



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103180728 B

(45) 授权公告日 2015. 04. 15

(21) 申请号 201180050497. 2

G01N 33/26(2006. 01)

(22) 申请日 2011. 10. 18

D21C 5/02(2006. 01)

(30) 优先权数据

12/907, 478 2010. 10. 19 US

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 04. 19

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/US2011/056639 2011. 10. 18

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/054430 EN 2012. 04. 26

(73) 专利权人 纳尔科公司

地址 美国伊利诺斯州

(72) 发明人 谢尔盖·M·舍甫琴科

迈克尔·J·穆尔西亚

(74) 专利代理机构 北京安信方达知识产权代理

有限公司 11262

代理人 高瑜 郑霞

(51) Int. Cl.

G01N 33/00(2006. 01)

(56) 对比文件

US 2009/0056897 A1, 2009. 03. 05,

CN 1276842 A, 2000. 12. 13,

US 2009314445 A1, 2009. 12. 24,

CN 101189494 A, 2008. 05. 28,

审查员 陈永婧

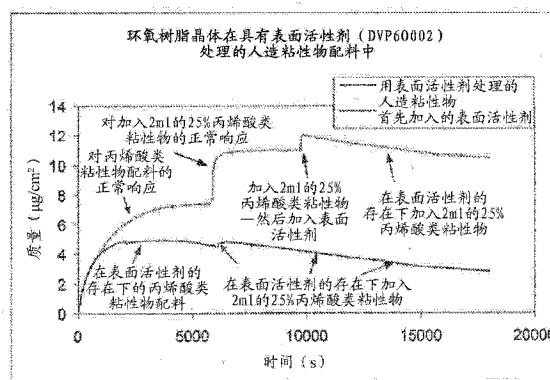
权利要求书2页 说明书8页 附图7页

(54) 发明名称

用于在造纸工艺中监测有机材料的沉积的改善的方法

(57) 摘要

公开了用于在造纸工艺中监测分散在水介质中的一种或多种有机材料的沉积的方法, 该方法包括: 测量有机材料从水介质沉积至石英晶体微量天平上的速率, 石英晶体微量天平具有与水介质接触的被含有不溶胀环氧树脂或含硅聚合物的层涂布的顶侧和与水介质隔离的第二底侧。此外, 还公开了用于测量在造纸工艺中减少有机材料的沉积的抑制剂的有效性的方法。



1. 一种用于在造纸工艺中监测至少一种有机材料的沉积的速率的方法,所述至少一种有机材料分散在水介质中,所述监测具有增强的灵敏度,所述方法包括:

测量所述至少一种有机材料从所述水介质沉积至石英晶体微量天平上的速率,其中所述石英晶体微量天平具有顶侧和底侧,

其中所述顶侧接触所述水介质并且被涂布材料涂布,所述涂布材料具有在 34 至 49 达因每厘米的范围内的表面能,并且

其中所述底侧与所述水介质隔离。

2. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述造纸工艺涉及再生浆和 / 或废纸。

3. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述有机材料是疏水性有机材料、粘性物、胶粘物、白树脂、造纸工艺中的合成污染物、木沥青、造纸工艺中的天然污染物、或其组合。

4. 根据权利要求 3 所述的方法,其中所述粘性物是微粘性物。

5. 根据权利要求 4 所述的方法,其中所述微粘性物不超出 0.10-0.15mm。

6. 根据权利要求 3 所述的方法,其中所述粘性物和所述胶粘物选自由以下组成的组: 粘合剂;涂布胶粘剂;丁苯橡胶;乙烯醋酸乙烯酯;聚醋酸乙烯酯;聚丙烯酸乙烯酯;聚乙烯醇缩丁醛;聚丁二烯;蜡;醇酸树脂;丙烯酸多元醇酯;和上浆化学品。

7. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述石英晶体微量天平的所述顶侧由选自由以下组成的组的一种或更多种导电材料制成:铂;钛;银;金;铅;镉;有或没有注入离子的金刚石样薄膜电极;钛、铌和钽的硅化物;铅-硒合金;汞齐;和硅氧烷。

8. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述涂布材料由选自由以下组成的组的材料中的一种或更多种制成:环氧树脂、硅橡胶、醇酸瓷漆、聚碳酸酯、聚酯、丙烯酸类聚合物、三聚氰胺、乙烯树脂、尼龙、和卡普纶。

9. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述监测在造纸工艺中在选自由以下组成的组的地点处发生:纸浆处理;循环;精制机、再浆化槽;漂白池;脱墨阶段;水回路;造纸机或薄纸造纸机的流浆箱,和其组合。

10. 根据权利要求 1 所述的方法,其中所述水介质是液体浆。

11. 一种用于测量在造纸工艺中降低至少一种有机材料的沉积的速率的抑制剂的有效性的方法,所述方法包括:

a. 监测所述至少一种有机材料,所述至少一种有机材料被分散在水介质中,所述监测包括测量所述至少一种有机材料从所述水介质沉积至石英晶体微量天平上的速率,所述石英晶体微量天平具有顶侧和底侧;

b. 加入抑制剂;以及

c. 再次测量所述至少一种有机材料从所述水介质沉积至所述石英晶体微量天平的涂布表面上的速率;

其中所述顶侧接触所述水介质并且被涂布材料涂布,所述涂布材料具有在 34 至 49 达因每厘米的范围内的表面能,

其中所述底侧与所述水介质隔离,并且

其中所述抑制剂减少所述有机材料从所述水介质的所述沉积。

12. 一种用于测量在模拟造纸工艺中降低至少一种有机材料的沉积的速率的抑制剂的有效性的方法,所述方法包括:

a. 监测所述至少一种有机材料,所述至少一种有机材料在模拟造纸工艺中被分散在水介质中,所述监测包括测量所述至少一种有机材料从所述水介质沉积至石英晶体微量天平上的速率,所述石英晶体微量天平具有顶侧和底侧;

b. 加入抑制剂;以及

c. 再次测量所述至少一种有机材料从所述水介质沉积至所述石英晶体微量天平的涂布表面上的速率;

其中所述顶侧接触所述水介质并且被涂布材料涂布,所述涂布材料具有在 34 至 49 达因每厘米的范围内的表面能,其中所述底侧与所述水介质隔离,并且

其中所述抑制剂减少所述有机材料从所述水介质的所述沉积。

用于在造纸工艺中监测有机材料的沉积的改善的方法

[0001] 优先权信息

[0002] 这是于 2007 年 8 月 29 日提交的美国专利序列号 11/846,920 的部分继续申请。

发明领域

[0003] 本发明属于造纸领域。具体地,本发明属于在造纸工艺中监测有机沉积物形成的领域。

[0004] 发明背景

[0005] 有机材料,例如沥青、粘性物 (stickies) 和胶粘物 (tackies),是造纸中的主要障碍物,因为这些材料当在造纸工艺期间被释放时可以成为造纸配料的非期望的组分以及工厂设备的麻烦,例如当这些材料沉积在机械零件上时防止机械零件的正确操作。白树脂是在使用循环纤维(混合的办公室废物、旧的瓦楞箱、旧的新闻纸)和涂布废纸制造纸和薄纸中的特别的障碍物。对于纸等级来说,这些非极性的发粘的污染物当在处理再浆化期间被释放时可以成为造纸配料的非期望的组分以及在工厂设备上的麻烦的沉积物,工厂设备例如薄纸造纸机的线。

[0006] 粘性物和胶粘物是不具有精确的定义的有机材料;它们是纸浆和处理水体系中含有的沉积在造纸机/薄纸造纸机贵重器材、圆网和/或辊子上的发粘的物质。它们的化学结构不同:天然的木沥青由脂肪酸、脂肪酸酯和松香酸组成,而来源于合成添加剂(粘合剂、涂布胶粘剂、印刷油墨)的粘性物和白树脂含有丁苯橡胶、乙烯醋酸乙烯酯、聚酯酸乙烯酯、聚丙烯酸乙烯酯、聚乙烯醇缩丁醛、聚丁二烯、蜡、醇酸树脂、丙烯酸多元醇酯等等。然而,它们全部是对金属表面不具有强的亲合力的疏水性材料,这在使用常规的石英晶体微量天平(QCM)监测这样的微粒(微粘性物是可以经过 0.10-0.15mm 筛选槽的那些)中产生问题。

