

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



745941

19 ES	11 NUMERO	10 A1
	21	
	22 FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

P.- 62.453

Case 4117

30 PRIORIDADES		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
75/02720-1	11-3-75	Suecia
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	D21C	
64 TITULO DE LA INVENCION		
"UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR IMPUREZAS ORGANIZAS Y/O COLOI-DALES DE UNA DISPERSION ACUOSA O UNA SUSPENSION DE PASTA"		
71 SOLICITANTE (S)		
YTKEMISKA INSTITUTET y TIDNINGSPAPPERSBRUKENS FORSKNINGSLABORA-TORIUM		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Drottning Kristinas Väg 45 y Drottning Kristinas Väg 55 respecti-vamente, ambas en S-114 28 Estocolmo, Suecia.		
72 INVENTOR (ES)		
Dr. Kelvin Roberts y Barbro Margareta Thunfors de Stenqvist		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ		

P.- 62.453

1

5 Esta invención se refiere a un método para eliminar pequeñas partículas de impurezas y sustancias disueltas de una dispersión acuosa de pasta papelera. La invención se refiere en particular a un método para destinar papel de periódico impreso. En su aspecto más general, la invención se refiere a la extracción de sustancias disueltas, preferiblemente sustancias orgánicas y pequeñas partículas de impurezas, de una dispersión acuosa. La invención se describirá, en la Memoria descriptiva que sigue, en relación con el destintado de papel de periódico impreso, que es una realización preferida de la invención. Sin embargo, 15 los principios de la invención son aplicables a cualquier dispersión acuosa que contenga las impurezas antes citadas.

En los métodos hasta ahora conocidos para destinar papel de periódico impreso se emplea la producción de una pasta del papel en una disolución acuosa alcalina que 20 contiene silicato de sodio, un agente tensioactivo aniónico o no iónico y un agente blanqueante. La mezcla se calienta hasta 50-70°C bajo agitación para separar la tinta del papel en forma de una dispersión. Después de esto, la pasta puede separarse, o bien por tamizado, seguido de enjuagado 25 y prensado, con lo que se obtienen cantidades considerables de agua contaminada, o por flotación directa de la tinta a partir de la pasta por adición de un jabón, bien antes o después de la formación de la pasta, y posterior adición de una sal de calcio a la mezcla, con lo que precipita un jabón de 30 calcio, y ésta, juntamente con la tinta, puede separarse por

1 flotación. En este caso queda una mezcla de pasta de papel
y agua limpia. El problema del primer método es que se obtie-
nen grandes cantidades de agua muy contaminada, que es difí-
cil de limpiar. En general, esta agua tiene que depurarse
5 antes de poder verterla a ríos o lagos. Los costes de esta
depuración son considerables.

El problema del segundo método es que la flotación
con un jabón de calcio no es suficientemente selectiva, y
también se separan por flotación ciertas cantidades de fi-
10 bras de la pasta. Además, se ha descubierto que los grumos
de tinta se adhieren a las paredes, las tuberías y las ras-
quetas del aparato de destintado, y ésto requiere parar el
equipo aproximadamente 1 día por semana para su limpieza.
Además, estos grumos de tinta que se adhieren al equipo pue-
15 den deshacer y manchar la pasta destintada. Otro problema con
los métodos en los que se emplean dispersiones de alto pH a
altas temperaturas es que tiene lugar un desteñido (amari-
llecimiento) de la pasta, y ésto requiere la inclusión de sis-
temas de blanqueado químico relativamente costosos en el pro-
20 ceso de destintado.

Las tintas de papel de periódico impreso compren-
den dos tipos principales: la llamada tinta de tipografía y
la tinta de offset. Ambos tipos contienen aglutinantes, que
son compuestos orgánicos frecuentemente con grupos aniónicos,
25 y un aceite orgánico. Como partículas pigmentadoras se usa
principalmente negro de humo, con o sin un pigmento orgáni-
co, llamado también virador. Las tintas de imprimir coloreadas
contienen principalmente pigmentos orgánicos.

Esta invención se refiere a un método para destin-
30 tar pasta de papel, en el que se obtienen una pasta limpia y

1 agua limpia incolora como productos finales. Este método es
sencillo y relativamente barato, y puede realizarse en los
equipos de destintado ya existentes. Además, el método es
controlable. La invención es especialmente adecuada para
5 destintar papel de periódico impreso. Los procedimientos
existentes para destintar papel de periódico impreso se ba-
san en la dispersión de la tinta de las fibras mediante la
creación de un alto potencial superficial negativo, tanto
en las fibras de papel como en la tinta. Este se realiza por
10 adición de cantidades relativamente grandes de álcalis, ten-
sioactivos, agentes blanqueantes tales como peróxido de hi-
drógeno, y lo más frecuentemente, silicatos. Si ha de emplears
se un método de flotación, se añaden ácidos grasos y después
sales de calcio, y los jabones precipitados actúan como co-
15 lectores en la flotación.

