

### (19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl. <i>D21H 25/18</i> (2006.01)	(45) 공고일자 (11) 등록번호 (24) 등록일자	2006년10월31일 10-0640118 2006년10월24일
--	-------------------------------------	--

(21) 출원번호	10-2000-7010980	(65) 공개번호	10-2001-0034725
(22) 출원일자	2000년10월02일	(43) 공개일자	2001년04월25일
번역문 제출일자	2000년10월02일		
(86) 국제출원번호	PCT/US1999/006596	(87) 국제공개번호	WO 1999/51819
국제출원일자	1999년03월25일	국제공개일자	1999년10월14일

(81) 지정국                     국내특허 : 오스트레일리아, 캐나다, 일본, 대한민국,  
  
                                      EP 유럽특허 : 오스트리아, 벨기에, 스위스, 독일, 덴마크, 스페인, 프랑스, 영국, 그리스, 아일랜드, 이탈리아, 룩셈부르크, 모나코, 네덜란드, 포르투갈, 스웨덴, 핀란드, 사이프러스,

(30) 우선권주장           09/054,690                                     1998년04월03일                     미국(US)

(73) 특허권자               프리저베이션 테크놀로지스, 엘. 피.  
                                      미합중국 펜실바니아 (우편번호 16066) 크랜베리 타운쉽 톰슨 파아크 드라이브 111

(72) 발명자                     라이너, 리. 에이치.  
                                      미국15068펜실바니아주뉴켄싱턴맥인타이어레인204

버드, 제임스, 이.  
미국16056펜실바니아주섹슨버그프리포트스트리트376

게이도스, 로버트, 엠.  
미국15632펜실바니아주엑스포트헤리슨시티로드2365

(74) 대리인                     장수길  
                                      김영

심사관 : 이형곤

### (54) 히드로플루오로에테르 담체를 사용한 셀룰로오스 기재재료의 탈산 방법

요약

본 발명은 셀룰로오스 기재의 책, 화상인쇄지 및 다른 화상인쇄된 재료의 개선된 탈산 방법에 관한 것으로, 재료의 pH를 증가시키기에 충분한 시간 동안 히드로플루오로 단독의 담체, 또는 퍼플루오르화 담체와 조합된 히드로플루오로 담체에 분산된 염기성 금속 산화물, 수산화물, 또는 염의 알칼리성 입자로 상기 재료를 처리한다. 계면활성제가 첨가된다.

대표도

도 1

색인어

셀룰로오스 기재 재료, 탈산 방법, 알칼리성 입자, 담체, 계면활성제

명세서

배경기술

종이, 책 및 신문이 열화된다는 것은 공지되어 있고, 세계적으로 도서관원과 공문서 보관인들의 이 문제에 대한 관심이 증대되고 있다. 종이가 열화되는 원인은 다양하지만 고유한 산도, 광분해, 산화, 그리고 심지어 특정 조건하에서의 미생물의 공격을 들 수 있다. 초기의 종이 질과 함께 상기 요인은 장서와 공문서 소장의 영속성을 심하게 감소시켰다. 지난 백년간 만들어진 대부분의 책에 사용된 종이의 산도가 제일 방심할 수 없는 문제점이라는 것이 일반적으로 받아들여지고 있다.

지난 세기 동안 대량의 인쇄지에 대한 필요로 인해 화학적 또는 기계적 수단을 사용하여 목재로부터 제조된 펄프 섬유가 도입되었다. 그러나, 비처리 목재 펄프로부터 제조된 종이는 화상이 야프하게 인쇄되도록 하기에는 너무 고흡습성이다. 따라서, 가공 중에 화학재료가 목재 섬유에 첨가되어야만 한다. 이런 첨가제로 인해 종이가 잉크 및 염료를 수용하게 되고 종이 불투명도가 증가하게 된다. 불행하게도, 이런 대부분의 화학재료는 산성이거나 또는 산성 메카니즘에 의해 침착되어 느리지만 심각한 종이의 산성 열화를 개시시킨다. 종이의 산성에 기여하는 다른 요소는, 인간에 의한 황 및 질소 그리고 탄소 산화물의 공업적 방출에 의해 또는 바다 소금 분무와 같은 천연 공정에 의해 공급된다. 중성 및 알칼리성의 책 또는 종이조차 영향을 받는다. 산성의 인접한 종이가 분해됨에 따라, 휘발성 산이 생성되어 인접한 책으로 확산되거나 또는 대기 중으로 퍼지고 궁극적으로 "안전하거나 안정한" 책까지도 산성화시킬 수 있다.