[0007] 美国专利申请公布第 2006/0281191 号(Duggirala 等人,被转让给 Nalco Company)公开了在有机沉积物的监测中使用石英晶体微量天平(QCM)。所公开的方法不是通用的并且不能够在高度疏水性微粘性物的特别的情况中使用,因为它们不在金属表面上积聚。

[0008] Tsuji 等人的公布(2006)要求保护使用 QCM-D(具有耗散监测的石英晶体微量天平)技术测量脱墨纸浆工艺中的微粘性物的新方法。在脱墨厂中的白水浮选池的入口和出口处取得样品。监测白水溶解和胶体物质(DCS)在表面(亲水性的 Au 和疏水性的聚苯乙烯)上的吸附行为。然而,所公布的结果表明传感器的非常差的响应,数量级低于当在母申请中提出的技术时观察到的数量级。Tsuji 等人没有指示所观察到的改变是否是由微粘性物导致。

[0009] 有机材料沉积在石英晶体微量天平传感器的表面上是已知的。然而,由于标准表面对疏水性有机材料的低亲合力,沉积速率通常是低的。

[0010] 涂布 QCM 表面以影响沉积速率通常是已知的想法。此外,描述了包含环氧树脂的聚合物涂层组合物(母申请中的优选的涂层),但是具有不同的目标。然而,现在提出在此

开发的特别的涂布方法以及特别设计的聚合物和一类聚合物的施用,为使用 QCM 的粘性物监测有效地提供敏化涂层。

[0011] 此外,已知液体浆中的疏水性材料(原浆中的沥青、循环配料中的粘性物)具有相对低的表面能;对于粘性物,其在 30-45 达因/cm 的范围内,并且,例如,压敏粘合剂(PSA)的粘性取决于表面能。表面能量化当产生表面时发生的分子间键的破坏。表面能可以被定义为与整体(bulk)相比在材料的表面处的过量的能量。

[0012] 因此,期望有效的并且改善的监测有机材料的沉积的方法。此外,还期望监测造纸工艺中防止/减少有机材料的沉积的抑制剂的有效性的方法。甚至进一步地,最后期望使用 QCM 技术测量脱墨纸浆工艺中的微粘性物的方法。

[0013] 发明概述

[0014] 本发明提供用于监测疏水性材料从液体或浆料沉积的方法,该方法包括测量沉积到涂布石英晶体微量天平上的速率。

[0015] 本发明还提供用于监测被分散在水介质中的有机材料沉积到石英晶体微量天平上的方法。石英晶体微量天平具有与水介质接触的涂布有含有具有特定范围的表面能的材料的层的顶侧。石英晶体微量天平还具有与水介质隔离的底侧。

[0016] 本发明还提供用于评估造纸工艺中的粘性物和相关的疏水性沉积物控制处理的方法。监测包括以下步骤:测量至少一种有机材料从水介质沉积至石英晶体微量天平上的速率,加入减少所述至少一种有机材料从水介质沉积的抑制剂,以及再次测量所述至少一种有机材料从水介质沉积至石英晶体微量天平的涂布表面上的速率。石英晶体微量天平具有接触水介质的顶侧,顶侧涂布有含有不溶胀环氧树脂或含硅氧烷的聚合物的层。石英晶体微量天平还具有与水介质隔离的底侧。

[0017] 附图简述

[0018] 在察看以下的详细描述和附图之后,对于本领域的普通技术人员来说,本发明的益处和优点将变得更容易明白,其中:

[0019] 图 1 是与实施例 1 相关的图;

[0020] 图 2 是与实施例 1 相关的图;

[0021] 图 3 是与实施例 1 相关的图;

[0022] 图 4 是与实施例 1 相关的图;

[0023] 图 5 是与实施例 1 相关的图;

[0024] 图 6 是与实施例 2 相关的图;

[0025] 图 7 是与实施例 3 相关的图;

[0026] 图 8 是与实施例 3 相关的图;

[0027] 图 9 是与实施例 3 相关的图;

[0028] 图 10 是与实施例 3 相关的图;

[0029] 图 11 是与实施例 4 以及为了比较目的的实施例 6 相关的图;

[0030] 图 12 是与实施例 5 相关的图;

[0031] 图 13 是与实施例 6 相关的图;以及

[0032] 图 14 是与实施例 7 相关的图。

[0033] 发明的详细描述

[0034] a. 定义

[0035] “造纸工艺”意指从纸浆制造任何类型的纸产品（例如纸、薄纸、纸板等等）的方法，包括形成水性纤维素造纸配料，对配料滤水以形成片材以及干燥片材。形成造纸配料、滤水和干燥的步骤可以以本领域的技术人员通常已知的任何常规的方式进行。造纸工艺还可以包括制浆阶段，即从木质原材料制造纸浆，以及漂白阶段，即为了亮度改进的对纸浆的化学处理。

[0036] “QCM”意指石英晶体微量天平。

[0037] “DRM”意指在 Shevchenko, Sergey M.; Lu, Yu-Mei; Murcia, Michael J.; Rice, Laura E.; Mitchell, Carl; Novel concepts for monitoring and control of deposits in the pulp and paper mills; Proc. 64th Appita Annual Conference and Exhibition (2010), 267-272 和 Shevchenko, Sergey M.; Duggirala, Prasad Y.; Deposit management for the bleach plant; IPPTA Journal (2010), 22(1), 135-140 中描述的沉积速率监测器 (Nalco Company)。DRM 含有 QCM。两个文件都通过引用并入本文。

[0038] “SRM”意指积垢率监测器。美国专利第 6,375,829 号和美国专利第 6,942,782 号描述了 Nalco 的积垢率监测器，并且通过引用并入本文。SRM 含有 QCM。

[0039] “RQCM”意指研究石英晶体微量天平，其从 Maxtek, Inc., Cypress, California 商购。

[0040] b. 优选的实施方案

[0041] QCM 是造纸领域中已知的。DRM、SRM 和 RQCM 是使用 QCM 的仪器类型的实例。在一个实施方案中，石英晶体微量天平的顶侧由选自以下组成的组的一种或更多种导电材料制成：铂；钛；银；金；铅；镉；有或没有注入离子的金刚石样薄膜电极；钛、铌和钽的硅化物；铅-锡合金；汞齐；和硅氧烷。

[0042] 使用含有不溶胀环氧树脂或含硅氧烷的聚合物的层涂布石英晶体微量天平的顶侧帮助有机沉积物向石英晶体微量天平的表面粘附。

[0043] 施用于石英晶体微量天平的不溶胀环氧树脂具有在水性环境例如造纸工艺中的水介质中基本上不溶胀的特性。本领域的普通技术人员可以在没有过度实验的情况下确定树脂是否是不溶胀的。

[0044] 传感器的表面和目标材料的表面的互相粘附对于 QCM 监测来说是关键。普遍地认为，液体浆中的疏水性材料例如在循环配料中的粘性物，是高度疏水性的，具有低表面能，并且因此对于它们的收集，必须使用极其疏水性的低表面能的表面。这种思想存在于用于大粘性物的某些常规试样方法以及由 Tsuji 等人使用的方法。实际上，这样的材料对金属表面具有非常低的亲合力。然而，对于 QCM 涂布的更好的材料选择不是最疏水的，而是在表面能上与沥青和粘性物自身相似的具有中等疏水性的材料。对于 QCM 涂布的更好的材料具有在 34-49 达因/cm 的范围内的表面能。

[0045] 在一个实施方案中，树脂选自以下组成的组：甲酚-酚醛环氧树脂；苯酚酚醛环氧树脂；双酚 F (4,4'-二羟基二苯基甲烷、2,4'-二羟基二苯基甲烷或 2,2'-二羟基二苯基甲烷或其混合物) 环氧树脂；多核苯酚-缩水甘油醚衍生的树脂；四缩水甘油基亚甲基二苯胺衍生的树脂；三缩水甘油基-对氨基苯酚衍生的树脂；三嗪衍生的树脂；和乙内酰脲环氧树脂。

[0046] 在另一个实施方案中,树脂是从表氯醇和 4,4'-二羟基-2,2-二苯基丙烷(双酚 A;还可以含有 2,4'-异构体或 / 和 2,2'-异构体)衍生的。