Según la presente invención, se ha encontrado que
las sustancias disueltas o dispersas y/o impurezas en peque-
ñas partículas, pueden eliminarse de las dispersiones acu-
sas de modo eficaz. Esto se efectúa añadiendo al menos un
20 tensioactivo a las dispersiones acuosas, para la formación
de una disolución micelar de las sustancias orgánicas y/o
las impurezas en partículas, y precipitando después las mi-
celas y extrayendo el precipitado.

Una ventaja de usar este método de destintar es que
25 las condiciones de tratamiento para disolver la tinta del pa-
pel de periódico impreso son menos severas que los métodos
convencionales, en los que se dispersa la tinta en forma de
una emulsión finamente dispersa. Esto significa que el méto-
do de la presente invención puede usarse a menor pH y/o meno-
30 res temperaturas que los métodos hasta ahora descritos, y és

1 to reduce la tendencia de la pasta a amarillearse. Por con-
siguiente, otra ventaja es que no se necesita ninguna can-
tidad, o muy poca, de productos químicos blanqueantes, que
son costosos. Otra ventaja más es que las aguas residuales
5 de la instalación están casi exentas de productos químicos
contaminantes.

Las disoluciones micelares como tales, y el méto-
do de su preparación, se realizan de acuerdo con instruccio-
nes conocidas; véase, por ej. S. Friberg, L. Mandell y H.
10 Larsson, J. Colloid Interface Science, 29, 155 (1969), ó
S. Friberg. J. Am. Oil Chem. Soc. 48, 578 (1971). La for-
mación de disoluciones micelares es bastante diferente de
la formación de emulsiones.

La concentración a la que se forman micelas a par-
15 tir de tensioactivos en agua depende de la contribución re-
lativa de las porciones orgánicas hidrófobas y los grupos
polares de los tensioactivos. Estas propiedades son muy co-
nocidas por los expertos en la técnica, y la concentración
en agua a la que se forman las micelas está comprendida en-
20 tre menos de 10^{-6} molar y 10^{-1} molar, en función del tensioac-
tivo empleado. La cantidad de tensioactivos para una suspen-
sión de pasta dada para destintar puede determinarse fácil-
mente por medio de ensayos sencillos, según las reglas antes
citadas.

25 Según una realización de la presente invención, pri-
mero se deshace el papel en agua (se transforma en pasta), a
la que se añaden al menos dos tensioactivos, de los que uno
es aniónico y puede precipitarse por adición de al menos un
catión, y otro tiene la propiedad de formar un complejo con
30 el tensioactivo aniónico en una cantidad suficiente para la

1 formación de micelas que contiene el aceite y el aglutinan
te, tras lo cual las micelas formadas se precipitan por
adición de al menos un catión, y después el precipitado se
5 extrae por medio de técnicas conocidas, por ej. por flota-
ción, sedimentación, filtración o centrifugación. De este
modo se obtienen una pasta muy limpia y agua limpia. La
pasta puede separarse después del agua por tamizado y pren-
sado.

10 Según otra realización de la presente invención,
primero se deshace el papel en agua (se transforma en pas-
ta), a la que se añade uno o más tensioactivos a un valor
adecuado del pH, por ejemplo 8-10. Al menos uno de los ten-
sioactivos de la mezcla es de tal tipo que la carga del
15 tensioactivo cambia al cambiar el valor del pH, y al valor
de pH elegido para la formación de pasta, el tensioactivo
o tensioactivos es aniónico o no iónico. También puede aña-
dirse uno o varios tensioactivos aniónicos, disueltos en es-
te tensioactivo o mezcla de tensioactivos. La mezcla se ca-
lienta y se agita para obtener una dispersión coloidal de
20 partículas de tinta y una solubilización de aceite y aglu-
tinante en las micelas. Después, el pH de la mezcla puede
reducirse por adición de un ácido hasta el punto en que uno
de los tensioactivos se hace catiónico. Este pH depende del
tensioactivo específico usado, y en los casos normales el
25 pH ha de reducirse a 7 ó menos. A este pH tiene lugar la
precipitación de las micelas que contienen aceite, agluti-
nante y las partículas de tinta, y éstas pueden separarse
de la suspensión de pasta por medio de técnicas conocidas,
por ej. por flotación, sedimentación, filtración o centri-
30 fugación. De este modo se obtienen una pasta muy limpia y

1 agua limpia. La pasta puede separarse después del agua por tamizado y prensado.