이런 산성 분해를 정지시키기 위해서는, 종이 재료는 탈산 처리되고 알칼리 보존제 또는 완충액이 제공되어 산성 상태로의 복귀를 저지시켜야 한다. 종이를 탈산시키는 몇가지 공지된 방법이 있다 (이 방법은 결합되거나 결합되지 않는다). 이런 다수의 방법 중에서 휘발성 금속 알킬을 사용하는 방법 (예를 들어 미국 특허 제3,969,549, 및 동 제4,051,276호), 그리고 휘발성 아민을 사용하는 방법 (예를 들어 미국 특허 제3,472,611호, 동 제3,771,958호, 및 동 제3,703,353호)이 있다. 미국 특허 제3,676,182호에는 셀룰로오스계 재료를 에틸렌 글리콜과 같은 임의의 가소제와 함께 할로젠화 탄화수소 용매 또는 n-부탄과 같은 저급 지방족 탄화수소 중에서 알칼리 금속 및 알칼리 토금속 탄산수소염, 탄산염, 수산화물로 처리하는 방법이 기재되어 있다. 스미쓰(Smith)에게 허여된 미국 특허 제3,676,055호에는 메탄올 중의 7% 메톡시화마그네슘 1000 cc 그리고 추가로 디클로로디플루오로메탄 (Freon 22) 20 파운드 (9.0 kg)을 포함하는, 셀룰로오스계 재료를 처리하기 위한 비수성 탈산 용액이 기재되어 있다. 스미쓰에게 허여된 캐나다 특허 제911,110호에는 메탄올 중의 7% 메톡시화마그네슘 용액 (10부)와 할로젠화 용매 또는 용매들 (90 부)의 탈산 용액이 기재되어 있고, 알콕시화마그네슘이 종이의 수분과 반응하여 수산화마그네슘이 되는 마그네슘의 약알칼리성 유제를 형성하는 것이 언급되어 있다. 할로젠화 탄화수소 용매를 사용하여 얻어지는 개선된 결과가 보고되어 있다.

불행히도, 상기의 모든 방법은 하나 이상의 결함을 가져서, 널리 사용될 수 없었다. 상기 결함으로는 고비용, 독성, 처리복잡성, 잔류 악취, 특정 형태의 종지와 잉크에 미치는 유해한 효과, 알칼리 보존능의 부족, 그리고 책 또는 종이를 처리 전에 수분 함량이 매우 적어지도록 건조시켜야 할 필요성을 들 수 있다.

쿤드로트(Kundrot)의 미국 특허 제4,522,843호는 선행 기술 시스템에서 나타나는 문제점에 대한 해결책을 제공하였다. 상기 쿤드로트의 특허의 방법에서는 기상 또는 액상 분산매 중에서 산화마그네슘과 같은 염기성 금속 산화물, 수산화물 또는 염으로 된 알칼리성 입자의 분산액을 이용한다. MgO가 Mg(OH)<sub>2</sub>로 전환될 때 MgO + H<sub>2</sub>O → Mg(OH)<sub>2</sub>의 반응에 따라 종이의 초기 산도를 효과적으로 중화시키고 이후의 재산화(re-acidification)를 막는 적합한 알칼리 MgO는 보존성을 제공한다. 이후에, 탈산 반응이 (하루 동안) 일어나고, 이 반응은 전형적으로 Mg(OH)<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O<sub>4</sub> → MgSO<sub>4</sub> + 2H<sub>2</sub>O로 기재된다. 상기 쿤드로트의 특허에 기재된 액상 분산매 또는 담체는 불활성 할로젠화 탄화수소이다. 이들은 탈산 반응에 참여하지 않으나, 분자를 종이의 패브릭으로 운반하는 역할을 한다. 기재된 몇몇 실시태양에서, 할로젠화 탄화수소는 프레온, 또는 클로로플루오로카본 (CFC)이다. CFC는 상부 대기 중의 오존을 고갈시키기 때문에 공중의 건강 및 환경에 유해한 것으로 밝혀졌다. 현재 CFC의 제조업자들은 임의의 구입자에게 판매하고 있는 양을 제한하고 있고, CFC의 생산을 단계적으로 완전히 중단시키고 있는 중이다.