[0047] 在另一个实施方案中,树脂含有芳族骨架、脂族骨架、脂环族骨架或杂环骨架。

[0048] 含硅氧烷的聚合物也可以被施用于石英晶体微量天平的表面。

[0049] 在一个实施方案中,含硅氧烷的聚合物选自由以下组成的组:硅橡胶,和室温硫化的硅橡胶。

[0050] 纤维素涂层也可以被施用于石英晶体微量天平的表面。

[0051] 偶联剂可以用于促进树脂向 QCM 表面粘附。

[0052] 在一个实施方案中,偶联剂是 3-环氧丙氧丙基三甲氧基-硅烷,其可从 Dow Corning® Corporation 作为 DOW CORNING Z-6040® 硅烷商购。DOWCORNING Z-6040® 硅烷是杂双官能偶联剂。

[0053] 在一个另外的实施方案中,DOW CORNING Z-6040® 硅烷被制备为在酸化水中的 0.1-0.5% 溶液并且被施用于晶体的有效面,并且然后在施用该硅烷之后,在 104°C -121°C 下干燥晶体,得到共价地键合至石英晶体的环氧化物官能化表面。表面然后被涂布上薄的环氧树脂层。

[0054] 环氧树脂和含硅氧烷的聚合物可以通过本领域的普通技术人员将明白的多种方法来施用于 QCM 表面。

[0055] 在一个实施方案中,环氧树脂或含硅氧烷的聚合物通过滴涂方法或旋涂方法来施用于 QCM 表面。

[0056] 在环氧树脂或含硅氧烷的聚合物被施用于 QCM 表面之后,环氧树脂和含硅氧烷的聚合物被硬化 / 固化。

[0057] 环氧树脂通过固化剂来硬化 / 固化。所利用的固化剂的类型在没有过度实验的情况下对于本领域的普通技术人员来说是明显的并且被选择为使得树脂成为已固化 / 硬化的不溶胀树脂。

[0058] 含硅氧烷的聚合物不需要固化剂。含硅氧烷的聚合物应当被选择为使得其在其施用于 QCM 表面之后硬化。这可以在没有过度实验的情况下被确定。

[0059] 在一个实施方案中,固化剂选自由以下组成的组:短链脂族多胺;烷氧基化短链多胺;长链多胺加合物;芳族多胺;聚氨基酰胺;和聚硫醇。

[0060] 在造纸工艺中有各种类型的有机材料和有机材料的组合。在本公开内容中实施的方法学用来监测一种或更多种有机材料 / 有机材料的组合的沉积。

[0061] 在一个实施方案中,有机材料是疏水性的。

[0062] 在造纸工艺中,有机材料包括天然的和 / 或合成的污染物。根据合成污染物的外观,存在粘性物和胶粘物。白树脂 (white pitch) 是与粘性物和胶粘物相关的共用术语。

[0063] 在一个实施方案中,粘性物是微粘性物。

[0064] 在另一个实施方案中,微粘性物在尺寸上不超出约 0.10-0.15mm。

[0065] 在另一个实施方案中,粘性物和胶粘物是印刷油墨的组分。

[0066] 在另一个实施方案中,粘性物和胶粘物选自由以下组成的组:粘合剂;涂布胶粘剂;丁苯橡胶;乙烯醋酸乙烯酯;聚醋酸乙烯酯;聚丙烯酸乙烯酯;聚乙烯醇缩丁醛;聚丁二烯;蜡;醇酸树脂;丙烯酸多元醇酯;和上浆化学品。

[0067] 根据天然污染物的外观,存在天然的本沥青。

[0068] 一种或更多种有机材料的沉积可以在造纸工艺中的不同地点处被监测。

[0069] 在一个实施方案中,监测在造纸工艺中在选自以下组成的组的地点处发生:纸浆处理;循环;精制机、再浆化槽;漂白池;脱墨阶段;水回路;造纸机或薄纸造纸机的流浆箱,和其组合。

[0070] 被本发明包含的造纸工艺包括但不限于纸板生产以及涉及再生浆(recycled pulp)和/或废纸的造纸工艺。

[0071] 造纸工艺中的水介质包括液体和浆料。在一个实施方案中,水介质是液体浆。

[0072] 为了在造纸工艺中减少有机材料的沉积,各种类型的抑制剂被加入造纸工艺。抑制剂用来减少/消除造纸工艺中的不想要的有机材料的沉积。例如,具有目前采用以减少有机材料的沉积的许多抗沥青或抗粘性物处理。因此,通过使用本发明的方案,这些抑制剂的效力可以被确定。更具体地,纸化学程序可以基于从本发明的监测程序获得的信息而被开发。此外,反馈方案可以被开发,以不仅提供监测而且提供对被加入造纸工艺的化学的控制,使得工艺成为更有成本效益的,更有效的,并且生产更好的纸产品。

实施例

[0073] 以下技术在下文讨论的实验中利用。在 DRM、SRM 和 RQCM 实验中使用的用于涂布晶体的方法是基于把环氧树脂旋涂至当被从传感器移除时的晶体上。晶体通过使用丙酮洗涤并且然后使用 0.5N HCl 和去离子水(“DI”)水洗涤而清除任何有机污染物。把清洁的晶体在氮气流下干燥并且装配至旋涂机。把双组分环氧树脂以 10wt% 的浓度在丙酮或四氢呋喃(THF)中均化。使环氧树脂溶液沉积至晶体的顶侧上,覆盖整个表面。以 2500 转每分钟(RPM)旋转晶体 50 秒,获得薄的环氧树脂层,使薄的环氧树脂层在室温下固化三日。

[0074] 在晶体被固定在仪器中的情况下,不同的方法用于施用环氧树脂涂层。晶体的表面以与用于 DRM、SRM 和 RQCM 的晶体相同的方式清洁,但均化的双组分环氧树脂在丙酮或 THF 中进一步稀释至 5wt% 的浓度。把约 100 微升的该溶液从晶体的表面上方约六英寸处滴至晶体的表面上以促进溶液的散布。在丙酮的迅速蒸发之后,使沉积至晶体的表面上的所得到的薄的环氧树脂层在室温下固化三日。

[0075] 方案 A

[0076] 为了模拟沉积,把由乳化丙烯酸酯微球组成的模型粘性物悬浮液加入以 0.3% 至 3% 稠度的纸浆悬浮液中。被测试的体系中的纸浆稠度对沉积速率的影响是与用于工厂应用的监测技术的开发相关的重要问题。采用磁力搅拌器的标准 DRM 或 SRM 分批系统在纸浆以非常低的稠度存在时良好地工作,但是其不适合于分析较高稠度的浆料。该体系通过使用连接于电动机的宽螺旋桨搅拌器而被修改。池被坚固地附接于支架,并且搅拌器穿过在盖子中的通常被加热棒使用的槽到达池。该体系提供高至 5% 稠度的纸浆的以 400RPM 的均一搅拌。

[0077] 把由丙烯酸类粘合剂组成的微粘性物的乳液以浆料的 0.25wt. % 的浓度预混合入搅拌液体浆中。然后,使用 SRM 监测作为时间的函数的向晶体表面上的质量沉积。还记录在正在进行的实验期间向体系掺加这种粘合剂乳液的影响。为了观察沉积控制化学的影响,还使用粘性物抑制剂预处理加有丙烯酸类粘合剂的浆料并且以与未经处理的实验相同

的方式监测。

[0078] 方案 B

[0079] 在这些实验中使用特别设计的流动池。这种池允许对流动的液体浆进行测量,从而模拟传感器当被安装在造纸厂时经历的条件。其主要由在装配有连接于电动机和排水阀的宽螺旋桨搅拌器的釜中的液体浆的储器组成。阀连接于把物料流驱动经过具有 2.6cm 的内径的 55cm 长管状池的离心泵,其具有用于容纳三个单独的 QCM 传感器和一个温度传感器的配件。在离开流动池后,浆料通过软管被引导返回至储器釜,用于再循环。使用 Maxtek RQCM 仪器连续地记录在全部三种晶体上的沉积和温度。使用该体系,采集关于具有与流浆箱稠度 (0.1-0.5%) 相当的稠度的液体浆的数据。使用暴露于同一种流动纸浆悬浮液的三个传感器,可以直接地评估不同的涂层对吸引微粘性物的有效性。为了比较本文描述的环氧树脂涂层与由 Tsuji 等人, Method For Measuring Microstickies Using Quartz Crystal Microbalance With Dissipation Monitoring, Kami Parupu Kenkyu Happyokai Koen Yoshishu73,126-129 (2006) 提出的未被涂布的晶体和聚苯乙烯涂层,流动池装配有这三个传感器,并且随时间监测从流动液体浆的粘性物沉积。该实验表明了相比于在文献中描述的方法,所提出的方法的显著的优点。在一个单独的比较研究中,相同的三种晶体用于监测从代替流动液体浆的白水的沉积。