5 Es posible separar la pasta por tamizado a partir de la mezcla alcalina de pasta, agua y micelas de tinta. En este caso se necesita una cierta cantidad de agua de enjuagado para enjuagar y limpiar la pasta del color precipitado. Por medio de una serie de enjuagados y prensados, la cantidad de agua de enjuagado puede mantenerse en un mínimo. Tras la separación de la pasta, el valor del pH de la mezcla de líquido de filtración y agua de enjuagado se reduce. En cuanto se obtiene un valor de pH que causa la protonización parcial del tensioactivo usado, por ej. una amina, tiene lugar una floculación de las micelas de tinta. Si se desea una floculación más rápida, el valor del pH puede reducirse a por ej. 5 ó menos, y añadirse un polímero de alto peso molecular. Los grumos obtenidos pueden separarse después fácilmente, bien por flotación o por sedimentación, filtración o centrifugación. No es deseable usar este procedimiento de floculación más rápida, en el que se añade un polímero de alto peso molecular, cuando no se ha separado previamente la pasta, ya que entonces la floculación será tan intensa y ocurrirá tan rápidamente que incluso pueden quedar retenidas fibras de papel en los grumos.

20 Se usan polímeros de alto peso molecular, preferiblemente desde $0,5 \times 10^6$ a 15×10^6 , para lograr una agregación rápida de las partículas. El proceso se llama floculación, y el polímero añadido, floculante. La elección de un polímero adecuado se hace de modo conocido por los expertos en la técnica.

30 En el sistema que se describe aquí se prefieren

1 los polímeros de carácter aniónico, porque las micelas pre-
cipitadas tienen una carga catiónica. Los polímeros anió-
nicos son en general más baratos que los catiónicos. Tam-
bién se pueden usar polímeros no iónicos.

5 El método descrito aquí para destintar papel im-
preso puede usarse también en otros casos en los que hay
que separar partículas dispersadas coloidalmente juntamen-
te con sustancias disueltas, a partir de una dispersión en
agua que contiene fibras o partículas mayores. También se
10 pueden eliminar las impurezas coloidales de una dispersión
acuosa por el método de la presente invención, ya que en
prácticamente todos los sistemas naturales las impurezas
naturales son de carácter aniónico, ya sean partículas o
sustancias orgánicas. Del mismo modo descrito anteriormen-
15 te, el pH se ajusta a un valor adecuado en la dispersión
que hay que depurar en presencia de un tensioactivo, de mo-
do que las impurezas coloidales se ponen en suspensión en
micelas de tensioactivo (por ej. forman una disolución mi-
celar).

20 Si han de separarse todas las sustancias disper-
sas de partículas en dispersión, es posible reducir des-
pués directamente el pH de la suspensión, o alternativa-
mente añadir al menos un catión y después añadir opcional-
mente un polímero, si ello es necesario para obtener una
25 floculación, o se requiere una floculación más rápida. Los
grumos pueden separarse después de la fase acuosa por cual-
quier técnica conocida, por ej. por flotación, sedimenta-
ción, filtración o centrifugación. Este procedimiento es
especialmente adecuado para la separación por flotación o
30 la sedimentación de impurezas sólidas o micelares disueltas

1 a partir de aguas residuales.

5 Si han de eliminarse impurezas en partículas de una dispersión de pasta, una posibilidad es formar grumos de micelas antes de la separación de la pasta, y después separar los grumos de la pasta y la disolución acuosa por flotación. En este caso no es adecuado añadir un polielectrolito, porque la formación de grumos y la flotación no son en este caso suficientemente selectivas, y llega incluso a separarse pasta por flotación.

10 Otra posibilidad es tamizar la pasta de la mezcla de pasta, agua y micelas que contienen partículas a un cierto valor de pH, enjuagar la pasta con agua, y después disminuir el valor del pH de la mezcla de líquido de filtración y agua de enjuagado, y posiblemente añadir un polielectrolito para lograr una formación de grumos más rápida. Estos
15 grumos pueden separarse de la disolución acuosa transparente(limpia), bien por flotación o por cualquier otro método conocido, tal como sedimentación.

20 Al añadir tensioactivos es necesario tener en cuenta que la cantidad añadida tiene que ser suficientemente grande para que se formen micelas según las referencias antes citadas, tanto si los tensioactivos son aniónicos como si son no iónicos.

El fundamento de la invención es el siguiente:

25 Al disolver un agente tensioactivo en agua, a una cierta concentración se forman las llamadas micelas. Estas consisten en agregados más o menos esféricos de moléculas de tensioactivo, en las que las partes hidrófobas de las moléculas apuntan hacia dentro, hacia el centro de la esfera,
30 y las regiones hidrófilas de las moléculas se orientan hacia

1 fuera, hacia la fase acuosa continua. En estas micelas es
posible disolver, por ej. partículas coloidales hidrófobas,
sustancias anfifílicas (anfóteras) o aceite. La intención
5 en esta invención es causar la precipitación de estas mi-
celas que contienen partículas de suciedad o tinta de im-
primir que han de separarse de la mezcla.

