

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第5230742号
(P5230742)

(45) 発行日 平成25年7月10日 (2013. 7. 10)

(24) 登録日 平成25年3月29日 (2013. 3. 29)

(51) Int. Cl.

F I

G O 1 N 5/02 (2006.01)

G O 1 N 5/02

A

請求項の数 3 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2010-523060 (P2010-523060)	(73) 特許権者	507248837
(86) (22) 出願日	平成20年8月22日 (2008. 8. 22)		ナルコ カンパニー
(65) 公表番号	特表2010-538267 (P2010-538267A)		アメリカ合衆国 イリノイ州 60563
(43) 公表日	平成22年12月9日 (2010. 12. 9)		-1198, ネイパーヴィル, ウェストデ
(86) 国際出願番号	PCT/US2008/074035		イールロード 1601
(87) 国際公開番号	W02009/032561	(74) 代理人	110001210
(87) 国際公開日	平成21年3月12日 (2009. 3. 12)		特許業務法人 Y K I 国際特許事務所
審査請求日	平成23年6月28日 (2011. 6. 28)	(74) 代理人	100129838
(31) 優先権主張番号	11/846, 920		弁理士 山本 典輝
(32) 優先日	平成19年8月29日 (2007. 8. 29)	(74) 代理人	100101203
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 山下 昭彦
		(74) 代理人	100104499
			弁理士 岸本 達人
		(74) 代理人	100096024
			弁理士 柏原 三枝子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 製紙プロセスにおける有機物の堆積をモニタするための改良方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

製紙プロセスにおいて水媒体に分散する 1 又はそれ以上の有機物の堆積をモニタリングするための方法であって、

非膨張性の硬化エポキシ樹脂又はシリコン含有ポリマーを含む層でコーティングされた前記水媒体に接する上部側と、前記水媒体から離れた他方の底部側と、を有する水晶振動子微量天秤で前記水媒体からの前記有機物の堆積速さを測定するステップを具えることを特徴とする方法。

【請求項 2】

製紙プロセスにおいて 1 又はそれ以上の有機物の堆積を減らす抑制剤の効果を測定するための方法であって、

a. 製紙プロセスの水媒体に分散する 1 又はそれ以上の有機物をモニタリングするステップであって、非膨張性のエポキシ樹脂又はシリコン含有ポリマーを含む層でコーティングされた前記水媒体に接する上部側と、前記水媒体から離れた他方の底部側と、を有する水晶振動子微量天秤で前記水媒体からの前記有機物の堆積速さを測定するステップを具えるステップと；

b. 前記水媒体から前記有機物が堆積するのを減らす抑制剤を加えるステップと；

c. 前記水晶振動子微量天秤のコーティング面で前記水媒体からの前記有機物の堆積速さを再測定するステップと；
を具えることを特徴とする方法。

10

20

【請求項 3】

製紙プロセスにおいて 1 又はそれ以上の有機物の堆積を減らす抑制剤の効果を測定するための方法であって、

a. 製紙プロセスをシミュレートする水媒体に分散する 1 又はそれ以上の有機物をモニタリングするステップであって、非膨張性のエポキシ樹脂又はシリコン含有ポリマーを含む層でコーティングされた前記水媒体に接する上部側と、前記水媒体から離れた他方の底部側と、を有する水晶振動子微量天秤で前記水媒体からの前記有機物の堆積速さを測定することを具えるステップと；

b. 前記水媒体から前記有機物が堆積するのを減らす抑制剤を加えるステップと；

c. 前記水晶振動子微量天秤のコーティング面で前記水媒体からの前記有機物の堆積速さを再測定するステップと；
を具えることを特徴とする方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は製紙の分野である。特に、本発明は、製紙プロセスにおいて有機物の堆積物の形成をモニタする分野である。

【背景技術】

【0002】

ピッチ (pitch)、粘着物 (stickles)、及び粘着性物質 (tackies) といった有機物は、これらの物質が製紙プロセスの際に発生する場合に、製紙用完成紙料の望ましくない成分、及び例えば、これらの物質が機械的パーツに堆積する場合に機械的パーツの適切な作動が阻害されるといった、工場設備に対して厄介となる可能性があるため、製紙工程における大きな障害である。

