

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 716 054**

51 Int. Cl.:

D21H 21/02 (2006.01)

D21C 9/08 (2006.01)

D21H 17/48 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.12.2013 PCT/JP2013/085011**

87 Fecha y número de publicación internacional: **03.07.2014 WO14104261**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.12.2013 E 13867325 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **06.02.2019 EP 2940209**

54 Título: **Uso de una composición como supresor de formación de pitch y método para suprimir la formación de pitch**

30 Prioridad:

27.12.2012 JP 2012285326

25.12.2013 JP 2013267280

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

07.06.2019

73 Titular/es:

KURITA WATER INDUSTRIES LTD. (50.0%)

10-1, Nakano 4-chome

Nakano-ku, Tokyo 164-0001, JP y

GUN EI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. (50.0%)

72 Inventor/es:

WADA, SATOSHI;

OKUSA, YUKO;

TAGUCHI, CHIGUSA;

ABE, YUKIO y

YAMAZAKI, MICHIASU

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 716 054 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Uso de una composición como supresor de formación de pitch y método para suprimir la formación de pitch

5 Campo técnico

La presente invención se refiere al uso de una composición definida en la reivindicación 1 como supresor de formación de pitch y a un método para suprimir la formación de pitch que se pueden utilizar ventajosamente en la fabricación de pulpa de papel. Con mayor detalle, la presente invención se refiere al uso de una composición como
 10 supresor de formación de pitch con la que se pueden suprimir y evitar de forma eficaz los problemas asociados al pitch en el proceso de fabricación del papel, así como un método para suprimir la formación de pitch con la misma.

Antecedentes en la técnica

15 En términos generales, el pitch en el proceso de fabricación del papel se refiere a un componente de resina pegajoso contenido en la materia prima de madera y una sustancia sintética pegajosa contenida en el papel utilizado reciclado, y también a una sustancia pegajosa hidrófoba que comprende principalmente una sustancia orgánica derivada de una sustancia química añadida que se utiliza en el proceso de fabricación del papel.

20 En el proceso de fabricación de pulpa para fabricar pulpa a partir de materia prima de pulpa y en el proceso de fabricación de papel para fabricar papel a partir de pulpa, a veces, se producen problemas como consecuencia del pitch. En concreto, aunque el pitch está presente en agua como coloide, cuando se daña este estado coloidal a través de grandes fuerzas de cizalla, a través de cambios del pH y la temperatura del agua, por adición de una sustancia química, o similares, se separa dicho pitch del agua o en el equipo de fabricación del papel; o cuando se
 25 aglomeran los propios pitches finos que se separan del agua, se adhieren al equipo de fabricación del papel, a veces, pueden causar la contaminación del producto con los aglomerados de pitch, una extracción del agua deficiente, la rotura del papel, etc. Por todo esto, se producen problemas como la disminución de la calidad del producto así como la disminución de la productividad, dado que ha de limpiarse el equipo de fabricación de papel, entre otros, y pararlo.

30 Los problemas asociados al pitch son fácilmente evidentes, especialmente cuando se emplea una pulpa destintada y una materia prima de un papel usado, incluyendo una caja de cartón usada, así como una materia prima rota en la que se reutiliza papel residual.

35 En los últimos años, cada vez es mayor la relación del papel utilizado convertido en materia prima y el consumo unitario de agua industrial es menor; y, en proporción con estas tendencias, aumenta la cantidad de pitch que se introduce en los procesos de fabricación de papel; y por lo tanto, no solamente aumentan los problemas como consecuencia del pitch, sino que además son cada vez más complejos.

40 Para eliminar los problemas asociados con el pitch, se han propuesto varios métodos.

En el documento de patente 1, se describe la utilización de un agente de coagulación específico (un polímero que contiene cloruro de dialil dimetil amonio) para evitar la separación del pitch.

45 En el documento de patente 2, se describe la supresión del pitch utilizando un floculante.

En el documento de patente 3, se describe la adsorción del pitch con talco.

50 En el documento de patente 4, se describe un agente contra las obstrucciones para la fabricación de papel que comprende un tensioactivo no iónico y un polímero que comprende, como unidades de composición, ácido maleico o ácido maleamídico, así como isobutileno, diisobutileno o estireno.

55 En el documento de patente 5, se describe la descomposición de pitch mediante una enzima que se deriva de un microorganismo específico.

60 El Documento de patente 6 divulga un método para eliminar las adherencias y el pitch de la fibra para fabricar papel en un sistema para fabricación de pulpa y papel, que comprende una etapa de adición de dicha fibra a una composición que comprende al menos dos componentes seleccionados del grupo que consiste en polímero hidrófobo dispersable en agua u oleo-soluble (p.ej., resina de fenol-formaldehído), un tensioactivo oleo-soluble o dispersable en agua específico, pegamento y un disolvente oleo-soluble o dispersable en agua.

Lista de citas

Documentos de patente

65 Documento de patente 1: Publicación de patente japonesa abierta No. H04-241184

Documento de patente 2: Publicación de patente japonesa abierta No. H06-257082

Documento de patente 3: Publicación de patente japonesa abierta No. S60-94687

Documento de patente 4: Publicación de publicación de patente japonesa No. S59-28676

Documento de patente 5: Patente japonesa No. 4643125

5 Documento de patente 6: Publicación de patente japonesa abierta 2002-513450 que corresponde a la patente internacional WO 98/55692

Sumario de la invención

10 Problemas a resolver con la invención

15 En el caso de utilizar un polímero catiónico como agente coagulante, tal como se muestra en el documento de patente 1, el mecanismo de acción implica fijar el pitch a la pulpa, que se considera de carga negativa, por el polímero catiónico y, por lo tanto, en este caso, se necesita utilizar una cantidad apropiada del polímero catiónico que tenga un peso molecular y una estructura química apropiadas. Si se utiliza en condiciones inadecuadas, puede existir el riesgo de coagulación de los pitches entre ellos, con lo cual se agrava el problema aún más. Por otra parte, dado que se trata de una reacción que implica cargas, la acción es escasa en el pitch que tiene una alta hidrofobia.

20 En el caso de utilizar un floculante, tal como se muestra en el documento de patente 2, existe el problema de que, dado que la sustancia química es catiónica, la tinta y similares, que presenta un carácter aniónico, se fija fácilmente a las fibras, con lo cual provoca un problema de disminución de la blancura de la pulpa. Existe además otro problema en cuanto a que el rendimiento de la pulpa disminuye debido a que las fibras se descargan fuera del sistema junto con la formación de espuma que forma la fibra.

25 En el caso de utilizar talco, tal como se muestra en el documento de patente 3, la adsorción del pitch con el talco no es necesariamente suficiente, de tal manera que es necesario añadir una gran cantidad del mismo. Por otra parte, dado que está en forma de polvo, existe el problema de que se desgasta el equipo de manera que es mayor la frecuencia con la que se tiene que cambiar el equipo.

30 En el caso de utilizar un tensioactivo, tal como se muestra en el documento de patente 4, para obtener un efecto suficiente, se ha de agregar dicho tensioactivo en una solución a alta concentración con el fin de poder disolver el pitch; y por tanto, existe el problema de que es posible que se produzca el espumado del tensioactivo, lo cual puede causar a su vez una deshidratación insuficiente del cable. Por otra parte, esto puede llevar a una disminución de la calidad del producto por la contaminación del producto con la suciedad que se adhiere a las espumas y esto puede conducir a una re-separación del pitch en una etapa posterior del proceso. Por lo tanto, esto no puede proporcionar una solución fundamental a los problemas.

35 En el caso de añadir una enzima derivada de un microorganismo, tal como se muestra en el documento de patente 5, dada la especificidad del sustrato, no se puede obtener un efecto ventajoso dependiendo del tipo de pitch; y por otra parte, es necesario un largo periodo de tiempo antes de que se produzca el efecto, de manera que puede causar un problema del pitch durante este período.

40 La presente invención se llevó a cabo a la vista de la situación, tal como se ha mencionado, y por tanto, tiene por objetivo proporcionar el uso de un supresor de la formación de pitch, así como un método para suprimir la formación de pitch, con lo que se pueden eliminar eficazmente los problemas producidos por el pitch, incluso si está presente el pitch con una alta concentración, o si el pitch es altamente hidrófobo también.

Medios para resolver los problemas

45 Los autores de la presente invención han llevado a cabo una exhaustiva investigación para conseguir los objetos que se han mencionado y, como resultado, han obtenido la siguiente información.

50 Es decir, se ha descubierto que una solución alcalina en la que se disuelve una resina fenólica /o una resina fenólica modificada o una solución ácida en la que se disuelve una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada actúa eficazmente por interacción hidrófoba incluso aunque el pitch tenga una alta hidrofobia, tratamiento que ha sido difícil en el pasado, gracias a lo cual es posible eliminar os problemas asociados al pitch; y por otra parte, se ha descubierto que es posible evitar eficazmente los problemas asociados con el pitch en el proceso de fabricación del papel utilizando dicha solución alcalina o dicha solución ácida como supresor de la formación de pitch.

55 La presente invención ha sido completada con la información que se ha mencionado.

Concretamente, la presente invención proporciona los siguientes puntos (1) a (11).

60 [1] Uso de una composición que comprende una solución alcalina en la que se disuelve una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada, o una solución ácida en la que se disuelve una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada, como supresor de formación de pitch,

en donde la resina fenólica y/o resina fenólica modificada es al menos una resina seleccionada entre una resina fenólica novolac, una resina fenólica resol, una resina fenólica modificada y una resina fenólica de reacción secundaria, que se obtiene por reacción secundaria de estas resinas como resinas de materia prima,

5 en donde la resina fenólica de reacción secundaria es una resina que se obtiene por adición de un aldehído con una solución alcalina de la materia prima de resina haciendo reaccionar así el aldehído con la resina materia prima,

en donde la resina fenólica modificada es un producto de una reacción de Mannich entre un fenol y/o una resina fenólica con una amina y un aldehído,

10 en donde la resina fenólica novolac es la resina fenólica que se obtiene por reacción de un fenol con un aldehído en presencia de un catalizador ácido; y la resina fenólica resol es una resina fenólica que se obtiene por reacción de un fenol con un aldehído en presencia de un catalizador básico,

en donde el fenol es al menos uno entre fenol, cada uno de los isómeros de cresol, cada uno de los isómeros de etil fenol, cada uno de los isómeros de xilenol, alquil fenoles, alquil fenoles insaturados, fenoles policíclicos aromáticos, fenoles polivalentes e hidroquinona.

15 Las realizaciones preferentes de uso se definen en las reivindicaciones 2 a 4.

[5] Un método para suprimir la formación de pitch, en donde se añade el supresor de formación de pitch de acuerdo con cualquiera de los puntos [1] a [4] en un proceso de fabricación de papel.

20 [6] El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con [5], en donde se utiliza un polímero catiónico simultáneamente con el supresor de formación de pitch.