[0080] 方案 C

[0081] 在本应用中,把 RQCM 装配于在方案 B 中描述的池并且安装在纸浆线或造纸机/薄纸造纸机中(侧流连接),以保证浆料(磨水)的连续流动。当液体浆以 2.0-3.0 加仑每分钟(gpm)的速率流过传感器的面时连续地记录沉积。

[0082] 实施例 1

[0083] 使用根据方案 A 的 SRM,在 Nalco 化学品的存在和不存在下关于对人造粘性物(丙烯酸类粘合剂)的亲合力筛选环氧树脂涂布的晶体。对于没有处理,人造粘性物积聚在环氧树脂涂布的晶体上。如图 1 和图 2 中所示的,在从 Nalco Company, Naperville, IL 得到的 DVP60002 表面活性剂的存在下,人造粘性物对环氧树脂涂布的晶体不具有亲合力。

[0084] 如图 3 中所示的,作为对环氧树脂的可能的替代形式,使用室温硫化的(RTV)硅氧烷涂布晶体,室温硫化的硅氧烷可从 Dow Corning Corporation 获得,关于对人造粘性物的亲合力被测试为阳性。在关于含有表面活性剂 DVP60002 的稀液体浆的空白实验中,质量随时间增加,如图 4 中所示的。在没有表面活性剂的情况下,没有观察到质量增加,所以疏水性 RTV 硅氧烷涂布的晶体表现为把表面活性剂从浆料拉出来。

[0085] 试图测试晶体涂层对不同组成的粘性物的亲合力,通过再浆化 Post-It® Notes, 3M Corporation 和粘胶标签以及普通复印纸来产生人造粘性物配料。把再浆化的配料稀释至 0.5% 稠度并且使用 RQCM 使用环氧树脂涂布的和未涂布的晶体来测试。如图 5 中所示的,环氧树脂涂布的晶体聚集显著更高的量的物质(“粘性物”)。在样品从再浆化槽出来之后立即进行测量,并且晶体上在第一个 30 分钟内积聚大部分物质。为了测试这是否是由于粘性物在来自再浆化的高剪切力之后的不稳定性,在再浆化之后在使用环氧树脂涂布的晶体测量之前搅拌浆料 1.5 小时。观察到相似的沉积趋势,表明环氧树脂涂布的晶体检测在溶液中稳定的粘性物的能力。

[0086] 实施例 2

[0087] 使用方案 B,使用 RQCM 和再循环流动池在去离子水和牛皮纸浆料 (0.5% 稠度) 中测试聚合物涂层在水性环境中的溶胀的影响。如图 6 中所示的,结果清楚地显示出,相比于从微粘性物观察到的沉积,来自溶胀的信号是最小的。

[0088] 实施例 3

[0089] 使用方案 B,关于它们吸引微粘性物的有效性来筛选涂层。在图 7、8 和 9 中示出结果。PVC 和聚苯乙烯作为吸引浆料或较小磨蚀性的白水中的微粘性物的涂层没有显示出显著的响应。

[0090] 如图 10 中所示的,在测量之前使用表面活性剂预处理浆料使环氧树脂涂布的晶体上的沉积减少超过 95%。

[0091] 实施例 4

[0092] 使用根据方案 A 的 SRM,在工作台实验中监测合成沥青积聚。通过把 5g 合成软木沥青 (50% 松香酸、10% 油酸、10% 棕榈酸、10% 玉米油、5% 油醇、5% 硬脂酸甲酯、5% β -谷甾醇、和 5% 己酸胆固醇酯的均化混合物) 混合在 633ml 异丙醇中制备 1% 合成沥青溶液。把 1ml 的该溶液加入 10L 的以 pH7.3 的 DI 水中。加入氯化钙溶液 (以 Ca 离子计 5000ppm, 50ml)。

[0093] 如图 11 中所示的,与具有抛光的金表面的未涂布的晶体相比,环氧树脂涂布的晶体具有增加的用于检测水性环境中的木沥青的灵敏度。合成沥青的浓度在本实验中被有意地保持在非常低的水平。虽然木沥青可以在高浓度时使用 QCM 监测,但是其在低浓度下不被监测。实验显示出,所要求保护的方法改进方法的灵敏度,从而使这样的监测成为可能。

[0094] 实施例 5

[0095] 使用根据方案 A 的 SRM,还测试作为从循环配料吸引微粘性物的晶体涂层的低密度聚乙烯 (LDPE)。假设是,疏水性微粘性物将被吸引至高度疏水性的 LDPE 涂布的晶体。图 12 中的结果显示情况不是这样。

[0096] 实施例 6

[0097] 使用 DRM 装置在工作台实验中监测合成沥青积聚。通过把 5g 合成软木沥青 (50% 松香酸、10% 油酸、10% 棕榈酸、10% 玉米油、5% 油醇、5% 硬脂酸甲酯、5% β -谷甾醇和 5% 己酸胆固醇酯的均化混合物) 混合在 633ml 异丙醇中制备 1% 合成沥青溶液。

[0098] 如实施例 4 和图 11 中所示的,与具有抛光的金表面的未涂布的晶体相比,环氧树脂涂布的晶体具有增加的用于检测水性环境中的木沥青的灵敏度。合成沥青的浓度在本实验中被有意地保持在非常低的水平。虽然木沥青可以在高浓度时使用 QCM 监测,但是其在低浓度下不被监测。实验显示出,所要求保护的方法改进方法的灵敏度,从而使这样的监测成为可能。

[0099] 对于实施例 6,把 1000ml 的 0.5% 软木牛皮纸液体浆放置在 DRM 仪器的工作台池中 (见图 3a,在 Shevchenko, Sergey M.; Duggirala, Prasad Y.; Deposit management for the bleach plant; IPPTA Journal (2010), 22(1), 135-140 中)。在混合下,加入化学品 (3ml, 提供样品中的 300ppm 产品浓度) 以及,在 5 分钟之后,加入 100ml 的在异丙醇中的 1% 合成软木沥青溶液 (Nalco 制剂 TX-6226)。在均化后,加入 5ml 的 5000ppm (以 Ca^{++} 离子计) 的氯化钙溶液,并且使用稀盐酸把 pH 调整至 3.5。使用沉积速率监测器以连续的模式记录沉积物积聚。使用涂布未抛光的、未涂布未抛光的以及未涂布抛光的 Au/Ti 传感器

晶体进行相同的测试。

[0100] 图 13 图示了在使用未涂布晶体和涂布晶体的标准工作台实验中的合成沥青的积聚。该图图示了在所提出的表面和具有较高的表面能的表面之间的差异。在图 13 中由线图示的速率如下：涂布：未涂布未抛光的 17 : 1, 涂布：未涂布抛光的 21 : 1, 未涂布未抛光的：未涂布抛光的 1.25 : 1。测试显示出, 涂层在对疏水性沉积物的灵敏度方面提供几乎二十倍增加。这是沥青测试, 但是可以合理地假设, 对粘性物的影响是相似的。

[0101] 实施例 7

[0102] 在本应用中, 在线 DRM 仪器经由滑流连接而直接连接于纸浆线或造纸机以保证水性液体浆的连续流动。当液体浆以 5.0 加仑每分钟 (gpm) 的速率流过传感器的面时连续地记录沉积。图 14 图示了在所提出的表面和具有较低的表面能的表面之间的差异。