【0003】

水晶振動子微量天秤のセンサ面への有機物の堆積が知られている。しかしながら、疎水性の有機物への標準的な面の低い親和性により、堆積の速さは通常低い。

【0004】

このため、有機物の堆積をモニタするのに有効な且つ改良した方法が望まれている。さらに、製紙プロセスにおいて有機物の堆積を防止する / 減らす抑制剤の効果をモニタする方法もまた望ましい。

【発明の概要】

【0005】

本発明は、製紙プロセスにおいて水媒体に分散する 1 又はそれ以上の有機物の堆積をモニタするための方法であって、非膨張性の硬化エポキシ樹脂を含む層又はシリコン含有ポリマーでコーティングされ水媒体に接触する上部側と、水媒体から離れた他方の底部側と、を有する水晶振動子微量天秤で水媒体からの有機物の堆積速さを測定する方法を提供するものである。

【0006】

また、本発明は、製紙プロセスにおいて 1 又はそれ以上の有機物の堆積を減らす抑制剤の効果を測定するための方法であって、製紙プロセスの水媒体に分散する 1 又はそれ以上の有機物をモニタするステップであって、非膨張性の硬化エポキシ樹脂を含む層又はシリコン含有ポリマーでコーティングされ水媒体に接触する上部側と、水媒体から離れた他方の底部側と、を有する水晶振動子微量天秤で水媒体からの有機物の堆積速さを測定することを具えるステップと；水媒体から有機物が堆積するのを減らす抑制剤を加えるステップと；水晶振動子微量天秤のコーティング面で水媒体からの有機物の堆積速さを再測定するステップと；を具える方法を提供するものである。

【発明を実施するための形態】

【0007】

a. 定義

10

20

30

40

50

「製紙プロセス」は、パルプからあらゆる種類の紙製品（例えば、紙、ティッシュ、ボード、等）を作製する方法を意味しており、水溶性のセルロースの製紙用完成紙料を形成すること、製紙用完成紙料を排水してシートを形成しシートを乾燥すること、を具える。製紙用完成紙料を形成し排水及び乾燥するステップを、当業者に一般に知られている従来の方法で実施し得る。また、製紙プロセスは、パルプ化段階、すなわち、木材の原料からパルプを作製する段階と、漂白段階、すなわち、光沢の改善のためのパルプの化学的処理を含め得る。

【0008】

「QCM」は、水晶振動子微量天秤を意味する。

【0009】

「SRM」は、尺度評価モニタを意味する。米国特許第6,375,829号及び米国特許第6,942,782号はNalco社の尺度評価モニタを説明しており、参照することにより本書に盛り込まれている。SRMはQCMを含んでいる。

【0010】

「RQCM」は、検査用水晶振動子微量天秤を意味しており、Maxtek, Inc., Cypress, Californiaから市販されている。

【0011】

b. 好適な実施例

QCMは製紙技術で知られている。SRM及びRQCMは、QCMを用いた機器のタイプの例である。一実施例では、水晶振動子微量天秤の上部側が、白金；チタン；銀；金；鉛；カドミウム；注入イオンを有する又は有さないダイヤモンド状の薄膜電極；チタン、ニオブ及びタンタルのケイ素化合物；鉛-セレン合金；水銀アマルガム；及びシリコンから成る群から選択される1又はそれ以上の導電材料で構成されている。

【0012】

水晶振動子微量天秤の上部側を、非膨張型のエポキシ樹脂又はシリコン含有ポリマーを含む層でコーティングすることで、水晶振動子微量天秤の面で有機堆積物の付着がし易くなる。

【0013】

水晶振動子微量天秤に適用される非膨張型エポキシ樹脂は、水性の環境、例えば製紙プロセスにおける水媒体でほぼ膨張しない特性を有する。当業者は、必要以上の試験を行わずに樹脂が非膨張性か否かを判断し得る。