25 [7] El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con [5] o [6], en donde se añade el supresor de formación de pitch a al menos uno seleccionado entre pulpa química, pulpa mecánica y pulpa de papel usado en un proceso de fabricación de pulpa, una destructora y un filtro de disco en un a proceso de recuperación de pulpa y un tanque de mezclado, un tanque mecánico y un depósito de semillas y una entrada en un proceso de fabricación de papel.

30 [8] El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con [7], en donde se añade el supresor de formación de pitch a agua de proceso en la que la concentración de materia suspendida es 1,0 % o menos en masa.

35 [9] El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con uno cualquiera de los puntos [5] a [8], en donde se añade el supresor de formación de pitch en un proceso de flotación y/o un proceso antes del tratamiento de destintado de un proceso de fabricación de papel usado en el proceso de fabricación de papel.

[10] Un método para fabricar una pulpa destintada, en donde se añade el supresor de formación de pitch de acuerdo con uno cualquiera de los puntos [1] a [4] en una suspensión de pulpa en un proceso de destintado.

40 [11] El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con [5] o [6], en donde se añade el supresor de formación de pitch a al menos uno entre un alambre, un fieltro, una lona, un rodillo y un rodillo de succión entre los aparatos.

45 **Efectos ventajosos de la invención**

De acuerdo con la presente invención, es posible eliminar eficazmente los problemas asociados con el pitch, incluso cuando en el proceso de fabricación de papel, no solamente está presente el pitch en una alta concentración, sino que también el pitch es altamente hidrófobo.

50 **Descripción de las realizaciones**

En primer lugar, se explicará el supresor de formación de pitch utilizado de acuerdo con la presente invención.

[Supresor de la formación de pitch]

55 El supresor de formación de pitch comprende una solución alcalina en la que se disuelve una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada, o una solución ácida en la que se disuelve una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada.

60 De acuerdo con la presente invención, es posible eliminar eficazmente los problemas asociados con el pitch incluso aunque en el proceso de fabricación de papel, no solamente esté presente el pitch en una alta concentración, sino que también el pitch sea altamente hidrófobo.

65 Aun no se ha aclarado detalladamente el mecanismo a través del cual la presente invención expresa el efecto de eliminación de los problemas asociados al pitch; sin embargo, puede darse por sentado lo siguiente. Es decir, la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada, que está presente en el supresor de la formación de pitch y que se

disuelve en una solución alcalina o una solución alcalina, genera una interacción hidrófoba con el pitch que está presente en el agua o con el pitch que está adherido a la materia prima de papel, con lo cual se lleva a efecto la cobertura de una parte o la totalidad del pitch; y después se separa este pitch cubierto a través de una acción determinada para formar el producto separado. Alternativamente, puede presuponerse que la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada incluye el pitch por determinada acción para separarse con lo cual se forma un producto separado. El producto separado así formado, que comprende el pitch y la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada, tiene una viscosidad menor en comparación con el producto separado del pitch solamente, de manera que la aglomeración en el proceso, así como la fijación del pitch al aparato puede suprimirse, de manera que es posible reducir los problemas asociados al pitch.

En la resina fenólica que tiene propiedades iónicas, al utilizarla junto con un agente de control de carga apropiado (polímero catiónico, sulfato de aluminio y polímero aniónico), puede facilitarse la separación de la resina fenólica por neutralización de la carga y puede aumentarse la interacción con el pitch; y por otra parte, facilita la fijación de las fibras de pulpa aniónicas al mismo tiempo que mantiene las partículas formada a través de dicha interacción muy pequeñas en cuanto a su diámetro de partícula, y como resultado, no provoca los problemas asociados con el pitch.

Alternativamente, en el proceso de flotación y/o en el proceso antes del tratamiento de destintado, se separa la resina fenólica que se separa a través de determinada acción del pitch que incluye con lo cual se adhiere a las espumas de aire cuya hidrofobia es superior a la de las fibras de pulpa y a continuación, se descargan las espumas fuera del sistema con un flotador.

<Resina fenólica y/o resina fenólica modificada >

En cuanto a la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada contenida en el supresor de formación de pitch utilizada de acuerdo con la presente invención, se incluyen una resina fenólica novolac, una resina fenólica modificada de la misma, una resina fenólica resol, una resina fenólica modificada de la misma, y estas resinas fenólicas y resinas fenólicas modificadas tratadas a través de una reacción secundaria. Se pueden utilizar en solitario o combinando dos o más de ellas.

Como ejemplo ilustrativo de la resina que se trata con una reacción secundaria se incluye una resina que tiene un peso molecular que se obtiene por adición de un aldehído a una solución alcalina de la resina fenólica, con lo cual se hace reaccionar el aldehído con la resina fenólica.

Un ejemplo ilustrativo de resina fenólica modificada incluye un producto de reacción de Mannich entre un fenol y/o una resina fenólica con una amina y un aldehído.

La resina fenólica novolac mencionada es una resina fenólica que se obtiene por reacción de fenol con un aldehído en presencia de un catalizador ácido; y la resina fenólica resol es una resina fenólica que se obtiene por reacción de fenol con un aldehído en presencia de un catalizador básico.

El peso molecular medio ponderado de la resina fenólica y/o resina fenólica modificada no está limitado en particular; sin embargo, si el peso molecular es demasiado pequeño, la posibilidad del efecto de recubrimiento del pitch es menor y la eficiencia de separación del producto separado es menor; por otra parte, si el peso molecular es demasiado grande, es posible que el producto separado se convierta en una materia extraña de forma suficiente como para causar un efecto negativo en la fabricación del papel. Por lo tanto, el peso molecular oscila por ejemplo dentro del intervalo de 500 a 60.000, preferentemente en el intervalo de 1.000 a 60.000, o más preferentemente en el intervalo de 1.000 a 30.000.

(Fenoles)

Entre los ejemplos ilustrativos de fenoles que se pueden utilizar en la producción de la resina fenólica novolac y la resina fenólica resol se incluyen fenol, cada uno de los isómeros de cresol, cada uno de los isómeros de etil fenol, cada uno de los isómeros de xilenol, alquil fenoles como butil fenol, alquil fenoles insaturados como cardanol, fenoles policíclicos aromáticos, como cada uno de los α,β -naftoles, fenoles polivalentes, como bisfenol A, bisfenol F, bisfenol S, pirogalol, resorcina y catecol e hidroquinona, si bien no se limitan solo a ellos. Estos fenoles pueden utilizarse en solitario o mezclando dos o más de ellos.

(Aldehídos)

Entre los ejemplos ilustrativos de los aldehídos que se pueden utilizar para la producción de la resina fenólica novolac y la resina fenólica resol se incluyen formaldehído, paraformaldehído, acetaldehído, propil aldehído, benzaldehído, salicilaldehído y glioxal, si bien no se limitan solo a ellos. Estos aldehídos se pueden utilizar en solitario o mezclando dos o más de ellos.

(Aminas)

Entre los ejemplos ilustrativos de las aminas utilizadas para la producción de la resina fenólica modificada se incluyen isoforona diamina, m-xileno diamina, dietilen triamina, dietanol amina y N-metil etanol amina, si bien no se

limitan a ellas. Estas aminas pueden utilizarse en solitario o mezclando dos o más de ellos.

Asimismo, en cuanto a los aldehídos para su utilización en la reacción de Mannich, se pueden mencionar los mismos aldehídos que los ilustrados en la explicación de los aldehídos para su utilización para la producción de las resinas fenólicas novolac y las resinas fenólicas resol.

<Solución alcalina o solución ácida>

En el supresor de formación de pitch utilizado de acuerdo con la presente invención, se utiliza una solución alcalina o una solución ácida.

En cuanto a la solución alcalina, para disolver suficientemente la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada, es preferente una solución acuosa de un hidróxido de metal alcalino. Entre los ejemplos preferentes de hidróxido de metal alcalino se incluyen hidróxido sódico, hidróxido potásico e hidróxido de litio, si bien es más preferente hidróxido de sodio. Para el caso de el que se utiliza la solución alcalina como supresor de formación de pitch, el pH del supresor de formación de pitch no está limitado en particular, siempre y cuando sea alcalino; sin embargo, para disolver suficientemente la resina fenólica y/o resina fenólica modificada, su pH está preferentemente en el intervalo de 8 a 14 o más preferentemente en el intervalo de 11 a 14.

En cuanto a la solución ácida, se puede mencionar una solución ácida inorgánica y una solución ácida orgánica; sin embargo, para disolver suficientemente la resina fenólica y/o resina fenólica modificada, es preferentemente una solución ácida inorgánica. Entre los ejemplos preferentes de solución ácida inorgánica se incluyen ácido clorhídrico, ácido sulfúrico, ácido nítrico y ácido fosfórico, si bien es más preferente ácido clorhídrico, ácido sulfúrico o ácido nítrico, aunque ácido clorhídrico es aún más preferente. En el caso de utilizar la solución ácida como supresor de la formación de pitch, el pH del supresor de formación de pitch no está restringido en particular, siempre y cuando sea ácido; sin embargo, para disolver suficientemente la resina fenólica y/o resina fenólica modificada, su pH está preferentemente en el intervalo de 1 a 5.

<Disolvente>

Como disolvente de la solución alcalina o la solución ácida utilizada en el supresor de formación de pitch utilizado de acuerdo con la presente invención, aunque se emplea agua ventajosamente, el agua puede contener otro disolvente. El contenido de agua del disolvente es 80 % o más en masa, preferentemente 90 % o más en masa, más preferentemente 95 % o más en masa, aún más preferentemente 99 % o más en masa o todavía aún más preferentemente 100 % en masa.

En cuanto al otro disolvente, no hay una restricción en particular; y entre los ejemplos ilustrativos del mismo, se incluyen cetonas, como acetona, ésteres como acetato de etilo; disolventes orgánicos que se pueden disolver en agua, incluyendo alcohol, como metanol o aminas.

<Contenido de componentes esenciales en el supresor de formación de pitch>

El contenido total de la resina fenólica y/o resina fenólica modificada y la base o el ácido en los componentes que no son el disolvente en el supresor de formación de pitch (componentes no disolvente del supresor de formación de pitch), a fin de obtener el efecto potenciado de eliminar los problemas asociados al pitch, es preferentemente 80 % o más en masa, más preferentemente 90 % o más en masa, aún más preferentemente 95 % o más en masa, todavía aún más preferentemente 99 % o más en masa o en particular, todavía aún más preferentemente 100 % en masa.

Concretamente, siempre y cuando no se dañe el objetivo de la presente invención, puede incluirse un componente arbitrario como por ejemplo otra resina en el supresor de formación de pitch; y el contenido del componente arbitrario en los componentes que no son disolvente del supresor de formación de pitch es preferentemente 20 % o menos en masa, más preferentemente 10 % o menos en masa, aún más preferentemente 5 % o menos en masa, y todavía aún más preferentemente 1 % o menos en masa; o, en particular, todavía aún más preferentemente no se incluye dicho componente.