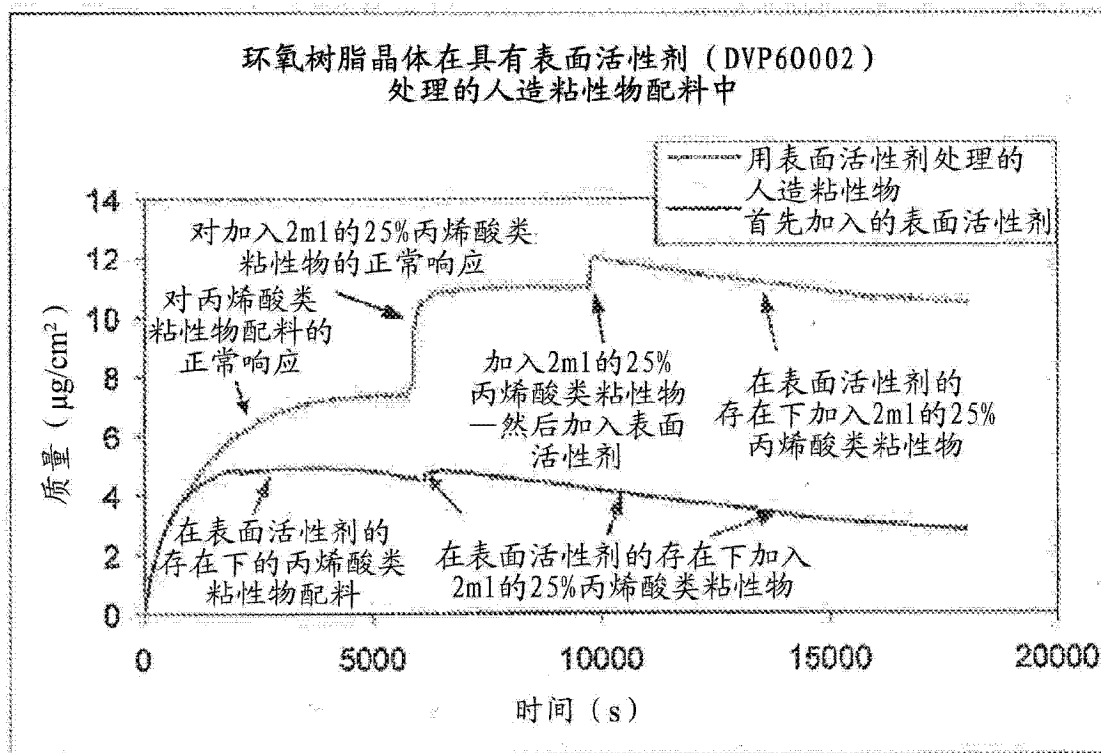


图 1

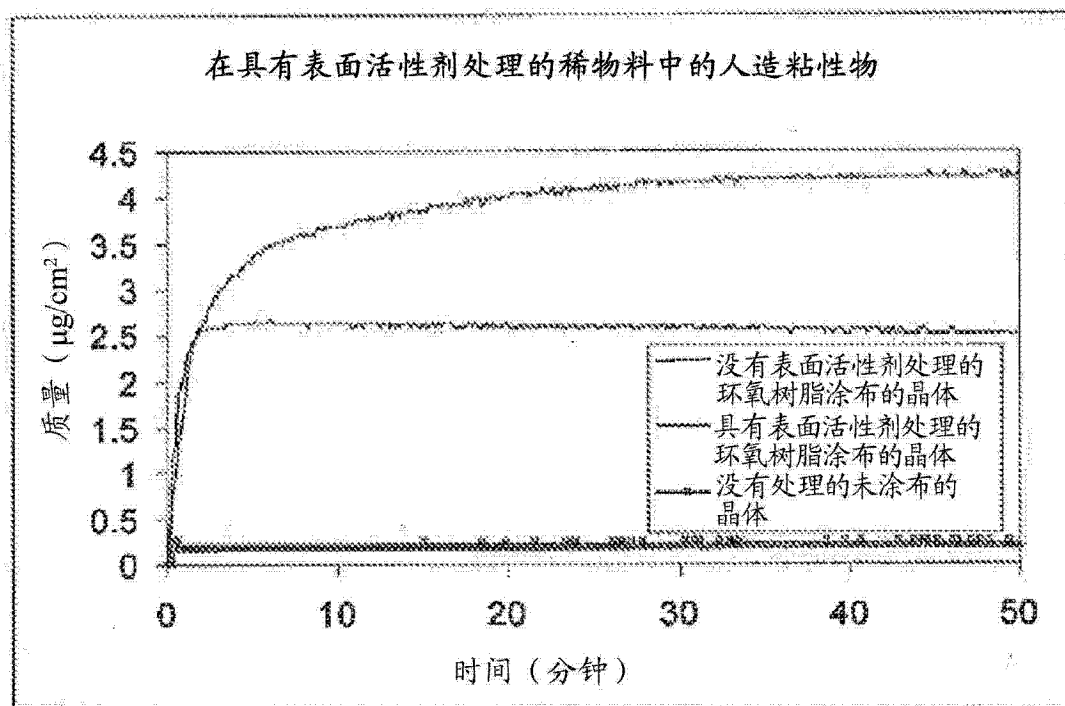


图 2

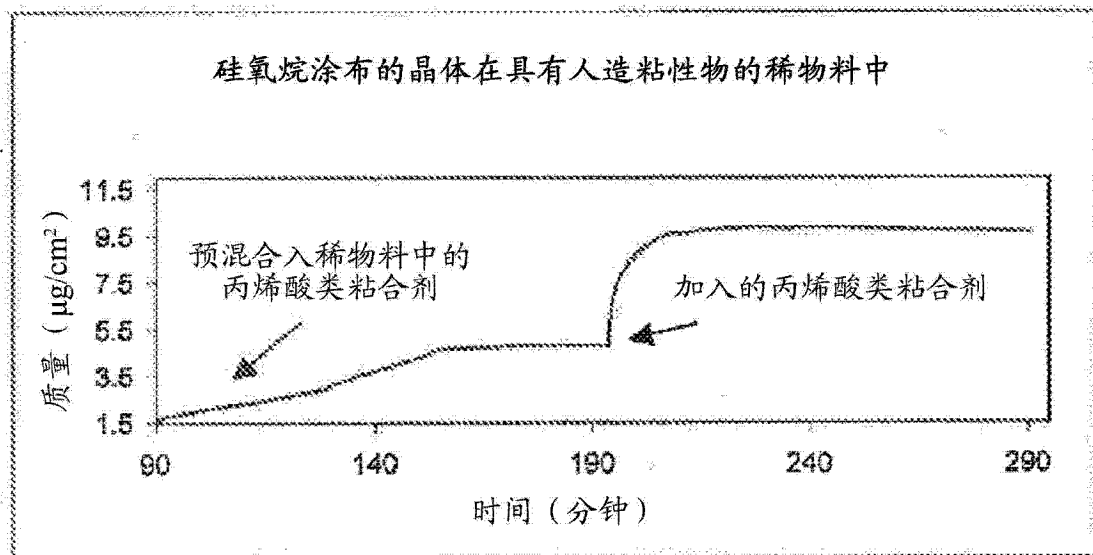


图 3

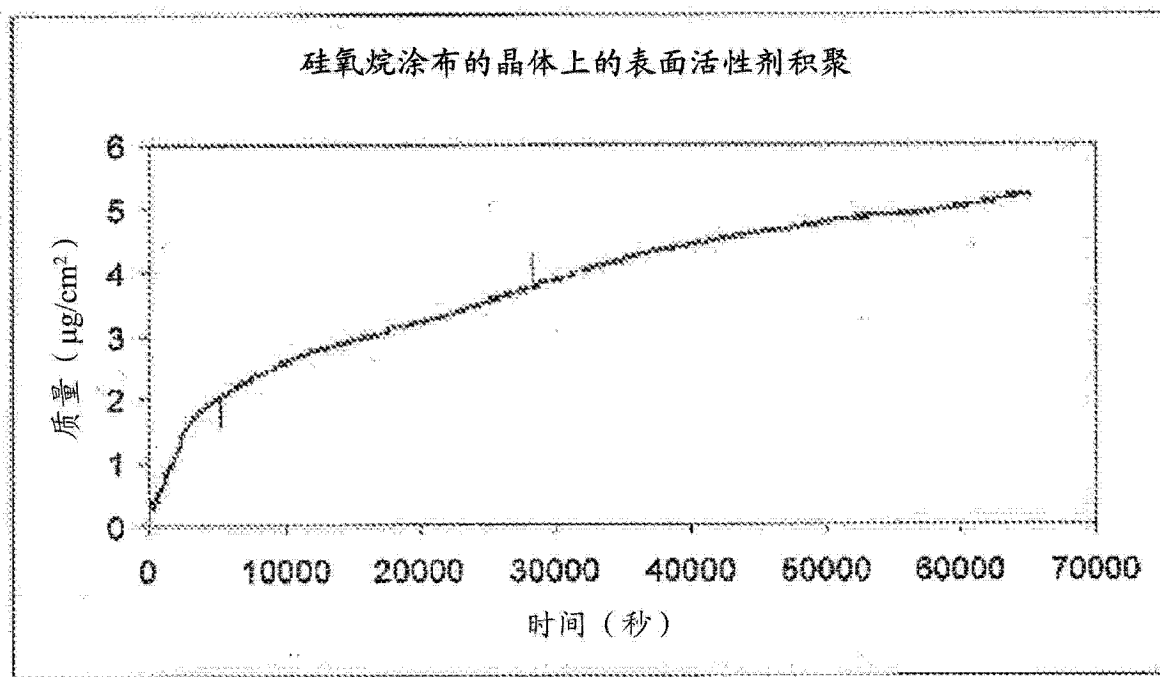