La precipitación, según uno de los aspectos, pue-
de efectuarse del siguiente modo. Las micelas tienen que
comprender entonces dos o más tensioactivos, dos de los cua-
10 les forman complejos entre sí. La adición de un catión cau-
sa entonces una precipitación del primer tensioactivo de la
micela y da lugar a la eliminación del otro, con el que for-
ma un complejo, juntamente con los demás componentes de la
micela.

15 La precipitación, según otro aspecto, se provoca
usando como moléculas tensioactivas uno o más tensioactivos
que, al valor original de pH de la disolución, son no ióni-
cos o aniónicos, y que al reducir el valor de pH, se hacen
catiónicos.

20 En cuanto a la tinta de impresión que contiene
uno de los llamados aglutinantes, que se carga negativamen-
te en disolución acuosa, inicialmente se obtiene una micela
negativa, tanto si se usa un tensioactivo no iónico como si
es aniónico. Cuando se reduce el valor del pH de la disolu-
25 ción o dispersión, las moléculas tensioactivas de las micle-
las van cargándose sucesivamente más positivamente. Como
las moléculas de tinta de las micelas están cargadas nega-
tivamente, tiene lugar una neutralización de la reacción,
y con ello una precipitación y aglomeración de las micelas.
30 Si el valor del pH se reduce aún más, se obtienen micelas

1 con una carga positiva neta. Al añadir a la mezcla una sus-
tancia cargada negativamente se efectúa una intensa aglome-
ración y precipitación de las micelas, juntamente con la
sustancia cargada negativamente. Como sustancia cargada ne-
5 gativamente puede emplearse de modo adecuado un material
polímero.

También es posible disolver inicialmente en las
micelas un tensioactivo aniónico, tal como un jabón de áci-
do graso o un jabón de ácido de colofonia. De este modo,
10 las micelas que contienen partículas son aniónicas, inde-
pendientemente de si las partículas o impurezas coloidales
que han de disolverse están cargadas negativamente o son
neutras. El valor del pH del sistema de estas micelas car-
gadas negativamente puede reducirse después, con lo que las
15 micelas se neutralizan, porque uno de los tensioactivos se
llega a cargar positivamente y las micelas flocculan y pre-
cipitan.

Cuando los grumos de micelas tienen que separar-
se por sedimentación, es ventajoso disolver en las micelas
20 originales, juntamente con los tensioactivos aniónicos o
en su lugar, un material polímero aniónico. Otra posibili-
dad es añadir a las micelas catiónicas acidificadas un ma-
terial polímero tal como un polielectrolito aniónico.

Cuando los grumos micelares tienen que separarse
25 por flotación, se puede añadir a las micelas catiónicas
acidificadas un tensioactivo aniónico tal como un jabón,
por ejemplo caprilato de sodio o estearato de sodio, un
laurilsulfato, un arilsulfonato, un alcohol- o aril-fosfato,
o un material polímero con grupos aniónicos, tal como un
30 poliacrilato o un poliestireno sulfonado. Cuando las miche-

1 las precipitadas tienen que separarse por flotación desde
una dispersión de partículas sólidas, se prefiere evitar el
uso de un material polímero, de modo que se logre una se-
lectividad. En algunos casos, sólo un material monómero da
5 selectividad.

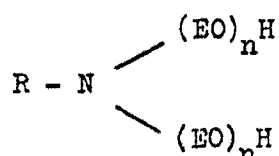
Como tensioactivo que en disolución ácida es ca-
tiónico, para destintar un papel de periódico impreso, es
ventajoso usar una amina primaria, secundaria o terciaria
de fórmula general $R_1R_2R_3N$, en la que al menos uno de los
10 grupos R es una cadena alifática o arílica o un grupo alco-
hilarilo, cadenas que pueden estar interrumpidas o susti-
tuídas con sustituyentes inertes que no interfieren, y pre-
feriblemente interrumpidas por oxígeno o azufre. En este
caso las cadenas alifáticas han de contener entre 5 y 35
15 átomos de carbono, y preferiblemente de 12 a 20 átomos de
carbono. Las cadenas pueden ser saturadas o no saturadas,
rectas o ramificadas. Son ejemplos de estas cadenas los gru-
pos decilo, dodecilo, tetradecil-hexadecilo y octadecilo,
o los grupos oleílo o linoleílo. Cuando R representa un
20 grupo arilo, puede representar, adecuadamente, fenilo, to-
luilo u orto-, meta- ó para-xililo. R como grupo alcoholari-
lo puede ser un grupo nonilfenilo. Los grupos R pueden ser
los mismos o diferentes grupos alcoholilo. Otros agentes ten-
sioactivos adecuados en estos sistemas son los correspon-
25 dientes arsenos, fosfenos y estilbenos, de fórmulas gene-
rales $R_1R_2R_3As$, $R_1R_2R_3P$ y $R_1R_2R_3Sb$, en las que R_1 , R_2 y R_3
tienen los significados dados anteriormente. R_1 , R_2 y R_3
pueden representar incluso hidrógeno, aunque al menos uno
de los grupos tiene que representar una cadena alifática,
30 una cadena arílica o una cadena alcoholilarílica, con los sig