상기 쿤드로트의 특허에 기재된, 책과 기타 셀룰로오스 기재 재료의 탈산 방법에서 CFC 담체의 대체물이 라이너 (Leiner) 등의 미국 특허 제5,409,736호에 기재되어 있다. 라이너의 특허에서는 쿤드로트의 특허의 CFC를 퍼플루오로폴리옥시에테르 및 퍼플루오로모르폴린과 같은 퍼플루오르화 담체로 대체하였다. CFC와 달리, 퍼플루오로카본은 오존층에 대한 손상을 야기하는 것으로 알려지지 않았다. 그러나, 퍼플루오로카본은 천천히 분해되어 대기 중의 열을 가두기 때문에 온실 가스로 분류된다.

<발명의 요약>

본 발명은 책, 잡지, 신문, 지도, 문서, 사진 및 엽서, 팩시밀리용지, 문서철, 화상인쇄지 등과 같은 셀룰로오스 기재 재료를 탈산시키는 방법에 있어서 개선된 방법을 제공한다. 본 방법은 일반적으로 셀룰로오스 기재 재료를, 액상 담체 또는 유사한 분산 매질 중에 분산된 산화물, 수산화물 및 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 염기성 금속의 알칼리성 입자가 셀룰로오스 기재 재료의 열극 사이로 유입되어 이 재료의 pH를 증가시키는데 충분한 양 그리고 충분한 시간 동안 상기 알칼리성 입자로 처리하는 것을 포함한다. 이러한 개선된 방법은 히드로플루오로에테르 담체 및 계면활성제를 포함하는 불활성 매질중에 염기성 입자를 분산시키는 것을 포함한다. 임의로, 담체는 히드로플루오로에테르 및 퍼플루오르화 화합물의 조합물을 포함할 수 있다.

본 발명의 히드로플루오로에테르 담체는, 페이지(page) 또는 가죽 바인딩 및 표지를 변색시켜 셀룰로오스 기재 재료를 손상시키거나, 잉크가 번지거나 아래도록 하거나, 또는 바인딩을 약화시키지 않는다. 신규 담체는 비교적 짧은 대기 수명을 가져서, 수년 내에 각 성분들로 해리된다. 신규 담체는 오존 고갈 포텐셜이 0이고, 온실 가스로서 분류되지 않는다. 따라서, 신규 담체는 종래에 사용된 CFC에 비해 생태학적으로 바람직하다.

히드로플루오로에테르 담체가, CFC 또는 퍼플루오르화 담체보다 더 적은 양의 계면활성제를 사용하여 알칼리성 입자를 더 양호하게 분산시킬 수 있음을 밝혀내었다.

**도면의 간단한 설명**

도 1은 히드로플루오로에테르에 분산된 알칼리성 입자로 된 시료의 침강 속도 및 퍼플루오르화 화합물에 분산된 알칼리성 입자로 된 시료의 침강 속도의 비교를 도시하는 그래프이다.