图 4

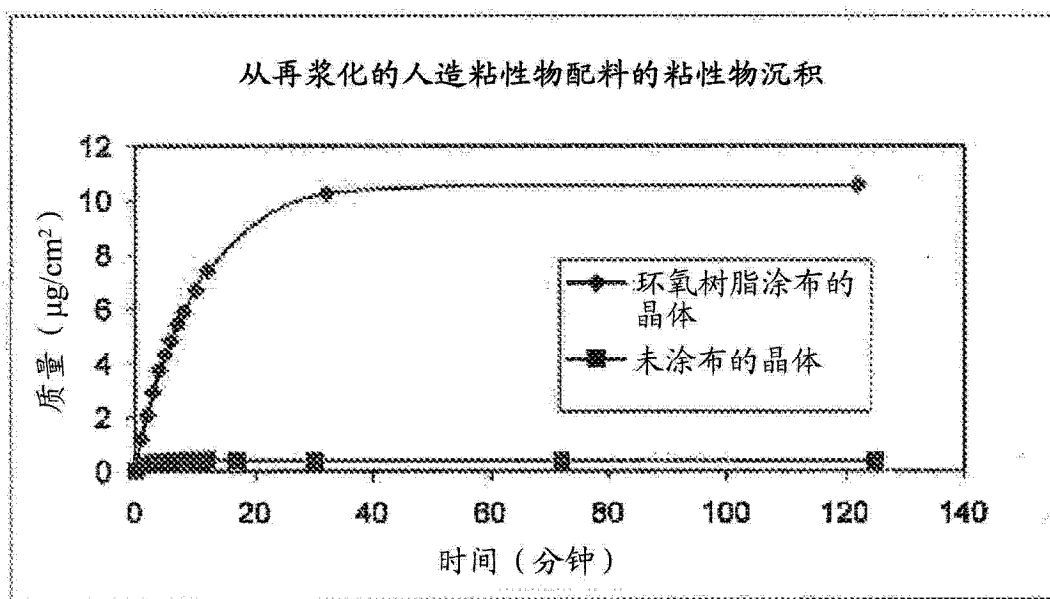


图 5

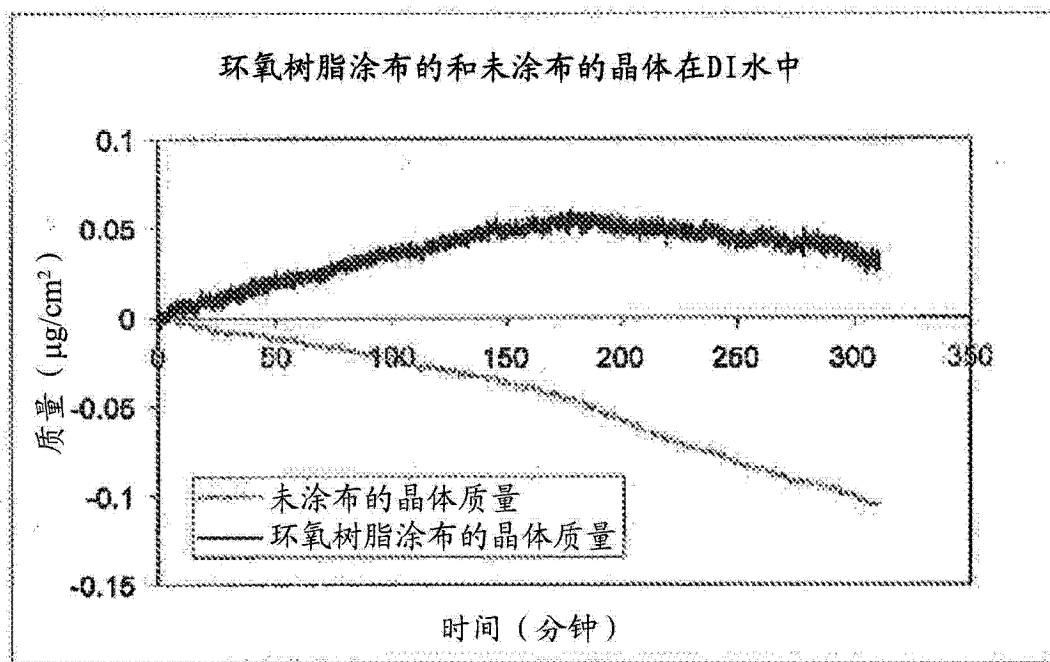


图 6

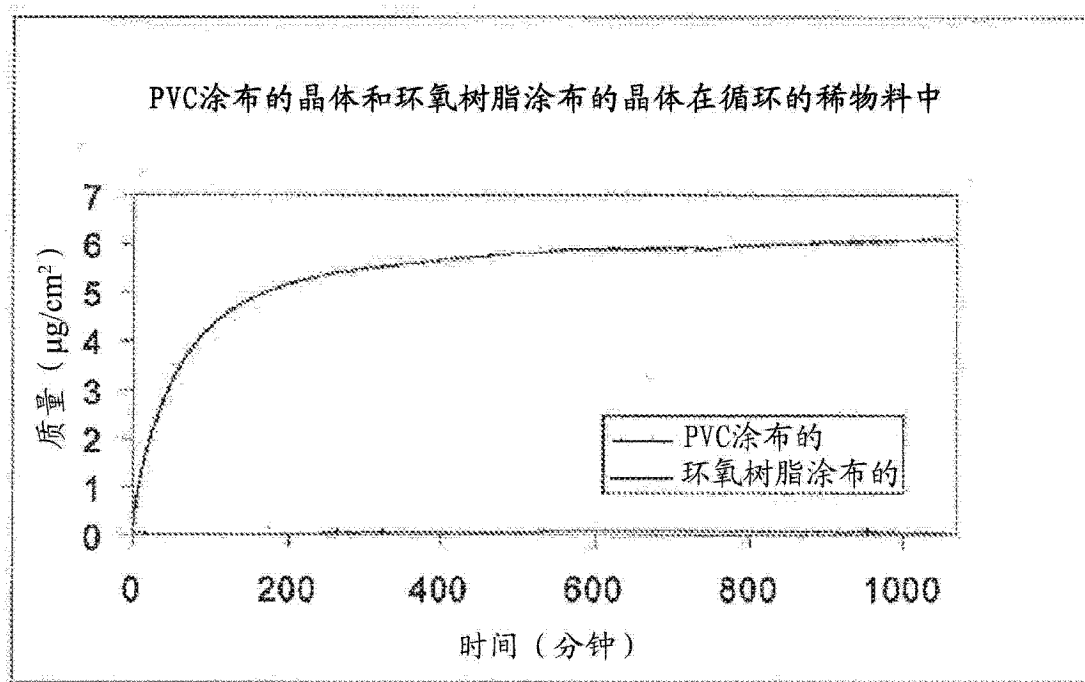


图 7