[Método para producir el supresor de la formación de pitch]

No existe ninguna restricción en particular en cuanto al método para producir el supresor de formación de pitch. Por ejemplo, se puede producir ventajosamente disolviendo la resina fenólica y/o resina fenólica modificada en la solución alcalina o la solución ácida.

Por otra parte, el disolvente utilizado en la síntesis de la resina fenólica y/o resina fenólica modificada puede utilizarse como tal en el estado de la solución, sin extraerlo por destilación para obtener el supresor de formación de pitch. En este caso, si es necesario, se puede añadir una escasa cantidad de disolvente; y, además, puede añadirse un componente arbitrario si es necesario.

A continuación, se explica el método para suprimir la formación de pitch de la presente invención.

[Método para suprimir la formación de pitch]

- 5 El método para suprimir la formación de pitch de la presente invención se caracteriza por la adición del supresor de formación de pitch mencionado en un proceso de fabricación de papel.

10 En el método para suprimir la formación de pitch de la presente invención, es preferente añadir el supresor de formación de pitch, por ejemplo, en varios tanques y/o conductos o en un rociado de lavado en el proceso de fabricación de pulpa, el proceso de lavado y refinado, el proceso de preparación, el proceso de fabricación de papel y el proceso de recuperación de agua blanca entre los procesos de fabricación de papeles. Especialmente, es preferente añadir el supresor de formación de pitch en una pulpa química, una pulpa mecánica o una pulpa de papel usado en el proceso de fabricación de pulpas; o en una destructora o filtro de disco en el proceso de recuperación de pulpa; o en un tanque de mezclado, un tanque mecanizado, un depósito de siembra o una entrada; un silo de agua blanca, un pozo sellado, agua de recuperación de agua blanca en el proceso de fabricación de papel; o en un proceso de flotación y/o un proceso antes del tratamiento de destintado del proceso de fabricación de papel usado. Por otra parte, es preferente añadir el supresor de formación de pitch al agua de proceso en la que la concentración de materia suspendida es 1,0 % o menos en masa. Son preferentes las aguas de proceso en las que la concentración de materia suspendida es 1,0 %, o menos en masa, especialmente, el silo de agua blanca, el pozo sellado y el agua de recuperación de agua blanca.

20 Tras añadir el supresor de formación de pitch tal como se ha mencionado en el agua de proceso en la que la concentración de materia suspendida es 1,0 % o menos en masa, se puede hacer que circule hasta el sistema de materia prima de pulpa en la que la concentración de materia suspendida es más de 1,0 % en masa.

25 Por otra parte, es preferente añadir el supresor de formación de pitch en los aparatos de fabricación de papel, como alambres, fieltro, lona, rodillos y rodillos de succión. Por otra parte, la adición del supresor de formación de pitch al rociado de lavado se realiza preferentemente en el rociado con el que se evita la obstrucción de los diversos aparatos, tanques y equipo.

30 El sitio en el que se añade el supresor de formación de pitch en el proceso de fabricación de papel no está limitado en particular. Es preferente el sitio en el que tiene lugar seguramente la agitación de manera que puede interactuar con seguridad la sustancia química y el pitch; y por tanto, por ejemplo, el lado de succión de la bomba con la que se transporta la pulpa desde los tanques que están instalados en cada proceso es preferente.

35 La cantidad de adición del supresor de formación de pitch como cantidad de ingrediente activo contenido se encuentra preferentemente en el intervalo de 1 a 10.000 g por cada 1.000 kg de la pulpa. Si la cantidad de ingrediente activo es 1 g por cada 1.000 kg de la pulpa, se puede expresar suficientemente el efecto preventivo de la unión de pitch. Por otra parte, si la cantidad de ingrediente activo es 10.000 g o menos por cada 1.000 kg de la pulpa, resulta económicamente ventajoso. Desde este punto de vista, la cantidad de adición del supresor de formación de pitch es preferentemente en el intervalo de 5 a 8.000 g o más preferentemente en el intervalo de 10 a 6.000 g, por cada 1.000 kg de la pulpa.

45 Por otra parte, este supresor de formación de pitch se puede añadir por separado en varios sitios del proceso de fabricación de papel. Por ejemplo, se puede añadir en el flotador del proceso de fabricación de pulpa y en el tanque mecánico del proceso de fabricación de papel. Al mismo tiempo, el término "ingrediente activo" se refiere al componente de resina del supresor de formación de pitch.

50 Por otra parte, la forma en que se añade el supresor de formación de pitch al proceso de fabricación de papel incluye lo siguiente: se añade o se pulveriza directamente en el lugar en el que se ha adherido la suciedad o al tanque o el conducto del agua de rociado para el lavado o para sellado; estando instalados el tanque o el conducto próximos a dicho lugar.

55 En el caso de añadir el supresor de formación de pitch a través del agua de rociado, la cantidad de adición del ingrediente activo se encuentra preferentemente en el intervalo de 1 a 100.000 mg por cada 1 litro de agua de rociado. Si la cantidad del ingrediente activo es 1 mg o más por cada 1 litro de agua de rociado, se puede expresar suficientemente el efecto preventivo de unión de pitch. Por otra parte, si la cantidad de ingrediente activo es 100.000 mg o menos por cada 1 litro de agua de rociado, es económicamente ventajoso. Desde el punto de vista mencionado, la cantidad de adición del supresor de formación de pitch se encuentra preferentemente en el intervalo de 5 a 2.000 mg o más preferentemente en el intervalo de 10 a 1.000 mg, por cada 1 litro de agua de rociado.

60 Entre tanto, el supresor de formación de pitch se puede añadir al agua de rociado de forma continua o intermitente. En cuanto al equipo al que tiende a adherirse fácilmente el pitch, pueden mencionarse por ejemplo, un alambre, un fieltro, y un rodillo.

65 <Uso simultáneo con otras sustancias químicas>

Junto con el supresor de formación de pitch de la presente invención, pueden utilizarse simultáneamente otros ingredientes activos, por ejemplo, un polímero catiónico.

5 Entre los ejemplos ilustrativos del polímero catiónico se incluyen una resina de amina-epiclorohidrina, un polímero de dialil amina (DAA), un polímero dialil dimetil cloruro de amonio (DADMAC) y polietilen imina; que tienen un peso molecular medio ponderado de varias decenas a varias decenas de millones. Se pueden utilizar en solitario o combinando dos o más de ellas.

10 En el caso de utilizar el polímero catiónico simultáneamente con la resina fenólica y/o resina fenólica modificada, es preferente una resina distinta al producto de reacción de Mannich.

15 Desde el punto de vista de su comportamiento como supresor de formación de pitch, la cantidad de mezclado del polímero catiónico por cada la resina fenólica y/o resina fenólica modificada se encuentra preferentemente en el intervalo de aproximadamente 0,005 a aproximadamente 1 meq/l como cantidad equivalente de coloide en el momento del mezclado.

20 Por otra parte, puede utilizarse un compuesto de aluminio en combinación con el supresor de formación de pitch utilizado de acuerdo con la presente invención. El compuesto de aluminio no está limitado en particular, y entre los ejemplos ilustrativos del mismo se incluyen compuestos de aluminio como sulfato de aluminio, cloruro de aluminio, policloruro de aluminio, sol de alúmina, silicato de aluminio y nitrato de aluminio. La cantidad de adición del compuesto de aluminio se encuentra preferentemente en el intervalo de 1 a 100.000 g por cada 1.000 kg de la pulpa.

[Método para producir la pulpa destintada]

25 El método para producir la pulpa destintada de la presente divulgación se caracteriza por que se añade el supresor de formación de pitch a la suspensión de pulpa en el proceso de destintado.

<Ejemplo de producción específico de pulpa destintada >

30 La pulpa destintada puede producirse a través de los mismos métodos que se conocen hasta el momento para producir pulpa destintada. Por ejemplo, en primer lugar se añaden papeles usados como materia prima a una solución acusa de hidróxido sódico y silicato sódico; y a continuación, se disgregan los papeles usados mediante una pulpeadora (un equipo de disgregación de pulpa) para convertirlos en una suspensión espesa de pulpa, se amasa la suspensión de pulpa con un agente de destintado (por ejemplo un tensioactivo no iónico) con una amasadora para eliminar la tinta de impresión de la pulpa. A continuación, después de blanquearla en una torre en la que se añade peróxido de hidrógeno, se separa la materia extraña como tinta, cenizas y el pitch por flotación mediante el flotador con lo cual se descargan fuera del sistema como espuma. A continuación, se elimina el agua de la suspensión de pulpa con un extractor o similar; una vez que se vuelve a suspender en agua la pulpa, se lava la pulpa con un filtro, de manera que se puede obtener una pulpa destintada (DIP). Se puede añadir el supresor de formación de pitch al flotador o en la etapa anterior; sin embargo, preferentemente se añade inmediatamente antes del flotador. Desde el punto de vista de reducir la obstrucción producida por el pitch del proceso de fabricación de papel tras esta etapa, así como de reducir los defectos de producción, es preferente añadir el supresor de formación de pitch al flotador y no en la etapa anterior.

45 En el flotador, se soplan las burbujas en la suspensión de pulpa para adherir la materia extraña, como pueda ser la tinta adherida a la espuma, se flotan para separarlas de las fibras de pulpa. En este caso, puede añadirse también un agente de destintado orgánico conocido.

50 Si se lleva a cabo la flotación añadiendo el supresor de formación de pitch, las materias extrañas, como pueda ser la tinta eliminada y los pitches, interactúan con el supresor de formación de pitch para formar un coloide. Este coloide se adhiere a las espumas que son más hidrófobas que las fibras de pulpa y, como resultado, flotan para poderse separar. De esta forma, puede aumentarse la tasa de eliminación de materia extraña, como tinta y pitch en la suspensión de pulpa; y por lo tanto, puede mejorarse la blancura del producto de papel obtenido al mezclar la pulpa destintada obtenida; pueden reducirse los inconvenientes de las materias extrañas, así como la rotura del papel; se puede aumentar el rendimiento, capacidad de filtración y calidad del producto, como pueda ser la resistencia del papel; y se puede mejorar la productividad y la capacidad de funcionamiento. Por otra parte, dadas estas mejoras, la relación de mezclado de la pulpa destintada puede aumentarse y, como resultado, resulta posible reducir el coste debido a la materia prima de pulpa en los costes de producción.

60 Siendo así, la pulpa destintada que tiene materias extrañas, como tinta y pitch que se elimina de ella, puede utilizarse ventajosamente como materia prima de papel para la fabricación de papel de periódico o revistas, un papel OA, un papel de impresión de calidad media, un papel de filtro, un papel de cartón, etc.