【0014】

一実施例では、樹脂が、クレゾールノボラックエポキシ樹脂；フェノールノボラックエポキシ樹脂；ビスフェノールF（4,4'-, 2,4'-又は2,2'-ジヒドロキシジフェニルメタン又はそれらの混合物）エポキシ樹脂；多核フェノール-グリシジル-エーテル由来の樹脂；テトラグリシジルメチレンジアニリン由来の樹脂；トリグリシジル-p-アミノフェノール由来の樹脂；トリアジン由来の樹脂；及びヒダントインエポキシ樹脂から成る群から選択される。

【0015】

別の実施例では、樹脂が、エピクロルヒドリン及び4,4'-ジヒドロキシ-2,2-ジフェニルプロパン（ビスフェノールA；2,4'-及び/又は2,2'-異性体を含んでもよい）由来である。

【0016】

別の実施例では、樹脂が、芳香族骨格、脂肪族骨格、脂環骨格、又は複素環骨格を含んでいる。

【0017】

また、シリコン含有ポリマーを、水晶振動子微量天秤の面に適用し得る。

【0018】

一実施例では、シリコン含有ポリマーが、シリコンゴム、及び室温でゴム状になるシリコンゴムから成る群から選択される。

10

20

30

40

50

【 0 0 1 9 】

結合剤を使用して、Q C Mの表面に樹脂が付着し易くなる。

【 0 0 2 0 】

一実施例では、結合剤が、D o w C o r n i n g (登録商標) C o r p o r a t i o nからD O W C O R N I N G Z - 6 0 4 0 (登録商標) S I L A N Eとして市販されている、3 - グリシドオキシプロピルトリメトキシ - シランである。D O W C O R N I N G Z - 6 0 4 0 (登録商標) S I L A N Eは、ヘテロ二官能基の結合剤である。

【 0 0 2 1 】

さらなる実施例では、D O W C O R N I N G Z - 6 0 4 0 (登録商標) S I L A N Eが、酸性水中の0 . 1乃至0 . 5 %溶液として調整されて水晶振動子の活性面に適用され、そして、シランを適用した後に水晶振動子を1 0 4 乃至1 2 1 で乾燥することで、水晶振動子に共有結合したエポキシド官能面を得る。そして、このような面をエポキシの薄膜でコーティングする。

10

【 0 0 2 2 】

エポキシ樹脂及びシリコン含有ポリマーを、当業者に明らかな様々な方法によって、Q C Mの表面に付けることができる。

【 0 0 2 3 】

一実施例では、エポキシ樹脂またはシリコン含有ポリマーを、ドロップコーティング法又はスピンコーティング法で、Q C Mの表面に付けることができる。

【 0 0 2 4 】

エポキシ樹脂またはシリコン含有ポリマーをQ C Mの表面に付けた後に、エポキシ樹脂を及びシリコン含有ポリマーが硬くなる / 硬化する。

20

【 0 0 2 5 】

エポキシ樹脂は、硬化剤によって硬くなる / 硬化する。使用されるタイプの硬化剤は、必要以上の試験を行わなくても当業者に明らかであり、樹脂は硬くなる / 硬化する非膨張型の樹脂であるように選択される。

【 0 0 2 6 】

シリコン含有ポリマーは硬化剤を要しない。シリコン含有ポリマーを、Q C Mの表面に付着した後で硬化するように選択する必要がある。これは、必要以上の試験を行うことなしに判断し得る。

30

【 0 0 2 7 】

一実施例では、硬化剤を、短鎖脂肪族ポリマー ; オキシアルキレート短鎖ポリアミン ; 長鎖ポリアミン付加物 ; 芳香族ポリアミン ; ポリアミノアミド ; 及びポリチオールから成る群から選択される。

【 0 0 2 8 】

有機物の様々なタイプ及び組み合わせが製紙プロセスにある。本開示で実施される方法は、1又はそれ以上の有機物 / 有機物の組み合わせの堆積をモニタする働きをする。

【 0 0 2 9 】

一実施例では、有機物が疎水性である。

【 0 0 3 0 】

製紙プロセスでは、有機物が、天然汚染物質及び / 又は合成汚染物質を含んでいる。合成汚染物質としては、粘着物、粘着物質がある。白色ピッチが粘着物及び粘着物質と関連がある一般的な用語である。