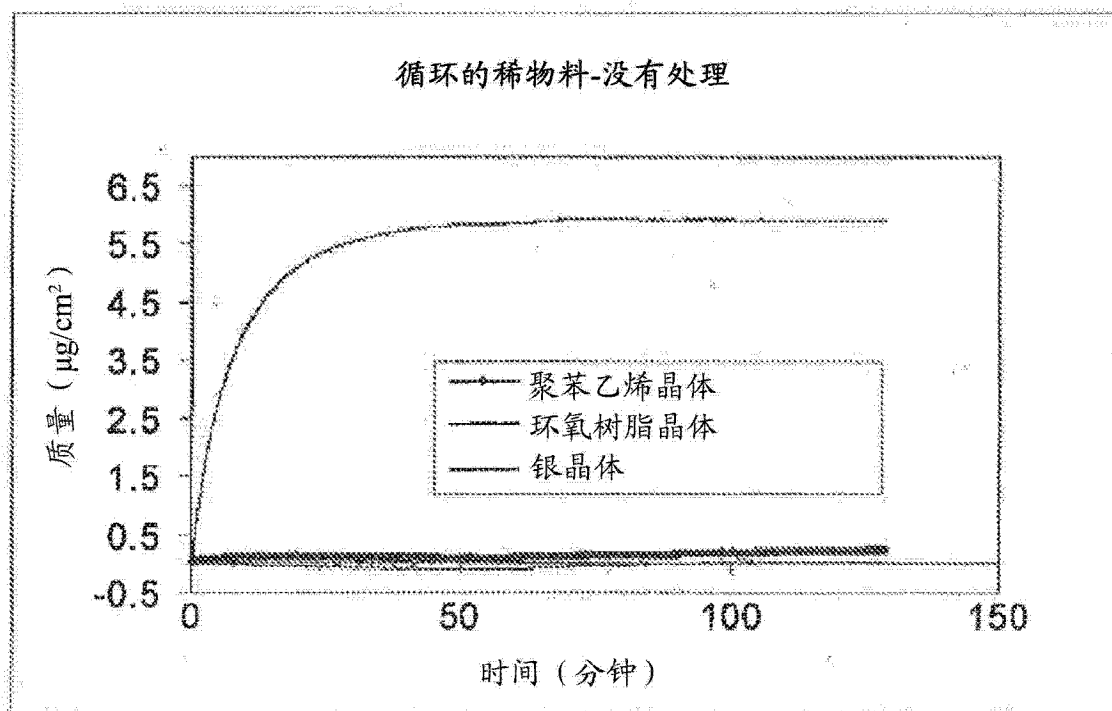


图 8

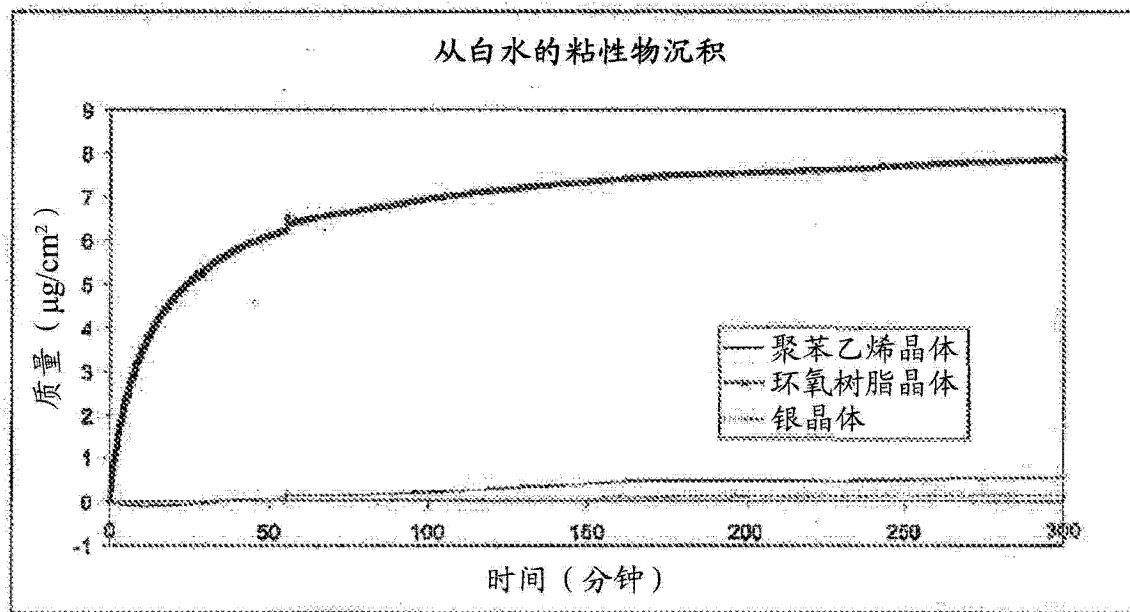


图 9

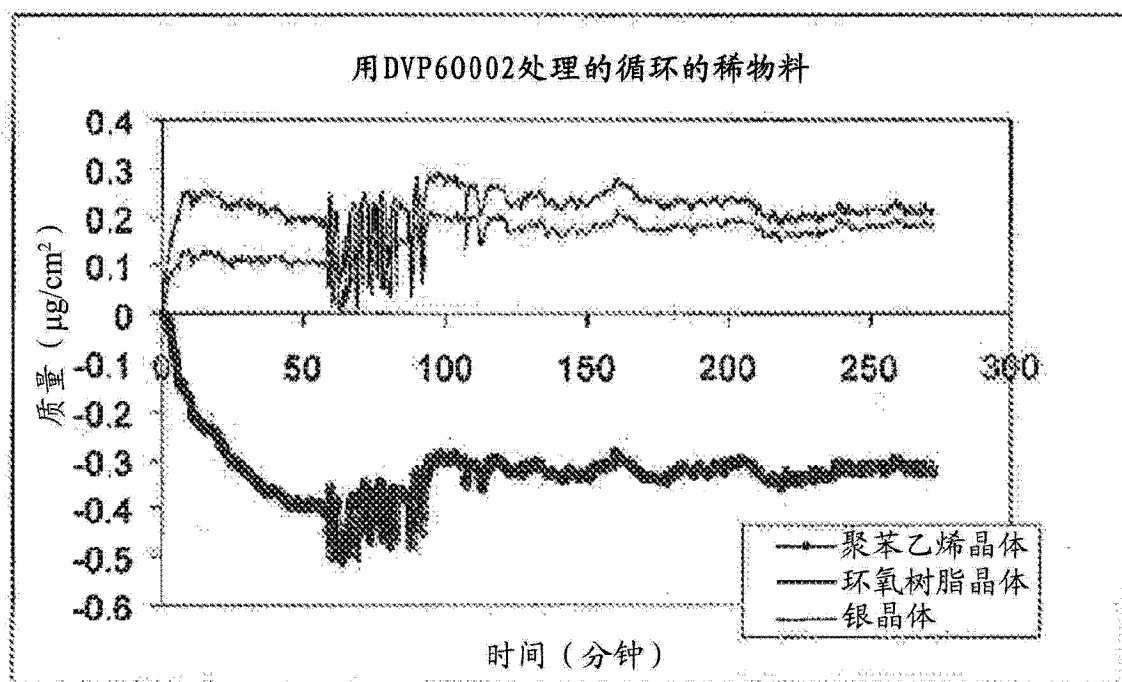


图 10

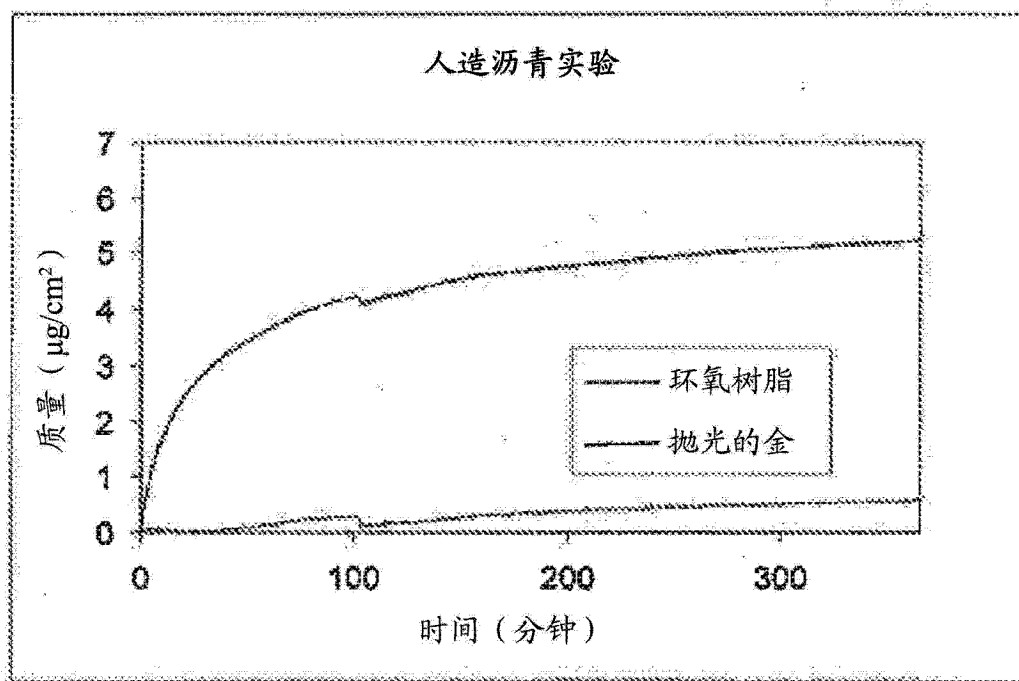