1 nificados anteriores. Los grupos R pueden representar además poli(óxido de etileno), $\text{HO}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n\text{H}$ ó polidimetilsiloxano $(\text{MeSiO})_n$. Se conocen otras combinaciones y variaciones. En la invención se usan preferiblemente aminas con la fórmula

5 la general R_1NH_2 , $(\text{R})_2\text{NH}$, $\text{RN}(\text{CH}_3)_2$, donde R consta de un grupo alcoholilo o alquenilo que contiene de 8 a 20 átomos de carbono, $\text{RO}(\text{CH}_2)_3\text{NH}_2$, donde R es un grupo alcoholilo que contiene de 6 a 18 átomos de carbono, y/o anfóteros de fórmula general $\text{R-NH}_2^+(\text{CH}_2)_n-\text{COO}^-$, donde R consiste en un grupo

10 alcoholilo o alquenilo que contiene de 8 a 20 átomos de carbono, juntamente con derivados de polioxietileno o polioxipropileno de las aminas o los agentes anfóteros que contienen de 4 a 40 grupos oxialcoholilo. Son especialmente adecuados los tensioactivos de fórmula

15

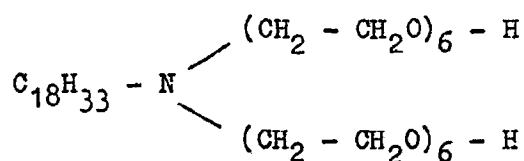


en la que R representa un grupo oleílo y EO representa un

20 grupo $(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})$, y n representa, adecuadamente, de 2 a 20, y preferiblemente 2, 4 ó 6. Uno o más de los grupos R antes nombrados puede contener grupos aniónicos que se protonizan total o parcialmente al reducir el pH. Los grupos aniónicos pueden ser del tipo COO^- , SO_4^- , SO_3^- y PO_4^{---} . Estos

25 tensioactivos pueden describirse como anfóteros, y pueden tener la misma fórmula de tipo $\text{R}_4-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{COOH}$ y $\text{R}_4-\text{NH}-\text{CH}_2\text{COONa}$, donde R_4 tiene el mismo significado que R_1 , R_2 y R_3 .

30 Un ejemplo de tales tensioactivos es la N,N-di-hexaetoxioleilamina



Este tensioactivo es no iónico a pH 8 y catióni-
 5 co a pH 7 o menor. La dispersión del papel de periódico im-
 preso se realiza adecuadamente a pH igual o mayor que 8, y
 el valor del pH se reduce después a 5 ó 6, tras lo cual
 se somete la dispersión a flotación. Alternativamente, las
 fibras pueden separarse del líquido que contiene color por
 10 tamizado, y el pH del líquido separado que contiene color
 se reduce a 5 ó menos, tras lo cual se añade un polímero
 aniónico, es decir un derivado de poliacrilamida con peso
 molecular = $12 \cdot 10^6$ y un grado de carga de 40%. Tiene lu-
 gar la floculación de las micelas coloreadas precipitadas
 15 y la separación se efectúa del modo convencional.

Al destintar un papel de periódico impreso, la
 suspensión del color tiene lugar a una temperatura de 5-100
 20 °C, y adecuadamente 25-60°C, y preferiblemente 25-40°C.
 También es adecuado efectuar la acidificación, floculación,
 tamizado, flotación o sedimentación a la misma temperatura.

Tanto por precipitación de las micelas de tinta
 por acidificación a un pH de aproximadamente 7, preferible-
 mente pH 6, o incluso con la acidificación a pH de aproxi-
 25 madamente 5 ó menor, y adición de un polielectrolito, se
 logra una precipitación completa. Sin embargo, tiene lu-
 gar más rápidamente por adición de polielectrolito. El tien-
 po de retención en la cuba de flotación puede ser, en el
 primer caso, de 15 min. a 1 hora, y después del tamizado y
 la adición de polielectrolito, la separación con flotación
 30 tiene lugar en no más de 5 a 10 min.

1 Como ejemplos de tensioactivos en las micelas que
son adecuados para la precipitación por adición de un catión
pueden citarse las aminas alifáticas, en las que los grupos
alifáticos son como se ha dicho anteriormente, juntamente
5 con jabones de ácidos grasos, siendo el grupo "graso" un
grupo alifático que contiene 8 a 35 átomos de carbono, y
preferiblemente 8-20 átomos de carbono, siendo preferiblemen-
te un grupo alcohilo o un grupo alquenoilo. Es conocida la
formación de complejos entre un jabón y una amina (véase por
10 ej. S. Friberg y otros, Kolloid Z.U.Z. für Polymere 243, 56
(1971) y el jabón puede precipitarse por adición de al me-
nos un catión adecuado, tal como Ca^{2+} ó Mg^{2+} , de manera co-
nocida. Si hay presentes un jabón y una amina en una micela,
la adición antes citada da una precipitación de la micela.
15 Una precipitación de una micela puede caracterizarse fácil-
mente porque los agregados precipitados inmediatamente des-
pués de la formación tienen un tamaño correspondiente al ta-
maño de la micela, es decir un tamaño en el intervalo de des-
de 20 Å a aproximadamente 1000 Å.