40

【 0 0 3 1 】

一実施例では、粘着物がマイクロ粘着物である。

【 0 0 3 2 】

別の実施例では、マイクロ粘着物が約0 . 1 0乃至0 . 1 5 mmの大きさを超えない。

【 0 0 3 3 】

別の実施例では、粘着物及び粘着物質が印刷用インクの成分である。

【 0 0 3 4 】

50

別の実施例では、粘着物及び粘着物質が、接着剤；コーティング結合剤；スチレンブタジエンゴム；エチレン酢酸ビニル；ポリ酢酸ビニル；ポリビニルアクリル酸塩；ポリビニルブチラール；ポリブタジエン；ろう；アルキド樹脂；アクリル酸ポリオール；及び糊付剤（sizing chemical）から成る群から選択される。

【0035】

天然汚染物質としては、天然木材のピッチがある。1又はそれ以上の有機物の堆積を製紙プロセスにおける様々な場所でモニタできる。

【0036】

一実施例では、モニタリングが、パルプ処理；再生；リファイナ、再パルプ機；漂白容器；脱インク段階；水循環路；製紙又は織物機械のヘッドボックス；及びそれらの組み合わせから成る群から選択される場所における製紙プロセスにおいて行われる。

10

【0037】

本発明に含まれる製紙プロセスは、ボード生産及び再生パルプ及び／又は損紙を含む製紙プロセスを含むがこれに限定されない。

【0038】

製紙プロセスにおける水媒体は、液体及びスラリーを含んでいる。一実施例では、水媒体はパルプのスラリーである。

【0039】

製紙プロセスにおいて有機物の堆積を減らすために、様々なタイプの抑制剤を製紙プロセスに加える。抑制剤は、製紙プロセスにおいて好ましくない有機物の堆積を減らす／除去する働きをする。例えば、有機物の堆積を減らすために現在採用されている多くの抗ピッチ又は抗粘着物処理がある。このため、本発明の手順を用いることによって、これらの抑制剤の効果を判定し得る。特に、製紙薬品方案を、本発明のモニタリング手順によって得られた情報に基づいて開発し得る。さらに、フィードバック手順を開発して、モニタリングだけではなく、プロセスがより費用効率が高く、より効果的で、より良好な紙製品を生産するように製紙プロセスに加えられる化学物質の制御を行うことができる。

20

【図面の簡単な説明】

【0040】

【図1】図1は、界面活性剤で処理した人工的な粘着物の製紙用完成紙料の中のエポキシコーティングした水晶振動子の重量の時間変化を示す。

30

【図2】図2は、界面活性剤で処理した薄いストック中の人工的な粘着物の重量の時間変化を示す。

【図3】図3は、アクリル粘着剤を備えた薄いストック中のシリコンでコーティングした水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図4】図4は、シリコンでコーティングした水晶振動子上の界面活性剤の蓄積重量の時間変化を示す。

【図5】図5は、再パルプ化した人工的な粘着物の製紙用完成紙料から堆積する粘着物の重量の時間変化を示す。

【図6】図6は、脱イオン水中のエポキシコーティングした水晶振動子及び未コーティングの水晶振動子の重量の時間変化を示す。

40

【図7】図7は、再生した薄いストック中のPVC及びエポキシコーティングした水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図8】図8は、界面活性剤で処理していない再生された薄いストック中の水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図9】図9は、白水からの粘着物の堆積による水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図10】図10は、DVP60002で処理した再生した薄いストック中の水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図11】図11は、人工的なピッチの堆積による水晶振動子の重量の時間変化を示す。

【図12】図12は、薄いストック中のLDPEコーティングした水晶振動子の重量の時間変化を示す。

50

【 0 0 4 1 】

〔 実施例 〕

以下の方法を、以下に記載する試験に用いた。S R M及びR Q C M試験で使用される水晶振動子をコーティングするための方法は、センサから取り外した水晶振動子にエポキシ樹脂をスピンコーティングすることに基づくものであった。水晶振動子は、アセトンに続いて0.5 NのH C l及び純水（「D I」）で洗浄することによって、有機汚染物を取り除いた。清浄な水晶振動子を窒素流の下で乾燥し、スピンコータに入れた。10%の重量濃度のアセトン又はテトラヒドロフラン（T H F）中で2種類の樹脂を均質にした。エポキシ樹脂が水晶振動子の上部に堆積し、表面全体を覆った。水晶振動子を1分当たり2500回転（R P M）で50秒間回転させてエポキシの薄膜を形成し、室温で3日間で硬化できた。