图 11

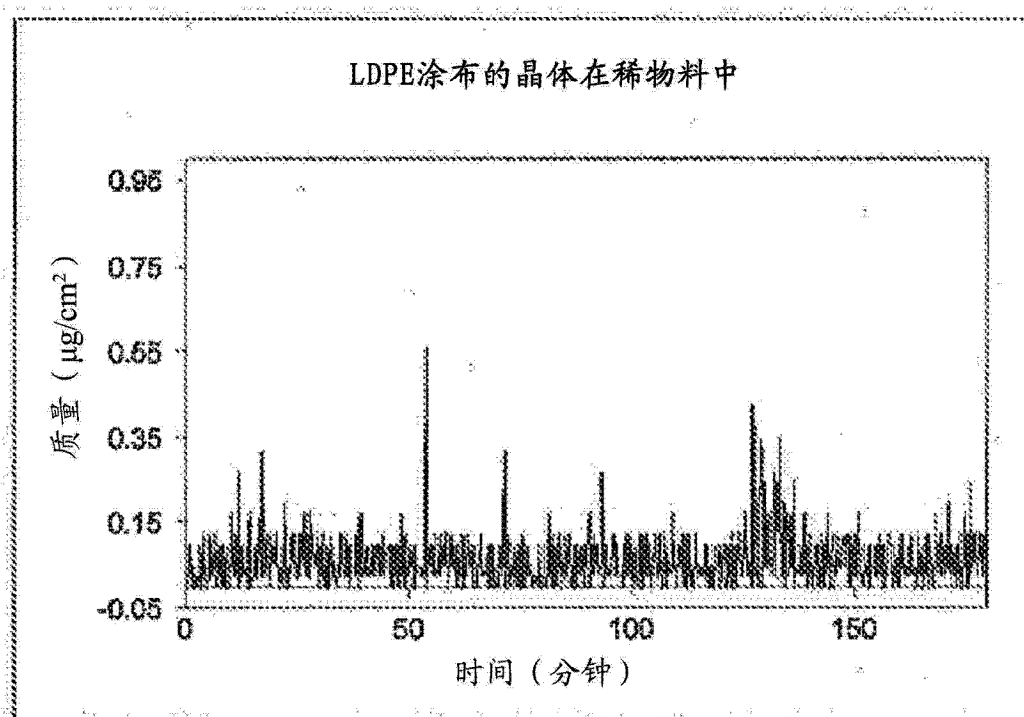


图 12

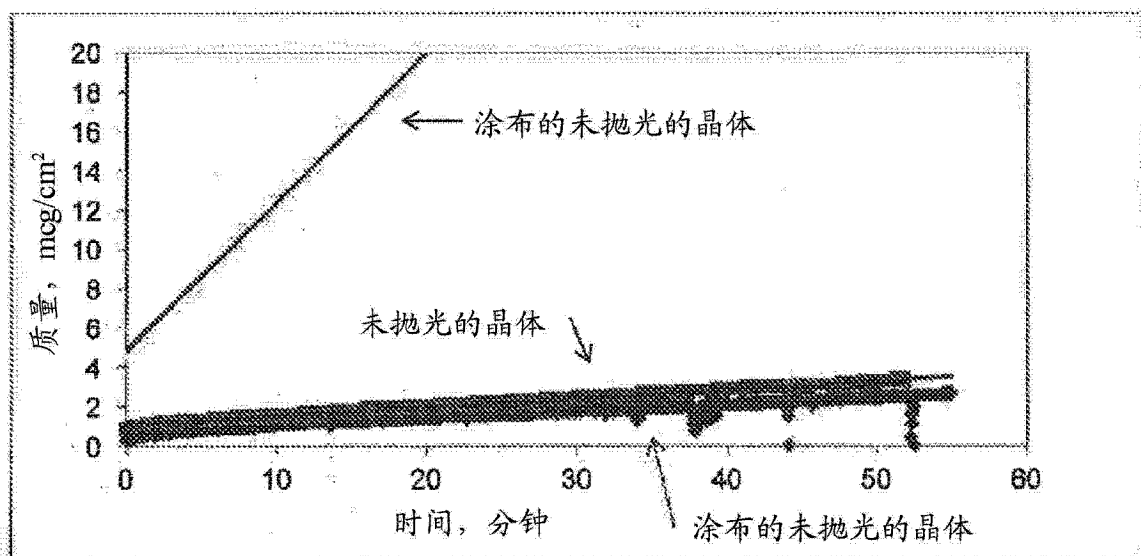


图 13

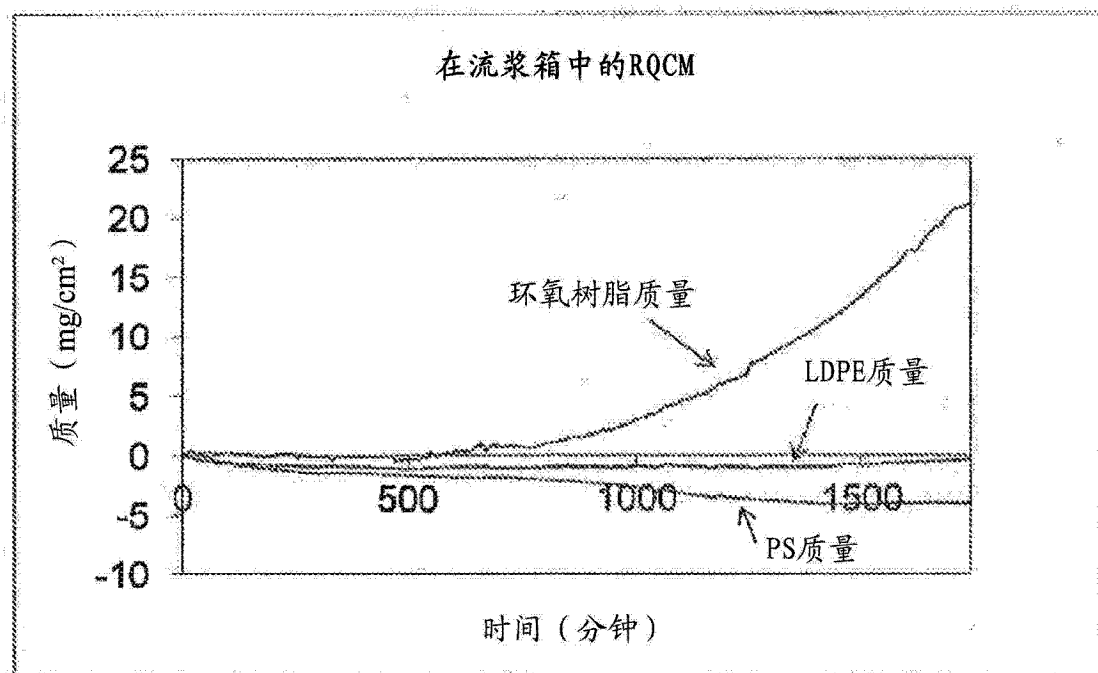


图 14