2012) に従って、カナダ標準ろ水度 (フリーネス) (mL) を測定した。

20

【0095】

通常パルプ繊維の長さが長くなれば水の通りがよくなるため、ろ水度が高くなる。つまりろ水度はパルプ繊維の長さの指標となり、ろ水度が高いということは嵩高性が高く強度の強いパルプが得られたことを意味する。

【0096】

なお、熟成工程後のろ水度 (フリーネス) (mL) は、250 mL 以上を良好と判断する。

【0097】

[ 熟成工程後の紙密度 (g / cm<sup>3</sup>) ]

熟成工程後に得られたパルプを、丸型抄紙機にて JIS P 8209 (1994) に従って坪量 200 g / m<sup>2</sup> にて手抄きを行った。3.5 kg / cm<sup>2</sup> × 5 分プレス処理を行い、ドラムドライヤーにて 105 × 5 分乾燥し、熟成工程後の試験紙を得た。得られた試験紙を、温度 20、湿度 65 % の恒温恒湿室に一昼夜放置し、JIS P 8118 (2014) に従って、マイクロメータにて紙厚を測定した。また、JIS P 8124 (2011) に従って坪量を測定し、紙厚と坪量より下記式 (6) に従い紙密度を算出した。紙密度が低くなるのはパルプの繊維が長く空気密度の割合が多くなるため、結果として嵩高性が高く強度の強いパルプが得られたことを意味する。

30

【0098】

紙密度 (g / cm<sup>3</sup>) = 坪量 (g / cm<sup>2</sup>) / 紙厚 (cm) × (6)

【0099】

なお、熟成工程後の紙密度 (g / cm<sup>3</sup>) は、0.6 以下を良好と判断する。

40

【0100】

[ 熟成工程後完全洗浄白色度及び E R I C ]

熟成工程後のパルプを水道水にて希釈後ろ過濃縮を行う洗浄を繰り返し、インクの排出がなくなるまで完全洗浄を行った後、丸型抄紙機にて JIS P 8209 (1994) に従って坪量 200 g / m<sup>2</sup> にて手抄きを行った。3.5 kg / cm<sup>2</sup> × 5 分プレス処理を行い、ドラムドライヤーにて 105 × 5 分乾燥し、離解後のパルプの完全洗浄後の試験紙を得た。得られた試験紙を測色機 COLOR TOUCH PC (Technidyne 社製) にて白色度及び E R I C を測定した。測色機の測定条件は以下に示す通りである。  
(測色機測定条件)

50

- ・光源：C光源にて測定角度2°にて測定
- ・ランプ仕様：パルスキセノン
- ・標準測定径：30mm

## 【0101】

熟成工程後の完全洗浄白色度及びERICとは、熟成工程後の古紙の洗浄を繰り返し、インクの排出がなくなるまで完全洗浄を行った後の古紙を使って得られた試験紙の白色度及びERICを測定したものであり、パルプからインクの剥離性が良好であったものは洗浄によってインクが排出されるために白色度が上がり、ERICは下がる。つまり、熟成工程後の完全洗浄白色度及びERICは、上述の(Ⅰ)剥離工程においてパルプからインクの剥離が効率よく進行しているかを判断するための指標となる。なお、ERICはインクのみが主な吸光要素である950nmにおける波長での吸収・拡散係数を測定した数値であり残留インク濃度を示す。

10

## 【0102】

熟成工程後完全洗浄白色度は57以上、ERICは270以下を良好と判断する。

## 【0103】

[フローテーションにおける歩留率(%)]

フローテーション処理[古紙濃度1質量%の古紙液(すなわち古紙量43g)を処理]にて得られたフロス(泡と共に排出されたインク成分など)を採取し、2号ろ紙でろ過した後、乾燥機にて105×1時間絶乾し、フロス乾燥重量(g)を測定した。さらに、JIS P8003(1995)に従って、フロスの灰分(%)を測定した。灰分測定にて燃焼減量した重量をパルプ分とし、フローテーションにて排出したパルプ分を算出し、下記式(7)に従い歩留まり率(%)を算出した。歩留まり率が高いほど、フローテーションにて排出したパルプ分が少なくなることを意味するため望ましい。

20

## 【0104】

歩留まり率(%) = (100 - 灰分(%)) × フロス乾燥重量(g) / 古紙量 : 43g) . . . (7)

## 【0105】

なお、フローテーションにおける歩留まり率(%)は、93%以上を良好と判断する。

## 【0106】

[フローテーション後の白色度、ERIC]

30

フローテーション後のパルプを丸型抄紙機にてJIS P8209に従って坪量200g/m<sup>2</sup>にて手抄きを行った。3.5kg/cm<sup>2</sup>×5分プレス処理を行い、ドラムドライヤーにて105×5分乾燥し、フローテーション後の試験紙を得た。得られた試験紙を測色機COLOR TOUCH PC(Technidyne社製)にて白色度及びERICを測定した。

## 【0107】

白色度は数値が大きいほうがインクの脱墨性が良好であることを表し、ERICは数値が大きいほうがインクの脱墨性が不良であることを表す。フローテーション後の白色度は48.3以上、ERICは540以下であれば脱墨性が優れていると判断する。