10

【 0 0 4 2 】

水晶振動子が機器に入っているケースでは、エポキシコーティングを付けるのに様々な方法を使用した。水晶振動子の面をS R M及びR Q C M用の水晶振動子と同じ方法で洗浄したが、均質な2種類のエポキシをアセトン又はT H Fで5%の重量濃度になるようさらに希釈した。大体100マイクロリットルの本溶液を、水晶振動子の面の約6インチの上方から水晶振動子の面に滴下して、溶液を拡がり易くした。アセトンの速やかな蒸発の後、水晶振動子の面に付着した得られたエポキシの薄膜が、室温で3日間で硬化できた。

【 0 0 4 3 】

手順 A

堆積をシミュレートするために、乳化したアクリレート微小球から成るモデルとなる粘着物の懸濁液を、0.3乃至3%の濃度でパルプの懸濁液に加えた。このような試験系における堆積の速さに関するパルプの濃度の影響は、工場での適用におけるモニタリング方法の開発に関する重要な問題である。磁気攪拌器を採用する標準的なS R Mバッチシステムが、パルプが非常に低い濃度で存在する場合にうまくいくが、高濃度のスラリーを分析するのにそのシステムは適していない。モータに結合した大きなプロペラ攪拌器を用いることによって、このようなシステムを改良した。セルはスタンドにしっかりと取り付けられ、攪拌器が加熱ロッドによって通常使用される蓋のスロットを通してセルに延びた。本システムは、400 R P Mで最大5%濃度までのパルプの均一な攪拌を与えた。

20

【 0 0 4 4 】

アクリル接着剤から成るマイクロ粘着物の乳濁液を、0.25%の重量濃度のスラリーで攪拌したパルプスラリーに予混合した。そして、水晶振動子の面への質量堆積を時間の関数としてS R Mでモニタした。また、試験を実施する間、このような接着性の乳濁液によってシステムをスパイクする影響を記録した。堆積を制御する化学物質の影響を観察するために、アクリルの接着剤とともに投与されるスラリーを粘着物抑制剤で予処理し、未処理の試験方法と同じ方法でモニタした。

30

【 0 0 4 5 】

手順 B

これらの試験において、特別に設計されたフローセルを使用した。このようなフローセルにより、流れるパルプスラリーに対して測定を行って、製紙工場に設置した場合にセンサが受ける条件を模倣できる。それは、モータ及び排水バルブに結合した大きなプロペラ攪拌器に取り付けられたケトルの中のパルプスラリーの堆積物から成る。このバルブは、内径2.6 cmで55 cmの長さの管状セルであって、3つの別々のQ C Mセンサ及び温度センサに適合するよう結合部を有する管状セルを通して溜まった流れを駆動する遠心ポンプに結合される。フローセルを排出すると、スラリーが、再循環のために溜めるためのケトルにホースを通して戻されるよう案内される。全ての3つの水晶振動子について、M a x t e k R Q C M機器を用いて堆積及び温度を連続的に記録した。このようなシステムにより、ヘッドボックスの濃度（0.1乃至0.5%）に相当する濃度を有するパルプスラリーに関するデータを収集した。流れる同じパルプ懸濁液に晒される3つのセンサを備えることで、マイクロ粘着物を誘引するときの様々なコーティングの影響を直接的に推

40

50

定することができた。ここで説明したエポキシコーティングを、コーティングしていない水晶振動子、及びT s u j iらによる、「Method For Measuring Microstickies Using Quartz Crystal Microbalance With Dissipation Monitoring」、Kami Parupu Kenkyu Hap pyokai Koen Yoshishu 73, 126-129 (2006)で提案されたポリスチレンのコーティングと比較するために、フローセルに3つのセンサを取り付け、流れるパルプスラリーからの粘着物の堆積を長い時間にわたってモニタした。本試験は、上記文献の記載と比較して、提案した方法に関する顕著な利点を呈した。別の比較研究では、同じような3つの水晶振動子を使用して、流れるパルプスラリーの代わりに白水からの堆積をモニタした。