20 En lo que sigue se realizan varios experimentos
referentes al destintado de papel de periódico impreso.

Ejemplo 1

Se dispersa papel de periódico en una disolución
tensioactiva. La pasta se diluye hasta un contenido de papel
25 de periódico de 4% y una concentración de tensioactivo de
400 ppm. Se ajusta el pH a 8-9 por adición de hidróxido de
sodio. Después, la temperatura de la mezcla se eleva a
40-45°C y se deja reposar la mezcla durante 1,5 horas con
agitación durante 1 min cada media hora. La separación de
30 la tinta disuelta se efectúa de dos formas diferentes.

1 Alternativa 1) El pH de la mezcla se reduce por adición de
ácido clorhídrico, con lo que precipitan las micelas de co-
lor. La mezcla se diluye hasta un contenido de pasta de apro-
ximadamente 1%, tras lo cual los grumos de micelas se sepa-
5 ran por flotación.

Alternativa 2) La mezcla se tamiza, la pasta se prensa y se
enjuaga. Se mezclan el líquido de enjuagado y el filtrado,
y se reduce el valor de pH de la mezcla a 5 por adición de
ácido clorhídrico. Después se añade polielectrolito, con lo
10 que tienen lugar la aglomeración y la floculación. Los gru-
mos se separan por flotación o sedimentación.

En las tablas que siguen se dan ejemplos de los
tensioactivos usados. La separación del color se ha efec-
tuado según ambas alternativas, la 1) y la 2).

15 El grado de destintado se determina de diferentes
modos. Se dispersan diferentes proporciones de papel impreso
y sin imprimir, y se hacen hojas a mano con las pastas
formadas. Se mide la luminancia de estas hojas hechas a ma-
no, y se representa en función del tanto por ciento de papel
20 no impreso de las hojas hechas a mano. Se prepararon hojas
a mano de pasta, a partir de las pastas lavadas y tamizadas,
del mismo modo, y después se midió la luminancia. Por medio
de la representación gráfica descrita antes podía convertir-
se la luminancia en el grado de destintado.

25 En las tablas siguientes se dan fórmulas de los
tensioactivos que se han sometido a ensayo. Los grupos R de
estas fórmulas químicas son grupos alcohilo no saturados, si
no se indica otra cosa, que contienen el número de átomos de
carbono dados en las tablas.

30

Tabla 1 Tensioactivos no iónicos

Ejemplo	Tipo de tensioactivos	Número de átomos de carbono en el grupo R	pH de flota ción	Grado de destinta do, %
1	$\text{R-N} \begin{cases} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{cases}$	12	5,5	20-30
2	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O})_4-\text{H} \\ (\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{O})_4-\text{H} \end{cases}$	12	6,0	40-50
3	$\text{R-N} \begin{cases} \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \\ \text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{cases}$	18	5,0	20-30
4	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_6\text{H} \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_6\text{H} \end{cases}$ (R=olefio)	18	5,0	85-90
5	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_4\text{H} \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_4\text{H} \end{cases}$	18	5,5	70
6	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{15}\text{H} \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{15}\text{H} \end{cases}$ (R=olefio)	18	5,0	90-95
7	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_8\text{H} \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_8\text{H} \end{cases}$	12	6,0	85-90
8	$\text{R-N} \begin{cases} (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{12}\text{H} \\ (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_{12}\text{H} \end{cases}$	12	6,0	90-95

Se realizaron también experimentos por adición de un tensioactivo, que en disolución básica era aniónico y que se hacía catiónico en disolución ácida. Para obtener una buena suspensión del color se requería más tiempo para la formación de la pasta del papel que cuando el ten-

sioactivo original era no iónico. Por lo demás se obtuvieron resultados igualmente buenos.

Tabla 2. Tensioactivos anfóteros

Ejemplo	Tipo de tensioactivo	Número de átomos de carbono en el grupo R	pH de flo tación	Grado de des-tintado, %
1	R-NH-CH ₂ -CH ₂ COOH	12, 14	4,5	20
2	R-NH-CH ₂ -CH ₂ COONa	18 (R=oleílo)	4,5	40-50

Se efectuaron también experimentos, con éxito, añadiendo inicialmente una mezcla de un tensioactivo aniónico y un tensioactivo no iónico que por acidificación se hacía tensioactivo aniónico, juntamente con un tensioactivo catiónico. Los mejores resultados se obtuvieron con una mezcla de tensioactivo aniónico y tensioactivo no iónico en la proporción de 1:3.