65 **[Ejemplos]**

A continuación, se explica la presente invención con ejemplos; sin embargo, la presente invención no queda limitada con estos ejemplos.

[Ejemplo de producción 1: producción del supresor de formación de pitch (material PC) I]

5 Se utilizó como resina de materia prima, Resitop PSM-4324 (fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.). Este material es una resina fenólica novolac con a peso molecular medio ponderado de 2.300 obtenido por policondensación de fenol con formaldehído en presencia de un catalizador ácido.

10 Se introdujeron en un vaso de precipitados 64,0 g de PSM-4324, 126,4 g de agua de intercambio iónico y 9,6 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 48 % en masa; y, a continuación, se agitó la mezcla resultante con un agitador magnético para disolverlos, con lo cual, se obtuvieron 200 g de la solución alcalina (Material PC I) de la resina fenólica novolac que contenía 32 % en masa de PSM-4324. Esta solución presentó un pH de 12,2.

15 [Ejemplo de producción 2: producción del supresor de formación de pitch (material PC) II]

20 Se utilizó como resina de materia prima, Resitop PSM-6358 (fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.). Este material es una resina fenólica novolac con a peso molecular medio ponderado de 5.400 obtenido por policondensación de fenol con formaldehído en presencia de un catalizador ácido.

25 Se introdujeron en un vaso de precipitados 41,0 g de PSM-6358, 146,2 g de agua de intercambio iónico, y 12,8 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con la concentración de 48 % en masa; y, a continuación, se agitó la mezcla resultante con un agitador magnético para disolverlos, con lo cual se obtuvieron 200 g de la solución alcalina (Material PC II) de la resina fenólica novolac que contenía 20,5 % en masa de PSM-6358. Esta solución presentó un pH de 12,4.

30 Se añadieron 100 g de la solución mencionada a un matraz cónico con un tapón de tierra y, después se calentó a aproximadamente 60°C, se añadieron 4,43 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración del 37 %. A continuación, se fijaron un condensador, un tubo de entrada de gas nitrógeno para agitación y un termómetro al tapón de tierra y, a continuación, se calentó con una temperatura de solución de 85 °C durante 8 horas en un baño de aceite para llevar a cabo la reacción de policondensación de adición de tipo resol del formaldehído (reacción secundaria de tipo resol), reduciendo así la proporción de componentes de bajo peso molecular que incluían el cuerpo de fenol bi-nuclear, con lo cual se elevó el peso molecular medio ponderado. A continuación, se enfrió y, a continuación, se añadieron 4,46 g de agua de intercambio iónico (para ajustar la concentración) para obtener una solución alcalina (Materia PC II) de la resina fenólica de reacción secundaria. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 19,4 % en masa y el pH de la solución fue 11,7.

40 [Ejemplo de producción 3: producción del supresor de formación de pitch (material PC) III]

45 Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 450,0 g de cresol; y, a continuación, se añadieron 200,0 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se añadió como catalizador, 3,0 g de ácido oxálico y, a continuación, una vez calentada la mezcla resultante con un calentador a 95 °C con agitación del sistema, se llevó a cabo la reacción durante 4 horas manteniendo esta temperatura. A continuación, se llevó a cabo la deshidratación y la concentración a una presión normal elevando la temperatura a 200 °C y, cuando la temperatura alcanzó 200 °C, se eliminó por destilación el cresol sin reaccionar a presión reducida de 5,3 kPa. De esta forma, se obtuvieron 350 g de resina de cresol novolac amarilla y transparente (peso molecular medio ponderado de 2.000).

50 Se introdujo en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 110 g la resina de cresol obtenida de esta forma y se añadieron 110 g de etanol; a continuación, después de calentar la mezcla resultante a 70 °C con un calentador, se agitó durante 2 horas para disolver la resina de cresol con etanol. A continuación, se enfrió esta solución de resina a 40 °C o menos, se añadieron 57,8 g de etanol amina, lo cual fue seguido de la adición de 4,50 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se elevó la temperatura a 70 °C con agitación del sistema; y a continuación, se mantuvo durante 15 horas para modificar la resina de cresol con dietanol amina. A continuación, después de enfriar el sistema a 40 °C o menos, se añadieron 55,0 g de ácido clorhídrico con una concentración de 3,6 % en masa. Después de agitar la mezcla a fondo para preparar una solución homogénea, se eliminó por destilación el etanol calentando a presión reducida y, finalmente, se añadió una cantidad apropiada de agua de intercambio iónico para ajustar la concentración. De esta forma, se obtuvo una solución ácida (Material PC III) de un producto de reacción de Mannich de resina de cresol. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 15,8 % en masa; y el pH de la solución fue 1,8.

65 [Ejemplo de producción 4: producción del supresor de formación de pitch (material PC) IV]

Se utilizó como resina de materia prima, Resitop PSM-6358 (fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.). Este material es una resina fenólica novolac con a peso molecular medio ponderado de 2.300 obtenido por policondensación de fenol con formaldehído en presencia de un catalizador ácido.

- 5 Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 200 g de PSM-6358 y 400,0 g de metanol; y, a continuación, después de calentar la mezcla resultante a 40 °C con un calentador, se agitó durante 1 hora para disolver PSM-6358 en metanol. A continuación, se añadieron 400,0 g de agua de intercambio iónico. Con esta operación, se separó una resina y, a continuación, se llevó a cabo la separación sólido-líquido. A continuación, eliminando cuidadosamente la porción de la solución separada, se obtuvo
10 una resina. Se trató además la resina así obtenida, siguiendo la misma operación dos veces y, finalmente, se obtuvieron 40,0 g de la resina.

- A continuación, se introdujeron en un vaso de precipitados 40,0 g de la resina obtenida, 209,5 g de agua de intercambio iónico y 16,5 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 48 % en masa; y,
15 a continuación, se disolvió la mezcla resultante por agitación con un agitador magnético para obtener 266 g de la solución alcalina (Material PC IV) de la resina fenólica novolac purificada por separación. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 15,0 % en masa; el peso molecular medio ponderado de esta resina fue 9.200; y el pH de la solución fue 11,8.

- 20 [Ejemplo de producción 5: producción del supresor de formación de pitch (Material PC) V]

- Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 450,0 g de cresol; y, a continuación, se añadieron 200,0 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se añadió como catalizador, 3,0 g de ácido oxálico y, a
25 continuación, después de calentar la mezcla resultante con un calentador a 95 °C agitando el sistema, se continuó la reacción durante 4 horas al mismo tiempo que se mantenía esta temperatura. A continuación, se llevó a cabo la deshidratación y la concentración a una presión normal al mismo tiempo que se elevaba la temperatura a 200 °C; y una vez que la temperatura alcanzó 200 °C, se eliminó por destilación el cresol sin reaccionar a una presión reducida de 5,3 kPa. De esta forma, se obtuvieron 350 g de la resina cresol novolac amarilla y transparente (peso
30 molecular medio ponderado de 2.000).

- A continuación, se introdujeron en un vaso de precipitados 40,0 g de la resina obtenida, 209,5 g de agua de intercambio iónico y 16,5 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 48 % en masa; y,
35 a continuación, se agitó la solución resultante con un agitador magnético para su disolución, con lo cual se obtuvieron 266 g de la solución alcalina (Material PC V) de la resina cresol novolac. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) de esta solución fue 15,0 % en masa; y pH de la solución fue 11,7.

[Ejemplo de producción 6: producción del supresor de formación de pitch (material PC) VI]

- 40 Se introdujeron en un matraz cónico con tapón de tierra 100,0 g de Material PC V; y después de calentarlo a aproximadamente 60 °C, se añadieron 3,02 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se fijaron un condensador, un tubo de entrada de gas nitrógeno para agitación y un termómetro al tapón de tierra y, a continuación, se calentó la mezcla resultante a la temperatura de solución de 85 °C durante 8 horas en un baño de aceite para llevar a cabo la reacción de adición-policondensación de tipo resol
45 de formaldehído (reacción secundaria de tipo resol) reduciendo así la proporción de componentes de bajo peso molecular incluyendo el cuerpo de fenol bi-nuclear para aumentar el peso molecular medio ponderado. A continuación, se enfrió y después, se añadieron 2,06 g de agua de intercambio iónico (para ajustar la concentración) para obtener una solución alcalina (Material PC VI) de la resina de fenol de reacción secundaria. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 15,2 % en masa; el peso molecular medio
50 ponderado de esta resina fue 9,200; y el pH de la solución fue 12,6.

[Ejemplo de producción 7: producción del supresor de formación de pitch (material PC) VII]

- Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 450,0 g de cresol; y, a continuación, se añadieron 200,0 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se añadió como catalizador, 3,0 g de ácido oxálico; y, a
55 continuación, después de calentar la mezcla resultante con un calentador a 95 °C agitando el sistema, se continuó la reacción durante 4 horas manteniendo esta temperatura. A continuación, se llevaron a cabo la deshidratación y la y concentración a presión normal elevando la temperatura a 200 °C y, cuando la temperatura alcanzó 200 °C, se
60 eliminó por destilación el cresol sin reaccionar a una presión reducida de 5,3 kPa. De esta manera, se obtuvieron 350 g de una resina cresol novolac amarilla y transparente (peso molecular medio ponderado de 2.000).

- Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 200,0 g de la resina obtenida y se añadieron 400,0 g de metanol; y, a continuación, después de calentar la mezcla
65 resultante a 40°C con un calentador, se agitó durante 1 hora para disolver la resina obtenida en metanol. A continuación, se añadieron 400,0 g de agua de intercambio iónico. A través de esta operación, se separó una resina

y, a continuación, se llevó a cabo la separación sólido-líquido. A continuación, se obtuvo una resina extrayendo cuidadosamente la porción de la solución separada. De esta forma, se trató la resina así obtenida siguiendo la misma operación dos veces para obtener finalmente 43,0 g de la resina.

- 5 A continuación, se introdujeron en un vaso de precipitados 40,0 g de la resina obtenida, 209,5 g de agua de intercambio iónico y 16,5 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 48 % en masa; y, a continuación, se disolvió a la mezcla resultante por agitación con un agitador magnético para obtener 260 g de la solución alcalina (Material PC VII) de la resina de cresol novolac purificada por separación. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) de esta solución fue 15,4 % en masa; el peso molecular medio ponderado de esta resina fue 2.600; y el pH de la solución fue 11,9.