## 【0108】

40

<考察>

表4, 5に示した実施例の結果から明らかなように、離解工程のD1において一般式(1)化合物の脱墨剤を添加することにより、pH7.5~10.5という低アルカリ性条件で、高品質の脱墨パルプが得られることが判った。

## 【0109】

また、新聞古紙に含まれる酸化重合型インクであっても、インク粒子の分解が促進されることで剥離・微細化されフローテーション処理によって細かいインク粒子が泡と共に系外に除去される結果、高品質の脱墨パルプが得られることが判った。

## 【0110】

一方、表6, 7に示すように、比較例1~5の結果から、一般式(1)化合物の脱墨剤

50

を添加しない場合には、離解工程において pH 11.5 ~ 12.5 まで上昇させた場合に、各種評価値は、例えば実施例 1 と同様の値を示すものもあるが、熟成工程後のろ水度及び紙密度、フローテーション工程後の歩留まり率が低下することが判った。

【0111】

また、比較例 6 ~ 11 の結果から、一般式 (1) 化合物の脱墨剤を添加し、pH 11.5 ~ 12.5 まで上昇させた場合にも、実施例 4, 5 と同様に、熟成工程後のろ水度及び紙密度、フローテーション工程後の歩留まり率が低下することが判った。

【0112】

さらに、比較例 12 ~ 14 の結果から、一般式 (1) 化合物の脱墨剤の添加時期及び水酸化ナトリウムの添加による pH の調整を、フローテーション工程に行った場合には、熟成工程後のろ水度及び紙密度、フローテーション工程後の歩留まり率は向上するものの、熟成工程後の完全洗浄及びフローテーション後の白色度は、いずれの値も実施例のものに比べて低下するとともに、ERIC は上昇し、脱墨パルプの品質の低下が見られることが判った。

10

【0113】

また、比較例 15 ~ 20 の結果から、一般式 (1) 化合物の脱墨剤の代わりに表 3 に示す第 4 級アンモニウム塩 (E7) ~ (E9) を用いた場合には、熟成工程後のろ水度及び紙密度、フローテーション工程後の歩留まり率は実施例と同等の値が得られたものの、白色度は低下するとともに ERIC は上昇し、脱墨パルプの品質の低下が見られることが判った。

20

【0114】

(その他の実施形態)

上述の実施形態は本願発明の例示であって、本願発明はこれらの例に限定されず、これらの例に周知技術や慣用技術、公知技術を組み合わせたり、一部置き換えたりしてもよい。また当業者であれば容易に思いつく改変発明も本願発明に含まれる。

【産業上の利用可能性】

【0115】

本発明によれば、剥離工程及び除去工程において使用するアルカリ剤量を低減させて、高品質な脱墨パルプを良好な歩留まりで得ることができるので極めて有用である。

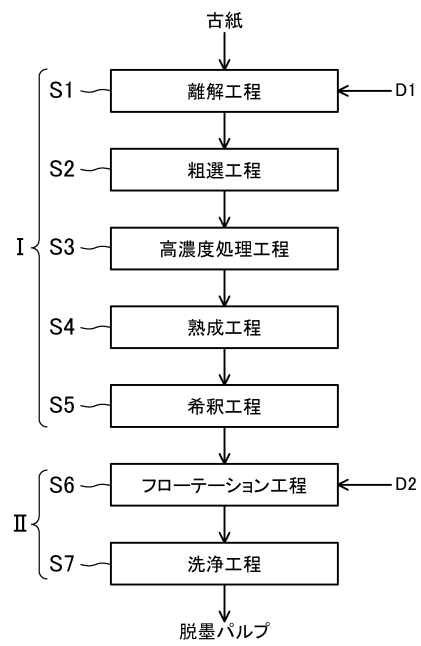
【符号の説明】

30

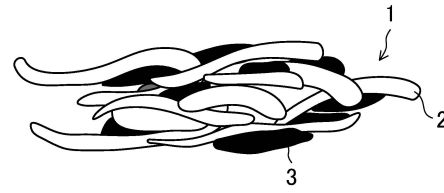
【0116】

- 1 古紙
- 2 パルプ繊維
- 3 インク

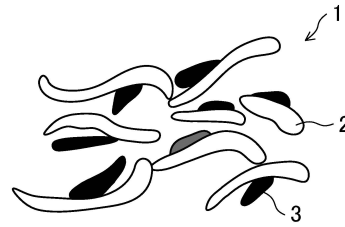
【図 1】



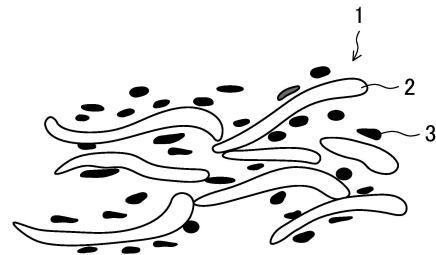
【図 2】



【図 3】



【図 4】



---

フロントページの続き

審査官 春日 淳一

(56)参考文献 特開平05 - 263382 (JP, A)  
特表2007 - 510828 (JP, A)  
欧州特許出願公開第00478505 (EP, A1)  
特開平04 - 234466 (JP, A)  
特開平10 - 102390 (JP, A)  
特開2013 - 028880 (JP, A)  
特開平08 - 337984 (JP, A)  
特開平10 - 053988 (JP, A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)  
D21B1/00 - D21J7/00