La cantidad total de tensioactivo en estos experimentos era de 400 ppm (medida con respecto a agua).

Tabla 3

Ejemplo	Tensioactivo aniónico	Tensioactivo no iónico	Grado de des-tintado, %
1	Oleato de Na	C ₁₂ H ₂₅ -N $\begin{cases} (EO)_1-H \\ (EO)_1-H \end{cases}$	80
2	éster de fosfato del complejo ácido	C ₁₈ H ₃₇ -N $\begin{cases} (EO)_6-H \\ (EO)_6-H \end{cases}$	90

Los tensioactivos usados disolvían las tintas de tipografía convencionales y la mayoría de las tintas de offset (del papel de periódico impreso, alrededor del 24%

1 en peso estaba impreso por métodos offset en 1974 en Suecia,
y el resto por métodos de tipografía). Además se ensayaron
diferentes tintas de fotograbado sobre papel couché. En to-
dos estos experimentos, el método dió buenos resultados.

5 Con el procedimiento según el método 2, los polie-
lectrolitos usados eran derivados de poliacrilamida con un
número variable de grupos ácidos. Se encontró que la con-
centración de polielectrolito más adecuada era de 1-2 ppm
(medido con respecto a agua).

10 Tabla 4 Polielectrolitos

Ejemplo	Tipo de polielec- trolito	Grado de carga, %	Peso molecular
1	Aniónico	12,5	5×10^6
2	"	20	15×10^6
3	"	25	6×10^6
4	"	37,5	$5-6 \times 10^6$
5	"	40	12×10^6
6	"	50	$5-6 \times 10^6$
7	"	62,5	3×10^6
8	Catiónico	25	3×10^6
9	"	75	$2-3 \times 10^6$
10	"	100	$2-3 \times 10^6$

25 La pasta destintada, tamizada y prensada resul-
tante mostraba un grado de destintado de 95-100%.

30 En todas estas investigaciones, la opacidad de im-
presión de la pasta aumentaba tanto que se vió que era me-
jor que con papel nuevo.

1 El agua del destintado contenía menos de 15 ppm
de los tensioactivos originales, y cantidades de polielec
trolito por debajo del límite de detección. El tiempo de
retención en las cubas de flotación por el método 1) era
5 de 15 min. a 1 hora, y por el método 2) de 5 a 10 minutos.

Ejemplo 2. Un papel de periódico impreso que tenía un con-
tenido de materia seca de 4 por ciento en peso, se empapó
durante 0,5 horas en una disolución de tensioactivos que
contenía alcohol-etoxiaminas terciarias y ácidos grasos, a
10 una temperatura de 45-50°C y un pH de 9,5-10,5.

La concentración de los tensioactivos era de 0,75%
en peso y 1 por ciento en peso, respectivamente, basado en
papel de periódico impreso seco.

15 Después del empapamiento, la pasta se deshizo al
mismo pH y la misma temperatura que en el empapado.

Se añadió Ca^{2+} y se efectuó la flotación a 45-50°C
y a un pH de aproximadamente 10 en una suspensión de pasta
que tenía un contenido de materia seca de 1%. El tiempo de
flotación fué en todos los experimentos de 15 min., y el
20 grado de destintado se determinó como en el ejemplo ante-
rior.

Los resultados se dan en la tabla 5.

25

30

Tabla 5

Ej.	Tipo de tensioactivo	Proporción de tensioactivo, %	Número de átomos de C en R	Número de grupos (EO)	Grado de destintado
1	$R-N \begin{cases} (EO)_n-H \\ (EO)_n-H \end{cases}$	0,75	16-18	n = 5 EO = 10	85-90
	Acidos grasos	0,25			
2	- " -	0,75	16-18	n = 3 EO = 6	85-90
		0,25			
3	- " -	0,5	16-18	n = 3 EO = 6	85
		0,5			
4	- " -	0,5	16-18	n = 3 EO = 6	87-93
		0,25			
5	- " -	0,5	16-18	n = 1,5 EO = 3	87-96
		0,25			

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de

1 Invención, en España, son los que se recogen en las reivin-
dicaciones siguientes:

5 1ª.- Un procedimiento para eliminar impurezas or-
gánicas y/o coloidales de una dispersión acuosa o una sus-
pensión de pasta, caracterizado por añadir al menos un ten-
sioactivo en una cantidad suficiente para la formación de
una disolución micelar que contiene las impurezas orgáni-
cas y/o coloidales, precipitar después las micelas, y elimi-
nar el precipitado formado por flotación, sedimentación,
10 centrifugación o filtración.