[Ejemplo de producción 8: producción del supresor de formación de pitch (Material PC) VIII]

- 15 Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 110,0 g de Resitop PSM-4324 (fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) y se añadieron 110,0 g de etanol; y, a continuación, después de calentar la mezcla resultante a 70 °C con un calentador, se agitó durante 2 horas para disolver PSM-4324 en etanol. A continuación, después de enfriar la solución de resina a 40 °C o menos, se añadieron 84,1 g de dietanol amina, lo cual fue seguido de la adición de 64,9 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se elevó la temperatura a 70 °C agitando el sistema; y, a continuación, se mantuvo así durante 15 horas para modificar PSM-4324 con dietanol amina. A continuación, después de enfriar el sistema a 40 °C o menos, se añadieron 80,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 30,0 % en masa. Después de agitarlo a fondo para preparar una solución homogénea, se eliminó por destilación el etanol por calentamiento a presión reducida y, finalmente, se añadió una cantidad apropiada de agua de intercambio iónico para ajustar la concentración. De esta manera, se obtuvieron 25 1300 g de una solución alcalina (Material PC VIII) del producto de reacción de Mannich de PSM-4324. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 15,4 % en masa; y el pH de la solución fue 12,2.

[Ejemplo de producción 9: producción del supresor de formación de pitch (material PC) IX]

- 30 Se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 450,0 g de cresol; y, a continuación, se añadieron 200,0 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se añadió como catalizador 3,0 g de ácido oxálico y, a continuación, después de calentar la mezcla resultante con un calentador a 95 °C agitando el sistema, se continuó la reacción durante 4 horas manteniendo esta temperatura. A continuación, se llevó a cabo la deshidratación y la concentración a una presión normal elevando la temperatura a 200 °C y, cuando la temperatura alcanzó 200 °C, se eliminó por destilación el cresol sin reaccionar a una presión reducida de 5,3 kPa. De esta manera se obtuvieron 35 350 g de una resina de cresol novolac amarilla y transparente (peso molecular medio ponderado de 2.000).
- 40 A continuación, se introdujeron en un matraz separable equipado con un agitador, un termómetro y un condensador de reflujo 110,0 g de la resina obtenida y se añadieron 110,0 g de etanol y, a continuación, después de calentar la mezcla resultante a 70 °C con un calentador, se agitó durante 2 horas para disolver la resina en etanol. A continuación, después de enfriar la solución de resina a 40 °C o menos, se añadieron 84,1 g de dietanol amina, seguido después de la adición de 64,9 g de una solución acuosa de formaldehído con una concentración de 37 % en masa. A continuación, se elevó la temperatura a 70 °C agitando el sistema; y, a continuación, se mantuvo así 15 horas para modificar la resina de cresol con dietanol amina. A continuación, después de enfriar el sistema a 40 °C o menos, se añadieron 80,0 g de una solución acuosa de hidróxido sódico con una concentración de 30,0 % en masa. Después de agitarlo a fondo para obtener una solución homogénea, se eliminó por destilación el etanol por calentamiento a presión reducida y, finalmente, se añadió una cantidad apropiada de agua de intercambio iónico para ajustar su concentración. De esta forma, se obtuvieron 1320 g de una solución alcalina (Material PC IX) del producto de reacción de Mannich de la resina de cresol. La concentración del componente de resina (ingrediente activo) en esta solución fue 15,4 % en masa; y el pH de la solución fue 13,0.

Entre tanto, la lista de los supresores de formación de pitch (Materiales PC) I a IX se muestra en la Tabla 4.

- 55 <Método de medición del peso molecular medio ponderado>

Entre tanto, se midió el peso molecular medio ponderado de cada muestra por cromatografía de permeación de gel (GPC) tal como se muestra a continuación.

- 60 (Preparación de la muestra para la medición del peso molecular)

Cuando la muestra fue soluble en tetrahidrofurano, se utilizó como muestra para la medición del peso molecular. Por otra parte, cuando la muestra fue insoluble en tetrahidrofurano, se preparó la muestra para la medición del peso molecular siguiendo el siguiente procedimiento.

- 65 Es decir, cuando la muestra es una solución alcalina, dado que es insoluble en tetrahidrofurano, es necesario

eliminar el ion de metal alcalino y el agua sin eliminar por fluido los componentes de bajo peso molecular de la resina.

5 Por lo tanto, se diluyó la muestra, es decir, la solución alcalina a una concentración de aproximadamente 0,1 % en masa y, a continuación, se añadió gradualmente ácido clorhídrico para preparar una solución en suspensión reduciendo su pH a 4,6. A continuación, se colocó esta solución en suspensión en un tubo de diálisis y, a continuación, después de sellar el tubo, se colocó en una bandeja en la que se hizo correr agua pura continuamente, llevando así la diálisis durante 24 horas. A continuación, se filtró la solución en suspensión extraída del tubo de diálisis y, después de lavar la resina recuperada con agua pura, se secó en una secadora de vacío a temperatura ambiente durante 48 horas para obtener la muestra para la medición del peso molecular.

(Medición del peso molecular medio ponderado)

15 Se preparó la muestra para la medición del peso molecular como solución en tetrahidrofurano de la misma y se realizó la medición utilizando HCL 8022 (fabricado por Tosoh Corp.) como columna y tetrahidrofurano como disolvente. Se obtuvo el peso molecular medio ponderado como valor equivalente con el patrón de poliestireno.

[Prueba de evaluación de cada uno de los materiales PC]

20 (1) Prueba de simulación 1

En esta prueba, se simuló el efecto preventivo para la adherencia de pitch en los aparatos de fabricación de papeo, especialmente alambres. Se llevó a cabo la comparación con un estado de muestra en blanco en el que no se añadió sustancia química y se realizó la evaluación de manera que cuando la cantidad de pitch adherido fue más reducida, el efecto de prevención de la sustancia química de los problemas como consecuencia del pitch fue mayor.

<Ejemplos 1 a 4>

30 Se rompió una caja de cartón disponible en el mercado por bateado en 350 ml de CSF (Canadian standard freeness) utilizando una batidora Niagara L23 (fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.) para obtener una suspensión de pulpa que fue diluida con agua del grifo para obtener una solución de pulpa diluida a una concentración de 0,1 % en masa. Se añadieron a 1.000 ml de la solución de pulpa 20 ml de solución de etanol en la que se había mezclado un 1 % en masa de hidróxido potásico, 4% en masa de taloil como componente de pitch de resina y 2 % en masa de colofonia, así como 7 ml de solución de cloruro de calcio con una concentración de 2,7 % en masa y, a continuación, 35 se ajustó el pH de la mezcla resultante con ácido clorhídrico a 7 o 9 para obtener la solución preparada. Se añadió a esta solución el supresor de formación de pitch que se muestra en la Tabla 1 y después de suspender un alambre de nilón en la suspensión resultante, se agitó a 40 °C durante 12 horas. Al comparar la cantidad de pitch adherida al alambre después de agitar, se comparó el efecto del material PC. Se secó el alambre después de agitar a 80 °C durante 2 horas y se calculó la cantidad de pitch adherida a partir de la diferencia de masas antes y después del 40 secado. En la Tabla 1 se muestran los resultados de las correspondientes sustancias químicas.

<Ejemplos comparativo 1>

45 Se repitió el mismo procedimiento del Ejemplo 1 con la excepción de que no se añadió el supresor de formación de pitch. En la Tabla 1 se muestran los resultados.

<Ejemplos comparativos 2 a 6>

50 Se repitió el mismo procedimiento que el del Ejemplo 1 con la excepción de que se cambiaron el tipo de supresor de formación de pitch y la concentración del ingrediente activo incluida en él, tal como se muestra en la Tabla 1. Estos resultados se presentan en la Tabla 1.

55 Al mismo tiempo, en los ejemplos comparativos 5 y 6, el material PC I o el material PC II fue diluido a una concentración de 10 % en masa con agua pura y, a continuación, se añadió gradualmente ácido clorhídrico 1-N a la solución al mismo tiempo que se agitaba lentamente hasta que el pH 6 para separar la resina fenólica. Se utilizó el residuo de filtración obtenido por filtración de esta mezcla.

Tabla 1

| | Supresor de formación de pitch | Concentración de ingrediente activo en solución preparada (mg/l) | Cantidad de pitch adherido (g) |
|--|--------------------------------|--|--------------------------------|
| | | | |

ES 2 716 054 T3

| | Tipo | Fabricante | Tipo de ingrediente activo | | Prueba a pH 7 | Prueba pH 9 |
|-----------------------|---|---|---|--------|---------------|-------------|
| Ejemplo Comparativo 1 | Blanco | -- | -- | -- | 0,0535 | - 0,0399 |
| Ejemplo 1 | Material PC I | Solución alcalina de Resitop PSM-4324 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) | | 100 | 0,0060 | 0,0145 |
| Ejemplo 2 | Material PC II | Solución alcalina de resina fenólica en reacción secundaria de Resitop PSM-6358 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) | | 100 | 0,0051 | 0,0133 |
| Ejemplo 3 | Material PC III | Solución ácida del producto de la reacción de Mannich de resina de cresol novolac | | 100 | 0,0053 | 0,0095 |
| Ejemplo 4 | Material PC II+ Fixer Ju 648 | Mezcla de Material PC II y solución 50 % en masa de producto de condensación de alquilamina-epiclorohidrina (sal cuaternaria catiónica poliamina) (peso molecular medio ponderado de 30.000 a 100.000); Material PC II: producto de condensación = 100:50 (relación en masa de ingrediente activos) | | 100:50 | 0,0051 | 0,0073 |
| Ejemplo Comparativo 2 | Kuristuck B100 | Kurita Water Industries Ltd. | Solución de 8 % en masa de resina de melamina | 100 | 0,0208 | 0,0185 |
| Ejemplo Comparativo 3 | Fixer Ju 614 | Kurita Water Industries Ltd. | Producto de condensación de alquilaminaepiclorohidrina (sal cuaternaria catiónica poliamina) Solución de 50 % en masa (peso molecular medio ponderado de 100.000 a 300.000) | 100 | 0,0460 | 0,0357 |
| Ejemplo Comparativo 4 | Mistron Vapor | Nihon Mistron Co., Ltd. | Talco en polvo | 200 | 0,0435 | 0,0248 |
| Ejemplo Comparativo 5 | Resina fenólica separada del material PC I ajustando el pH a 6 con ácido clorhídrico (residuo de filtración) | | | 100 | 0,0442 | 0,0293 |
| Ejemplo Comparativo 6 | Resina fenólica separada del Material PC II ajustando el pH a 6 con ácido clorhídrico (residuo de filtración) | | | 100 | 0,0437 | 0,0272 |

Se puede deducir de la Tabla 1, que los Ejemplos 1 a 4 en los que se incluyeron respectivamente los materiales PC I, II y III presentaron una menor cantidad de pitch adherido y un efecto preventivo mayor de los problemas asociados al pitch en comparación con el Ejemplo comparativo 1 en el que no se añadió el supresor de formación de pitch y con los Ejemplos comparativos 2 a 6 en los que se utilizaron otras sustancias químicas distintas a las de la presente invención.

5

Por otra parte, a un pH 9, se puede observar que el efecto preventivo de los problemas asociados con pitch es alto al utilizar simultáneamente el polímero catiónico.

10

(2) Equipo de prueba real 1

En esta prueba se demuestra los ejemplos que sirven para prevenir los problemas asociados con pitch mediante la adición del supresor de formación de pitch a la suspensión de materia prima de pulpa.