【0046】

手順C

10

本出願では、手順Bで説明したR Q C Mをセルに取り付け、パルプのライン又は（支流に結合した）製紙／組織機械に設置し、スラリー（廃液）の連続的な流れを確実にした。パルプスラリーがセンサの面のそばを1分当たり2．0乃至3．0ガロンの速さ（g p m）で流れるときの堆積を、連続的に記録した。

【実施例1】

【0047】

手順Aに関するS R Mを用いて、エポキシでコーティングした水晶振動子を、N a l c o社の化学物質の有無にかかわらず、人工的な粘着物（アクリル接着剤）への親和性に関して検査した。未処理の場合、人工的な粘着物がエポキシでコーティングした水晶振動子に蓄積した。図1及び図2に示すように、N a l c o Company, N a p e r v i l l e, I L, によって市販されている界面活性剤、D V P 6 0 0 0 2の存在により、人工的な粘着物はエポキシでコーティングした水晶振動子に対して親和性を有しなかった。

20

【0048】

図3に示すように、エポキシの代わりとして可能性のあるものとして、D o w Corning Corporationから市販されている、室温でゴム状になるシリコン（R T V）で水晶振動子をコーティングし、人工的な粘着物への親和性の高さを試験した。界面活性剤D V P 6 0 0 0 2を含む希薄なパルプスラリーに関する空試験（b l a n k experiment）では、図4に示すように、重量が長い期間にわたって増加した。界面活性剤が無い場合に重量増加が観察されなかったため、疎水性のR T Vシリコンでコーティングした水晶振動子が、スラリーから界面活性剤を引き出すことが明らかである。

30

【0049】

様々な成分の粘着物への親和性についてコーティングした水晶振動子を試験するために、人工的な粘着物の製紙用完成試料を、普通紙のコピー紙とともにP o s t - I t（登録商標）N o t e s, 3 M Corporation、及び粘着ラベルを再パルプ化することによって作製した。再パルプ化した製紙用完成試料を0．5％の濃度に希釈し、R Q C Mを用いてエポキシコーティング及びコーティングしない水晶振動子について試験した。図5に示すように、エポキシコーティングした水晶振動子は、非常に大きな塊（粘着物）を回収した。測定は、試料が再パルプ機の外に出て来た直後に実施し、水晶振動子への大部分の塊が最初の30分で蓄積した。これが再パルプ化の高いせん断力の後の粘着物の不安定性によるものであるかどうかを試験するために、再パルプ化の後にエポキシコーティングした水晶振動子で測定する前にスラリーを1．5時間攪拌した。堆積に同じような傾向が観察され、エポキシコーティングした水晶振動子が溶液中で安定な粘着物を検出し得ることを示した。

40

【実施例2】

【0050】

手順Bを用いて、R Q C M及び再循環フローセルを用いて脱イオン水及びクラフトスラリー（0．5％濃度）で、水性の環境におけるポリマーコーティングの膨張の影響を試験した。図6に示すように、結果は、膨張による信号が、マイクロ粘着物によって観察される堆積と比較して低いことを明らかに示した。

50

【実施例 3】

【0051】

手順 B を用いて、マイクロ粘着物を誘引する有効性についてコーティングを検査した。結果を図 7、8、及び 9 に示す。PVC 及びポリスチレンは、スラリー又はあまり研磨作用のない白水のいずれにおいても、マイクロ粘着物を誘引するためのコーティングとして顕著な反応を示さない。

【0052】

図 10 に示すように、測定する前に界面活性剤でスラリーを予処理することで、エポキシコーティングした水晶振動子の上への堆積を 95% 以上減らす。

【実施例 4】

【0053】

手順 A の SRM を用いて、合成ピッチの蓄積を卓上試験でモニタした。1% の合成ピッチ溶液を、633 ml のイソプロパノール中で 5 g の軟材の合成ピッチ (50% アビエチン酸、10% オレイン酸、10% パルミチン酸、10% コーンオイル、5% オレイルアルコール、5% ステアリン酸メチル、5% ベータシトステロール、及び 5% カプロン酸コレステリルの均質な混合物) を混ぜることによって調整した。この溶液の 1 ml を pH 7.3 の 10 L の DI 水に加えた。塩化カルシウム溶液 (Ca イオンが 5000 ppm、50 ml) を加えた。