15 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado por ajustar el pH de la dispersión o suspen-
sión a un cierto valor, añadir uno o más tensioactivos, que
a este pH son aniónicos o no iónicos y que a pH inferior
son catiónicos, o una mezcla de estos tensioactivos y uno
o más tensioactivos aniónicos, en una proporción suficien-
te para la formación de una disolución micelar que contie-
ne las impurezas orgánicas y/o coloidales, precipitar las
micelas formadas reduciendo el pH de la dispersión o sus-
20 pensión y agregarlas después, opcionalmente por adición de
uno o más floculantes polímeros, y separar los grupos for-
mados por flotación, sedimentación, centrifugación o filtra-
ción.

25 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª,
caracterizado por añadir al menos dos tensioactivos, uno de
los cuales es aniónico y puede insolubilizarse por adición
de cationes, y teniendo el otro capacidad para formar un
complejo con el tensioactivo aniónico, en una cantidad su-
ficiente para la formación de una disolución micelar que
30 contiene las impurezas orgánicas y/o coloidales, precipitar

1 las micelas formadas por adición de un catión con capacidad
para solubilizar dicho tensioactivo aniónico, y después
agregarlas, opcionalmente por adición de uno o más floccu-
lantes polímeros, y separar por flotación, sedimentación,
5 centrifugación o filtración los grupos formados.

4ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1ª a 3ª, caracterizado porque la suspensión de pasta consta
de papel desintegrado.

10 5ª.- Un procedimiento según la reivindicación 4ª,
caracterizado porque el papel consta de papel de periódico
impreso y papel de revistas.

6ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1ª a 5ª, caracterizado porque las impurezas orgánicas y/o
coloidales constan de tinta de impresión.

15 7ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
1ª y 2ª, caracterizado porque el tensioactivo que a pH inferior
se hace catiónico es una amina.

20 8ª.- Un procedimiento según la reivindicación 7ª,
caracterizado porque la amina contiene al menos un grupo
alifático que tiene 5-35 átomos de carbono.

25 9ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
7ª y 8ª, caracterizado porque la amina es una alcohol- o una
alquenil-amina que tiene de 8 a 20 átomos de carbono en la
cadena de alcohol o alqueno, o un derivado etoxilado de
la misma.

10ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
7ª a 9ª, caracterizado porque la amina es dodecilamina, o
un derivado etoxilado de la misma, di(polioxietilen)oleil-
amina, di(polioxietilen)estearil-amina.

30 11ª.- Un procedimiento según cualquiera de las

1 reivindicaciones 4ª a 10ª, caracterizado porque el pH de
la suspensión se ajusta a 8-10, se añade al menos un ten-
sioactivo, la suspensión se calienta a una temperatura de
25-60°C bajo agitación para formar una disolución micelar
5 de la tinta de impresión, se reduce el pH a menos de 7, y
los grumos formados se eliminan de la suspensión por flota-
ción.

10 12ª.- Un procedimiento según cualquiera de las
reivindicaciones 4ª a 10ª, caracterizado porque el pH de
la suspensión se ajusta a 8-10, se añade al menos un ten-
sioactivo, se calienta la suspensión a una temperatura de
25-60°C bajo agitación para formar una disolución micelar
de la tinta de impresión, se separa la pasta por tamizado,
el pH de la disolución acuosa que queda se reduce a 7 ó me-
15 nos, se añade un floculante polímero, y los grumos formados
se separan por flotación, sedimentación, filtración o cen-
trifugación.

20 13ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones
2ª y 12ª, caracterizado porque el floculante polímero es una
poliacrilamida aniónica usada en una concentración de más
de 0,1 ppm, y preferiblemente 1 a 20 ppm.

14ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª,
caracterizado porque el tensioactivo aniónico es un ácido
graso que tiene 8-20 átomos de carbono.

25 15ª.- Un procedimiento según la reivindicación
3ª, caracterizado porque el otro tensioactivo es una amina.

16ª.- Un procedimiento según la reivindicación
5ª, caracterizado porque la amina contiene al menos un gru-
po alifático que tiene 5-35 átomos de carbono.

30 17ª.- Un procedimiento según las reivindicaciones

1 15ª y 16ª, caracterizado porque la amina es una alcohol- o alquenil-amina que tiene 8-20 átomos de carbono en la cadena de alcohol o alquenilo, o un derivado etoxilado de la misma.

5 18ª.- Un procedimiento según la reivindicación 3ª, caracterizado porque el catión es un ión de metal polivalente, preferiblemente un ión de calcio o magnesio.

10 19ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA ELIMINAR IMPUREZAS ORGANICAS Y/O COLOIDALES DE UNA DISPERSION ACUOSA O UNA SUSPENSION DE PASTA"

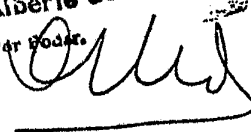
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

15 Madrid, 10 MAR. 1976

P.A.

Alberto de Euzkadi
Per poder.

20 

25

30