<Ejemplo 5>

Esta prueba se realizó en la fábrica para la fabricación de papel base de una caja de cartón.

5 (Condiciones de funcionamiento de la prueba)

10 En la fábrica para fabricar el papel base, se utilizaron pulpa de papel craft y papel de caja de cartón como materias primas para el mismo, que habían sido tratados utilizando la sustancia química del Ejemplo comparativo 2; cuando se aumentó la relación de mezclado del papel de caja de cartón utilizada de 50 % en masa a 80 % en masa para los fines de la prueba, se adhirió el pitch al aparato en el proceso de secado y después se transfirió al producto, de manera que se adhirieron manchas de pitch con un diámetro de 2 mm o más causando así el deterioro de la calidad del producto. Por tanto, antes y después de que la relación de mezclado del papel de cartón utilizado aumentara de 50 % en masa a 80 % en masa, el componente de la sustancia adherida cambió de pitch de resina a pitch hidrófoba derivada de la sustancia pegajosa del papel usado.

15 (Adición de sustancias químicas)

20 En las condiciones de funcionamiento que se han mencionado, se añadió el supresor de formación de pitch presentado en la Tabla 1, de modo que la concentración del ingrediente activo fuera la que se muestra en la Tabla 2. A continuación, se hizo el recuento del número de manchas de pitch con un diámetro de 2 mm o mayor que se adhirieron al producto producido durante un período de 1 hora. En la Tabla 2 se muestran los resultados.

<Ejemplos comparativo 7>

25 Se repitió el mismo procedimiento que el del Ejemplo 5 con la excepción de que no se añadió el supresor de la formación de pitch. En la Tabla 2 se muestran los resultados.

<Ejemplos comparativos 8 y 9>

30 Se repitió el mismo procedimiento que el del Ejemplo 5 con la excepción de que el supresor de formación de pitch y la concentración del ingrediente activo se cambiaron tal como se muestra en la Tabla 2. En la Tabla 2 se muestran estos resultados.

[Tabla 2]

| | Supresor de formación de pitch | | | | Número de manchas de pitch (manchas de pitch/ hora) |
|-----------------------|--------------------------------|--|--|--|---|
| | Tipo | Fabricante | Tipo de ingrediente activo | Concentración de ingrediente activo (g/1.000-kg pulpa) | |
| Ejemplo Comparativo 7 | Blanco | -- | -- | -- | 22,3 |
| Ejemplo 5 | Material PC II | Solución alcalina de resina fenólica de reacción secundaria de Resitop PSM-6358 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) | | 100 | 4,4 |
| Ejemplo Comparativo 8 | Kuristuck B100 | Kurita Water Industries Ltd. | Solución 8 % en masa de resina de melamina | 100 | 10,5 |
| Ejemplo Comparativo 9 | Fixer Ju 614 | Kurita Water Industries Ltd. | Producto de condensación de alquilamina-epiclorohidrina (sal cuaternaria catiónica poliamina) Solución de 50 % en masa | 100 | 13,2 |

35 Se puede deducir de la Tabla 2 que el tratamiento presentado en el Ejemplo 5 en el que se utilizó Material PC II pudo disminuir el número de machas de pitch en el producto en comparación con el tratamiento presentado en el Ejemplo comparativo 7 en el que no se utilizó la sustancia química y con el tratamiento presentado en los Ejemplos comparativos 8 y 9, en los que se utilizaron otras sustancias químicas.

(3) Equipo de prueba real 2

En esta prueba se demuestra los ejemplos en los que se pudieron prevenir los problemas asociados con el pitch al añadir el supresor de formación de pitch al agua de rociado del aparato para fabricación de papel evitando así la obstrucción del aparato.

<Ejemplo 6>

Se llevó a cabo la prueba en una fábrica para fabricar el papel base a partir de papel de una caja de cartón. En esta fábrica, se utilizó el papel de caja de cartón como materia prima, en donde las manchas de pitch hidrófobas derivadas de la sustancia pegajosa en el papel utilizado se había adherido al alambre y el fieltro y, especialmente, al rodillo de la parte de prensa, por lo que estas manchas de pitch se habían transferido al papel causando defectos en la frecuencia de 1,5 defectos/10-kg y, por tanto, esto había causado el deterioro de la calidad del producto y la productividad.

Por lo tanto, se añadió el Material PC II al agua de adición para el doctor agua del rodillo con la cantidad de 100 mg por 1 litro del agua de rociado; como resultado, no hubo adherencia en el rodillo de prensado reconocida, con lo cual se pudo reducir la generación de defectos a 0,4 defectos/10-km, de manera que se mejoró la calidad de producto, así como su productividad.

(4) Prueba de simulación 2

Utilizando la suspensión espesa de la fábrica de fabricación de papel como muestra, se llevó a cabo la siguiente prueba.

Se llevó a cabo esta prueba para confirmar los efectos de eliminación de pitch y la tinta en el proceso de flotación del proceso de tratamiento de papel usado. En comparación con la prueba de la muestra en blanco en la que no se añadió sustancia química, si la concentración de pitch y la concentración de tinta son bajas en la suspensión tras la flotación, la blancura es mayor y la concentración de tinta en la espuma es más alta, se evalúa que el supresor de formación de pitch tiene un efecto superior para eliminar el pitch y la tinta de la suspensión por adherencia a las espumas.

<Mediciones>

Entre tanto, se realizaron las mediciones tal como se muestra a continuación.

(Concentración de las materias suspendidas en la suspensión de pulpa tras el proceso de flotación)

Se midió la concentración de materias suspendidas en la suspensión de pulpa tras el proceso de flotación a través del método de acuerdo con JIS K0102.

(Concentración del pitch en la suspensión del proceso de flotación)

Se evaporó la suspensión de pulpa extraída del proceso de flotación a sequedad y, a continuación, se llevó a cabo la extracción Soxhlet utilizando diclorometano. Se calculó la concentración del pitch (adhesivo, resina sintética, etc., que se mezclaron con la pulpa) desde la masa extraída. Al mismo tiempo, cuanto más bajo es la concentración de pitch, más alta es la evaluación.

(Concentración de la tinta de la suspensión en la espuma tras el proceso de flotación).

Se añadió sulfato de aluminio a la suspensión de pulpa y la espuma que se extrajeron después del proceso de flotación hasta que dejó de tener lugar la reacción de aglomeración; a continuación, se prepararon dos láminas de pulpa para evaluación utilizando la máquina laminadora TAPPI a través de método de acuerdo con JIS P8209. Se midió la blancura de cada una de las láminas de pulpa así obtenidas utilizando un medidor de blancura Hunter a través del método de acuerdo con JIS P8123. Se realizó la medición de la blancura en 5 puntos en cada lámina y se tomó el valor promedio como la blancura.

Por separado, se prepararon dos láminas de pulpa para la curva de calibración de manera similar al método expuesto añadiendo la cantidad indicada de tinta a la suspensión de pulpa virgen. Se midió la blancura de cada una de las láminas de pulpa así obtenidas de manera similar al método expuesto y se obtuvo la curva de calibración de la cantidad de tinta frente a la blancura.

A continuación, se obtuvo la cantidad de tinta de la blancura de cada una de las láminas de pulpa mencionadas para su evaluación utilizando dicha curva de calibración. Se obtuvo la concentración de tinta dividiendo esta cantidad de tinta por el volumen de la suspensión de pulpa o la espuma; habiéndose extraído cada una de ellas para la preparación de la lámina. Al utilizar este valor, se obtuvo el porcentaje en masa de la concentración de tinta para

cada concentración sólida. Al mismo tiempo, cuanto más baja fue la concentración de tinta en la suspensión tras el proceso de flotación más alta es la evaluación; y también cuanto más alta es la concentración de tinta en la espuma, más alta es la evaluación.

5 (Blancura de la lámina de pulpa preparada de la suspensión tras el proceso de flotación)

Se prepararon dos láminas de pulpa a partir de la suspensión de pulpa extraída después del proceso de flotación para medir la blancura utilizando una máquina limpiadora TAPPI a través del método de acuerdo con JIS P8209. Se midió la blancura de cada una de las láminas de pulpa utilizando el medidor de blancura Hunter a través del método de acuerdo con JIS P8123. Se llevó a cabo la medición de la blancura en 5 puntos en cada una de las láminas y se tomó el valor promedio de ellos como la blancura.

<Ejemplos 7 a 10>

15 En la pulpa del proceso de fabricación de papel usado en el que se llevó a cabo el tratamiento de destintado utilizando periódicos y papeles de folletos como materia prima para el papel, se utilizó agua original del primer flotador como muestra (en concreto, la suspensión antes del proceso de flotación).

20 Después de añadir 5 litros de dicha muestra y el supresor de formación de pitch, tal como se muestra en la Tabla 3, de manera que la concentración del ingrediente activo fuera como se indica en la Tabla 2, se agitó esta mezcla durante 30 segundos en un flotador MT de tipo pequeño (fabricado por IHI Machinery y Furnace Co., Ltd.). A continuación, se llevó a cabo el tratamiento de flotación durante 3 minutos con un caudal de aire de 3 l/minuto. En la tabla 3 se muestran los resultados.

25 Al mismo tiempo, el Material PC II y Material PC III presentado en la Tabla 3 fueron los preparados en el Ejemplo 2 y el Ejemplo 3, respectivamente.

<Ejemplos comparativo 10>

30 Se repitió el mismo procedimiento que el del Ejemplo 7 con la excepción de que no se utilizó ningún supresor de formación de pitch. En la Tabla 3 se muestran los resultados.

<Ejemplos comparativos 11 a 18>

35 Se llevó a cabo el mismo procedimiento que el del Ejemplo 7 con la excepción de que se cambiaron el supresor de formación de pitch y la concentración del ingrediente activo contenidos en él, tal como se muestra en la Tabla 3. Estos resultados se muestran en la Tabla 3.