【0054】

図 11 に示すように、研磨した金表面を備えた未コーティングの水晶振動子と比較して、エポキシコーティングした水晶振動子は、水性環境において木材のピッチを検出するための感度が増加している。合成ピッチの濃度が、本実験では非常に低いレベルに意図的に維持された。高濃度で QCM を用いて木材のピッチをモニタし得る一方、低濃度ではモニタし得ない。本実験は、本発明の方法が本発明の感度を改善することで、このようなモニタリングを可能にすることを示している。

【実施例 5】

【0055】

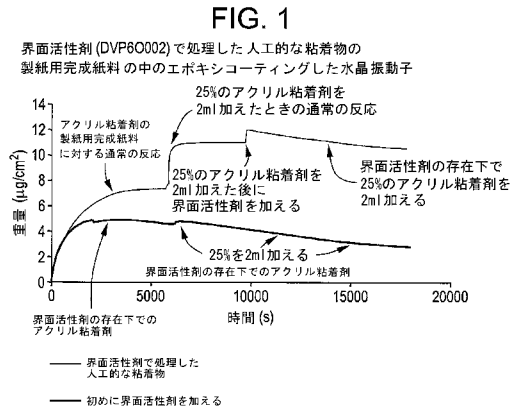
また、手順 A の SRM を用いて、低濃度のポリエチレン (LDPE) を、再生した製紙用完成紙料からマイクロ粘着物を誘引するための水晶振動子コーティングとして試験した。仮定は、疎水性のマイクロ粘着物が極めて疎水性の LDPE コーティングした水晶振動子に誘引されるということであった。図 12 の結果は、事実と異なることを示す。