40

[Tabla 3]

Tabla 3

| | Supresor de formación de pitch | | Suspensión tras el tratamiento de flotación | | | | Espuma Concentración de tinta |
|------------|---|--|---|------------------------|------------------------|------|-------------------------------------|
| | Concentración de ingrediente activo en solución acuosa de muestra | Concentración de ingrediente activo por cada pulpa | Concentración de materias suspendidas | Concentración de Pitch | concentración de tinta | | |
| | mg/l | g/1,000-kg pulpa | mg/l | mg/l | mg/l | mg/l | mg/l |
| Ejemplo 10 | 0 | 0 | 7129 | 242 | 30,30 | 59,0 | 89 |
| Ejemplo 7 | 5 | 450 | 7086 | 227 | 27,10 | 61,3 | 95 |
| Ejemplo 8 | 10 | 900 | 6952 | 212 | 24,70 | 61,6 | 100 |
| Ejemplo 9 | 5 | 450 | 7100 | 230 | 27,40 | 61,8 | 95 |
| Ejemplo 0 | 10 | 900 | 7013 | 222 | 25,10 | 62,2 | 99 |
| Ejemplo 11 | 5 | 450 | 7130 | 246 | 30,60 | 59,2 | 88 |
| Ejemplo 12 | 10 | 900 | 7121 | 250 | 31,00 | 59,1 | 89 |
| Ejemplo 13 | 20 | 1800 | 7075 | 250 | 29,00 | 58,3 | 90 |
| Ejemplo 14 | 40 | 3600 | 6800 | 255 | 33,00 | 58,2 | 87 |
| Ejemplo 15 | 20 | 1800 | 6901 | 250 | 29,80 | 59,3 | 88 |
| Ejemplo 16 | 40 | 3600 | 6710 | 258 | 34,50 | 57,8 | 86 |
| Ejemplo 17 | 5 | 450 | 7133 | 245 | 30,50 | 58,9 | 88 |
| Ejemplo 18 | 10 | 900 | 7138 | 243 | 30,90 | 58,7 | 87 |

(*1) Zeta Ace P-702 (poli-DADMAC (dialil dimetil cloruro de amonio); peso molecular medio ponderado de 3.000.000; fabricado por Kurita Water Industries, Ltd.)
 (*2) Fixer Ju 614 (producto de condensación de aquilamina-epiclorohidrina; 50 % solución acuosa; peso molecular medio ponderado de 100.000 a 300.000; fabricado por Kurita Water Industries, Ltd.)

En comparación con los Ejemplos comparativos 11 a 16, en los Ejemplos 7 a 10, la concentración de pitch y la concentración de tinta de la suspensión tras el tratamiento de flotación son menores y también la blancura de la lámina de pulpa obtenida fue mayor.

- 5 Por otra parte, tal como se muestra en los Ejemplos comparativos 11 a 16, cuando la cantidad de adición del supresión de formación de pitch en cada uno de los Ejemplos comparativos es reducida, no hay diferencia con el caso en el que no se añade (Ejemplo comparativo 10) y, por otra parte, cuando se aumenta la concentración del ingrediente activo en el supresor de formación de pitch en los ejemplos comparativos, aumenta la concentración de tinta en la suspensión tras el tratamiento de flotación reduciéndose así la blancura de la lámina de pulpa obtenida
- 10 con el mismo. Puede presuponerse que la razón de esto es que estos supresores de formación de pitch en los Ejemplos comparativos son catiónicos y por tanto fijan el pitch y la tinta a las fibras de pulpa que tienen un carácter aniónico. Tal como se ha explicado, está claro que los supresores de formación de pitch de la presente invención expresan efectos excelentes.
- 15 Por otra parte, tal como se muestran en los Ejemplos comparativos 17 y 18, incluso aunque se añada la resina fenólica como un sólido, en comparación con el caso en el que no se añade (Ejemplo comparativo 10) no hubo cambios en la concentración de pitch, la concentración de tinta y la blancura. Por consiguiente, se puede deducir que el supresor de formación de pitch de la presente invención puede expresar su efecto superior porque se encuentra en forma de solución.

20 (5) Prueba de simulación 3

Esta prueba sirve para evaluar la concentración de materias suspendidas en la suspensión de pulpa en donde el supresor de formación de pitch puede funcionar de forma más eficaz. Cuando la turbiedad es menor y la tasa de eliminación de turbiedad es más alta en comparación con el caso en el que no se añade la sustancia química, se evalúa que el pitch se fija a las fibras más de manera que el efecto de la sustancia química es mayor.

25

<Ejemplos 11 a 34>

- 30 Se rompió una lámina LBKP disponible en el mercado por bateado en 200 ml de CSF (Canadian standard freeness) utilizando una batidora Niagara L23 (fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.) para obtener una suspensión de pulpa que fue diluida con el tampón fosfato cuyo pH fue ajustado a 6,5 para obtener la suspensión de pulpa para analizarla diluida a una concentración de 0,5 %.
- 35 Se añadió a 180 ml de esta suspensión de pulpa para su análisis Regitex A-6001 (fabricado por Regitex Co., Ltd.) como pitch de simulación, de manera que la concentración pudiera llegar a 100 mg/l para cada una de las suspensiones y, a continuación, se agitó esta solución mixta a 800 rpm con una mezcladora manual durante 10 segundos. A continuación, se añadió cada uno de los materiales PC I, II y IV a IX, tal como se muestra en la Tabla 4 a dicha solución mixta, de manera que la concentración del ingrediente activo incluido en ellas pudiera ser 20 mg/l,
- 40 50 mg/l y 100 mg/l, respectivamente, y, a continuación, se agitó cada una de las soluciones resultantes durante 30 segundos más. Después, filtró esta solución por filtración por succión con un papel de filtro que tenía un diámetro de poro de 1 µm, se midió la turbiedad del filtrado según el modo habitual utilizando un medidor de turbiedad de tipo portátil 2100P (fabricado por HACH Company); y se evaluó la tasa de eliminación de la turbiedad con la siguiente ecuación (1). En la Tabla 5 se muestran estos resultados. La tasa de eliminación de turbiedad es en proporción con la disminución de la cantidad del pitch de simulación en el filtrado; y esto significa que cuando la tasa de eliminación de turbiedad es más alta, más cantidad de pitch de simulación se fija en las fibras de pulpa mediante esta sustancia química en particular.
- 45

50
$$\text{Tasa de eliminación de turbiedad} = \frac{[(\text{turbiedad sin adición de sustancia química}) - (\text{turbiedad del Ejemplo})]}{(\text{turbiedad sin adición de sustancia química})} \times 100 \% \quad (1)$$

<Ejemplos comparativo 19>

Se repitió el mismo procedimiento que el de los Ejemplos 11 a 34 con la excepción de que no se añadió el supresor de formación de pitch. En la Tabla 5 se muestran los resultados.

55

<Ejemplos 35 a 58>

60 Se rompió una lámina LBKP disponible en el mercado por bateado en 200 ml de CSF (Canadian standard freeness) utilizando una batidora Niagara L23 (fabricado por Toyo Seiki Seisaku-sho, Ltd.) para obtener una suspensión de pulpa que fue diluida con el tampón fosfato cuyo pH fue ajustado a 6,5 para obtener la suspensión de pulpa para analizarla diluida a una concentración de 0,5 %.

65 Se añadió a 180 ml de esta suspensión de pulpa para su análisis Regitex A-6001 (fabricado por Regitex Co., Ltd.) como pitch de simulación, de manera que la concentración pudiera llegar a 100 mg/l para cada una de las suspensiones y, a continuación, se agitó esta solución mixta a 800 rpm con una mezcladora manual durante 10

segundos. A continuación, se añadió cada uno de los materiales PC I, II y IV a IX, tal como se muestra en la Tabla 4 a dicha solución mixta, de manera que la concentración del ingrediente activo incluido en ellas pudiera ser 20 mg/l, 50 mg/l y 100 mg/l, respectivamente, y, a continuación, se agitó cada una de las soluciones resultantes durante 30 segundos. A continuación, se diluyó esta solución con agua del grifo de manera que se pudiera obtener una suspensión con una concentración de 0,5 %. Después de esto, se filtró por filtración por succión con un papel de filtro que tenía un diámetro de se midió la turbiedad del filtrado según el modo habitual utilizando un medidor de turbiedad de tipo portátil 2100P (fabricado por HACH Company); y se evaluó la tasa de eliminación de la turbiedad con la siguiente ecuación (1). En la Tabla 5 y la Tabla 6 se muestran estos resultados. La tasa de eliminación de turbiedad es en proporción con la disminución de la cantidad del pitch de simulación en el filtrado; y esto significa que cuando la tasa de eliminación de turbiedad es más alta, más cantidad de pitch de simulación se fija en las fibras de pulpa mediante esta sustancia química en particular.

<Ejemplos comparativo 20>

15 Se repitió el mismo procedimiento de los Ejemplos 35 a 58 con la excepción de que no se añadió el supresor de formación de pitch. En la Tabla 5 se muestran los resultados.

<Ejemplos 59 a 82>

20 Se repitió el mismo procedimiento de los Ejemplos 35 a 58 con la excepción de que se diluyó la suspensión de pulpa con el tampón fosfato que tenía pH 6,5 de manera que la concentración fuera 2,0 % en masa. En la Tabla 6 se muestran los resultados.

<Ejemplos comparativo 21>

25 Se repitió el procedimiento de los Ejemplos 59 a 82 con la excepción de que no se añadió el supresor de formación de pitch. En la Tabla 5 se muestran los resultados.

[Tabla 4]

30

Tabla 4 Lista de supresores de formación de pitch

| Supresor de formación de pitch | |
|--------------------------------|---|
| Tipo | Tipo de ingrediente activo |
| Material PC I | Solución alcalina de Resitop PSM-4324 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) |
| Material PC II | Solución alcalina de resina fenólica de reacción secundaria de Resitop PSM-6358 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) |
| | Solución ácida de Producto de reacción de Mannich de resina cresol novolac |
| Material PC IV | Solución alcalina de resina fenólica purificada por separación de Resitop PSM-6358 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) |
| Material PC V | Solución alcalina de resina cresol novolac |
| Material PC VI | Solución alcalina de resina de cresol de reacción secundaria de resina cresol novolac |
| Material PC VII | Solución alcalina de resina de cresol purificada por separación de resina cresol novolac |
| Material PC VIII | Solución alcalina de Producto de reacción de Mannich de Resitop PSM-4324 (resina fenólica novolac; fabricado por Gunei Chemical Industry Co., Ltd.) |
| Material PC IX | Solución alcalina de Producto de reacción de Mannich de resina cresol novolac |

[Tabla 5]

35

Tabla 5 Resultados de prueba de simulación 3

| | Concentración de materias suspendidas (%) | Supresor de formación de pitch | Concentración de ingrediente activo en la solución preparada (mg/l) | Turbiedad (NTU) | Tasa de eliminación de turbiedad (%) |
|------------------|---|--------------------------------|---|-----------------------|--------------------------------------|
| | | | | Filtrado de 1 µm poro | Filtrado de 1 µm poro |
| Ejemplo Comp. 19 | 0,5 | - | 0 | 48,2 | 0,0 |
| Ejemplo Comp. 20 | 1,0 | - | 0 | 41,8 | 0,0 |
| Ejemplo Comp. 21 | 2,0 | - | 0 | 37,92 | 0,0 |
| Ejemplo 11 | 0,5 | Material PC I | 20 | 21,0 | 56,4 |

ES 2 716 054 T3

| | | | | | |
|------------|-----|------------------|-----|------|------|
| Ejemplo 12 | 0,5 | | 50 | 9,6 | 80,2 |
| Ejemplo 13 | 0,5 | | 100 | 4,6 | 90,4 |
| Ejemplo 14 | 0,5 | Material PC II | 20 | 15,7 | 67,4 |
| Ejemplo 15 | 0,5 | | 50 | 5,1 | 89,4 |
| Ejemplo 16 | 0,5 | | 100 | 1,9 | 96,1 |
| Ejemplo 17 | 0,5 | Material PC IV | 20 | 15,9 | 67,0 |
| Ejemplo 18 | 0,5 | | 50 | 5,5 | 88,6 |
| Ejemplo 19 | 0,5 | | 100 | 2,6 | 94,6 |
| Ejemplo 20 | 0,5 | Material PC V | 20 | 17,8 | 63,1 |
| Ejemplo 21 | 0,5 | | 50 | 6,8 | 86,0 |
| Ejemplo 22 | 0,5 | | 100 | 4,0 | 91,7 |
| Ejemplo 23 | 0,5 | Material PC VI | 20 | 17,8 | 63,1 |
| Ejemplo 24 | 0,5 | | 50 | 4,8 | 90,0 |
| Ejemplo 25 | 0,5 | | 100 | 2,7 | 94,4 |
| Ejemplo 26 | 0,5 | Material PC VII | 20 | 13,8 | 71,4 |
| Ejemplo 27 | 0,5 | | 50 | 4,5 | 90,8 |
| Ejemplo 28 | 0,5 | | 100 | 1,8 | 96,3 |
| Ejemplo 29 | 0,5 | Material PC VIII | 20 | 22,1 | 54,1 |
| Ejemplo 30 | 0,5 | | 50 | 6,5 | 86,5 |
| Ejemplo 31 | 0,5 | | 100 | 4,1 | 91,5 |
| Ejemplo 32 | 0,5 | Material PC IX | 20 | 19,0 | 60,6 |
| Ejemplo 33 | 0,5 | | 50 | 9,0 | 81,4 |
| Ejemplo 34 | 0,5 | | 100 | 3,6 | 92,5 |
| Ejemplo 35 | 1,0 | Material PC I | 20 | 31,0 | 25,8 |
| Ejemplo 36 | 1,0 | | 50 | 24,6 | 41,1 |
| Ejemplo 37 | 1,0 | | 100 | 14,2 | 65,9 |
| Ejemplo 38 | 1,0 | Material PC II | 20 | 20,6 | 50,7 |
| Ejemplo 39 | 1,0 | | 50 | 11,7 | 72,1 |
| Ejemplo 40 | 1,0 | | 100 | 4,3 | 89,7 |
| Ejemplo 41 | 1,0 | Material PC IV | 20 | 21,2 | 49,3 |
| Ejemplo 42 | 1,0 | | 50 | 11,9 | 71,6 |
| Ejemplo 43 | 1,0 | | 100 | 5,7 | 86,5 |
| Ejemplo 44 | 1,0 | Material PC V | 20 | 20,6 | 50,7 |
| Ejemplo 45 | 1,0 | | 50 | 10,7 | 74,4 |
| Ejemplo 46 | 1,0 | | 100 | 7,3 | 82,6 |
| Ejemplo 47 | 1,0 | Material PC VI | 20 | 19,9 | 52,4 |
| Ejemplo 48 | 1,0 | | 50 | 12,9 | 69,2 |
| Ejemplo 49 | 1,0 | | 100 | 5,3 | 87,3 |
| Ejemplo 50 | 1,0 | Material PC VII | 20 | 17,7 | 57,7 |
| Ejemplo 51 | 1,0 | | 50 | 8,4 | 80,0 |
| Ejemplo 52 | 1,0 | | 100 | 3,8 | 90,8 |

[Tabla 6]

Tabla 6 Resultados de prueba de simulación 3

| | Concentración de materias suspendidas (%) | Supresor de formación de pitch | Concentración de ingrediente activo en la solución preparada (mg/l) | Turbiedad (NTU) | Tasa de eliminación de turbiedad (%) |
|------------|---|--------------------------------|---|-----------------------|--------------------------------------|
| | | | | Filtrado de 1 µm poro | Filtrado de 1 µm poro |
| Ejemplo 53 | 1,0 | Material PC VIII | 20 | 39,8 | 4,8 |
| Ejemplo 54 | 1,0 | | 50 | 22,8 | 45,5 |
| Ejemplo 55 | 1,0 | | 100 | 6,2 | 85,2 |
| Ejemplo 56 | 1,0 | Material PC IX | 20 | 29,6 | 29,2 |
| Ejemplo 57 | 1,0 | | 50 | 23,2 | 44,5 |
| Ejemplo 58 | 1,0 | | 100 | 13,9 | 66,7 |
| Ejemplo 59 | 2,0 | Material PC I | 20 | 39,72 | 0,0 |
| Ejemplo 60 | 2,0 | | 50 | 57,2 | 0,0 |
| Ejemplo 61 | 2,0 | | 100 | 68 | 0,0 |
| Ejemplo 62 | 2,0 | Material PC II | 20 | 19,28 | 49,2 |
| Ejemplo 63 | 2,0 | | 50 | 14,88 | 60,8 |
| Ejemplo 64 | 2,0 | | 100 | 23,64 | 37,7 |
| Ejemplo 65 | 2,0 | Material PC IV | 20 | 20,84 | 45,0 |

ES 2 716 054 T3

| | | | | | |
|------------|-----|------------------|-----|-------|------|
| Ejemplo 66 | 2,0 | | 50 | 23,4 | 38,3 |
| Ejemplo 67 | 2,0 | | 100 | 30,2 | 20,4 |
| Ejemplo 68 | 2,0 | Material PC V | 20 | 22,92 | 39,6 |
| Ejemplo 69 | 2,0 | | 50 | 22,72 | 40,1 |
| Ejemplo 70 | 2,0 | | 100 | 31,52 | 16,9 |
| Ejemplo 71 | 2,0 | Material PC VI | 20 | 18,2 | 52,0 |
| Ejemplo 72 | 2,0 | | 50 | 14,8 | 61,0 |
| Ejemplo 73 | 2,0 | | 100 | 20,64 | 45,6 |
| Ejemplo 74 | 2,0 | Material PC VII | 20 | 13,04 | 65,6 |
| Ejemplo 75 | 2,0 | | 50 | 11,56 | 69,5 |
| Ejemplo 76 | 2,0 | | 100 | 12,76 | 66,4 |
| Ejemplo 77 | 2,0 | Material PC VIII | 20 | 58,4 | 0,0 |
| Ejemplo 78 | 2,0 | | 50 | 56,4 | 0,0 |
| Ejemplo 79 | 2,0 | | 100 | 34,2 | 9,8 |
| Ejemplo 80 | 2,0 | Material PC IX | 20 | 53,6 | 0,0 |
| Ejemplo 81 | 2,0 | | 50 | 23,6 | 37,8 |
| Ejemplo 82 | 2,0 | | 100 | 7,36 | 80,6 |

En la prueba de simulación 3, cuando la concentración de las materias suspendidas en la suspensión es inferior, la tasa de eliminación de turbiedad es más alta, de manera que el efecto de fijación del pitch de simulación a la sustancia química y a las fibras de pulpa es mayor.

5

[Aplicación industrial]

El supresor de formación de pitch utilizado de acuerdo con la presente invención puede suprimir y prevenir eficazmente los problemas asociados al pitch, como puntos extraños y defectos en el papel, rotura del papel y reducción de la funcionalidad en el proceso de fabricación del papel.

10

REIVINDICACIONES

1. El uso de una composición que comprende una solución alcalina en la que se disuelven una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada o una solución ácida en la que se disuelven una resina fenólica y/o una resina fenólica modificada, como supresor de la formación de pitch,
 5 en donde la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada son al menos una resina seleccionada entre una resina fenólica novolac, una resina fenólica resol, una resina fenólica modificada y una resina fenólica de reacción secundaria, que se obtienen por reacción secundaria de estas resinas como resinas de materia prima, en donde la resina fenólica de reacción secundaria es una resina que se obtiene por adición de un aldehído a una
 10 solución alcalina de la materia prima de resina haciendo reaccionar así el aldehído con la resina materia prima, en donde la resina fenólica modificada es un producto de una reacción de Mannich entre un fenol y/o una resina fenólica con una amina y un aldehído, en donde la resina fenólica novolac es la resina fenólica que se obtiene por reacción de un fenol con un aldehído en presencia de un catalizador ácido; y la resina fenólica resol es una resina fenólica que se obtiene por reacción de un
 15 fenol con un aldehído en presencia de un catalizador básico, en donde el fenol es al menos uno entre fenol, cada uno de los isómeros de cresol, cada uno de los isómeros de etil fenol, cada uno de los isómeros de xilenol, alquil fenoles, alquil fenoles insaturados, fenoles policíclicos aromáticos, fenoles polivalentes e hidroquinona.
- 20 2. El uso de una composición como supresor de la formación de pitch de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el pH del supresor de la formación de pitch está en el intervalo de 1 a 5 en el caso de que se utilice la solución ácida.
3. El uso de una composición como supresor de la formación de pitch de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el pH del supresor de la formación de pitch está en el intervalo de 8 a 14 en el caso de que se utilice la solución
 25 alcalina.
4. El uso de una composición como supresor de la formación de pitch de acuerdo con la reivindicación 1, en donde el peso molecular de la resina fenólica y/o la resina fenólica modificada está en el intervalo de 1.000 a 60.000.
- 30 5. Un método para suprimir la formación de pitch, en donde se añade el supresor de la formación de pitch de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 en un proceso de fabricación de papel.
6. El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con la reivindicación 5, en donde se utiliza un polímero catiónico simultáneamente con el supresor de la formación de pitch.
 35
7. El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con las reivindicaciones 5 o 6, en donde se añade el supresor de la formación de pitch a al menos uno seleccionado entre una pulpa química, una pulpa mecánica y una pulpa de papel usado en un proceso de fabricación de pulpa, una destructora y un filtro de disco en un proceso de recuperación de pulpa y un tanque de mezclado, un tanque mecánico, un depósito de siembra y una entrada en un
 40 proceso de fabricación de papel.
8. El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con la reivindicación 7, en donde se añade el supresor de la formación de pitch a agua de proceso en la que la concentración de materias suspendidas es del 1,0 % o menos en masa.
 45
9. El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, en donde se añade el supresor de la formación de pitch a un proceso de flotación y/o o un proceso antes de ello en un tratamiento de destintado de un proceso de fabricación de pulpa de papel usado en el proceso de fabricación de papel.
 50
10. Un método para fabricar pulpa destintada, en donde se añade el supresor de la formación de pitch de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 a una suspensión de pulpa en un proceso de destintado.
11. El método para suprimir la formación de pitch de acuerdo con las reivindicaciones 5 o 6, en donde se añade el
 55 supresor de la formación de pitch a al menos uno seleccionado entre un alambre, un fieltro, una lona, un rodillo y un rodillo de succión, entre otros aparatos.