10

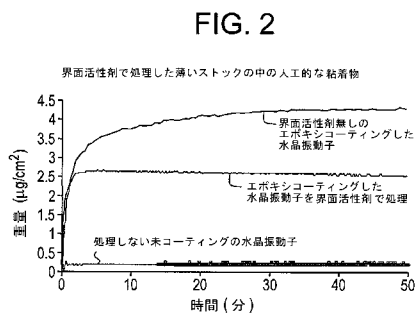
20

30

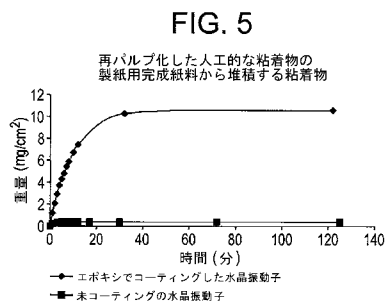
【図 1】



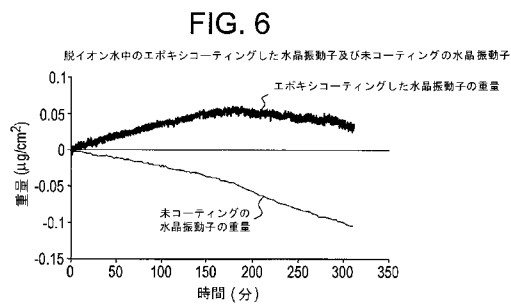
【図 2】



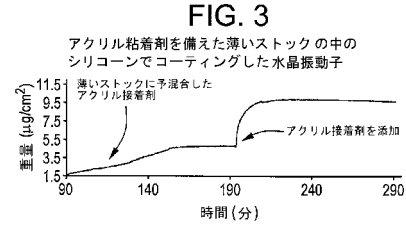
【図 5】



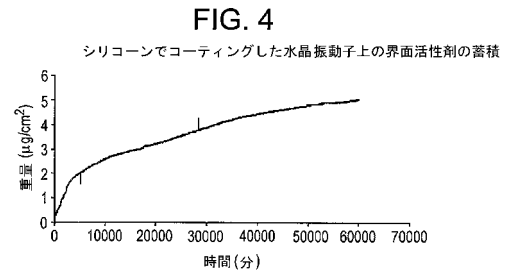
【図 6】



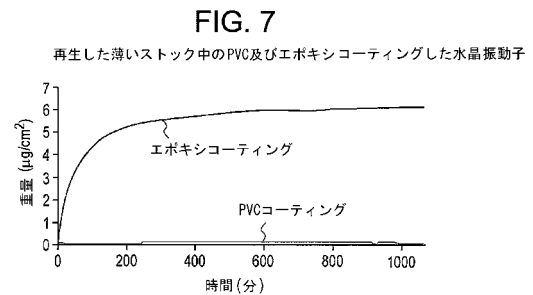
【図 3】



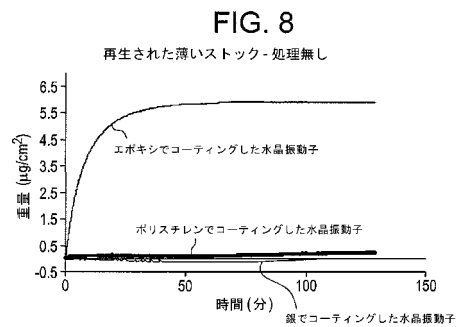
【図 4】



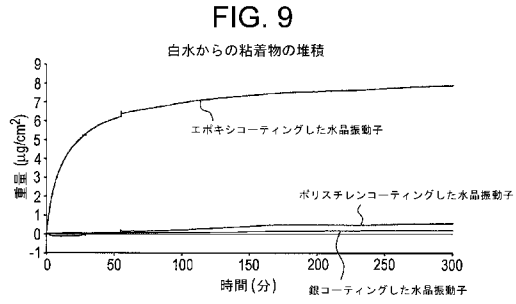
【図 7】



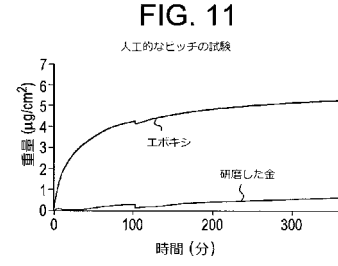
【図 8】



【図 9】

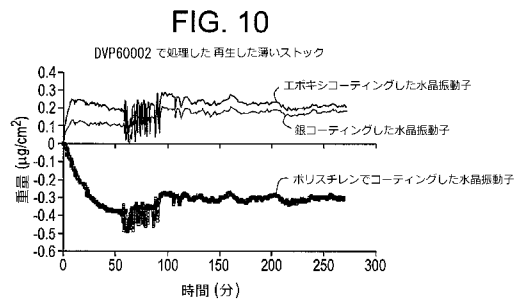
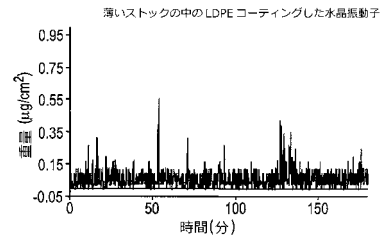


【図 11】



【図 12】

【図 10】

**FIG. 12**

フロントページの続き

(72)発明者 シェフチェンコ, セルゲイ, エム.

アメリカ合衆国 イリノイ州 60502, オーロラ, パークヒルサークル 931

(72)発明者 ムルシア, マイケル, ジェイ.

アメリカ合衆国 イリノイ州 60502, オーロラ, リバーバーチドライブ #207 3163

(72)発明者 バンクス, ロドニー, エイチ.

アメリカ合衆国 イリノイ州 60502, オーロラ, グリーンレークドライブ 1504

審査官 黒田 浩一

(56)参考文献 特開2001-083060(JP, A)

国際公開第2006/135612(WO, A1)

特開2007-271545(JP, A)

特開2001-242057(JP, A)

特開2000-065708(JP, A)

特表平11-508054(JP, A)

特表2005-523450(JP, A)

米国特許第06250140(US, B1)

特表2007-513347(JP, A)

辻洋路ら, 水晶振動子を用いた微細粘着異物測定法の検討, 第73回紙パルプ研究発表会講演要旨集, 日本, 2006年 6月 2日, p.126-129

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

G01N 5/02

D21F 7/00

JSTPlus(JDreamII)