<바람직한 실시태양의 자세한 설명>

셀룰로오스계 재료는, 본원에 참고로 인용된 쿤드로트 (Kundrot)의 미국 특허 제4,522,843호에 기재된 바와 같이 임의의 적합한 염기성 금속 산화물, 수산화물 또는 염으로 처리될 수 있다. 쿤드로트의 특허에 따르면, 적합한 재료는 주기율표의 I족 및 II족 금속 및 아연의 산화물, 수산화물, 탄산염 및 탄산수소염이다. 재료내 양이온이 마그네슘, 아연, 나트륨, 칼륨 또는 칼슘인 재료가 바람직하다. 비교적 비독성인 마그네슘 및 아연의 산화물, 탄산염 및 탄산수소염, 및 나트륨, 칼륨 및 칼슘의 수산화물이 특히 바람직하다. 대표적인 예로는 산화마그네슘, 탄산마그네슘, 탄산수소마그네슘, 탄산아연, 탄산수소아연, 산화아연, 수산화나트륨, 수산화칼륨 및 수산화칼슘을 들 수 있다. 산화마그네슘이 가장 바람직하다. 주입도 (predominate particle size)(95-99%)는 바람직하게 0.05 내지 2.0 미크론이다. 전형적인 표면적은 50 내지 200 m<sup>2</sup>/g BET, 바람직하게 약 170 내지 180 m<sup>2</sup>/g BET이다.

입자는 원소 금속을 연소시키고, 그리고 연기, 미리 형성된 산화물의 마찰물 또는 원소 염의 하소물을 수집하여 형성될 수 있다. 예를 들어, 염기성 탄산마그네슘은 450 °C 내지 550 °C에서 하소되어 평균 입도 0.4 미크론 및 주입도 0.1 내지 1.0 미크론의 다분산된 고흡성 산화마그네슘이 제조될 수 있다. 더 작은 입자는 여과될 수 있다.

제지 공정 중에 또는 비수성 불활성 탈산화 유체의 현탁액에 종이를 침지함으로써 완성된 종이에 입자를 가할 수 있다. 본 명세서에 사용된 불활성이란 용어는 셀룰로오스 기재 재료에서 유체 매질 및 잉크, 염료, 바인딩, 표지 재료 등의 서로 간의 매우 낮은 상호작용이 매우 적거나, 바람직하게는 상호작용이 없는 것을 의미한다. 본 발명의 불활성 유체 매질은 히드로플루오로에테르 담체, 그리고 담체 중에서 염기성 입자를 분산시킬 계면활성제이다.

임의로, 담체는 히드로플루오로에테르 및 퍼플루오르화 화합물의 조합물을 포함할 수 있다. 히드로플루오로에테르는 퍼플루오르화 화합물과 모든 비율에서 혼화성이므로, 담체는 쉽게 배합될 수 있다. 담체 매질의 휘발성은 다양한 양의 퍼플루오르화 화합물을 첨가하여 목적하는 휘발성을 달성함으로써 조절될 수 있다. 퍼플루오로헥산은 퍼플루오로헥탄보다 더욱 휘발성이므로, 휘발성이 더 큰 것이 바람직한 히드로플루오로에테르와의 조합물에서는 바람직할 것이다.

미국에서 사용되는 전체 범위의 종이의 대표적인 시료가, 히드로플루오로에테르 담체; 예를 들어 경질 표지 및 연질 표지의 책, 백과사전, 정기 간행물, 신문, 잡지, 만화책 및 다른 문서에서 발견되는 것과 같은 종이를 시험하는데 포함되는 것으로 믿어진다. 또한, 시험은 백크램 (backram), 가죽, 합성 가죽 및 중합체를 포함하는 각종의 바인딩에서 수행되었다.

임의의 적합한 공지된 계면활성제가 사용되지만, 계면활성제가 손상을 야기하지 않거나 임의의 감출 수 없는 냄새를 남기지 않는 것은 중요하다. 또한 이것은 히드로플루오로에테르에 용해성이어야 한다. 바람직한 계면활성제는 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산이다. 종래의 담체 매질에서, 계면활성제는 담체 전체에 알칼리성 입자를 적절히 분산시키는 것이 중요하였다. 그러나, 히드로플루오로에테르가 알칼리성 입자에 분산매로서 사용될 경우, 종래 시스템에서 사용된 것 보다 훨씬 더 적은 계면활성제를 사용하여 더 양호한 분산이 달성된다는 것이 곧 밝혀졌다. 퍼플루오르화 담체 또는 히드로플루오로에테르 담체가 사용된 분산액에 대한 침강 속도를 비교하는 시험을 수행하였다. 광 투광법을 사용한 측정에 의해 하기 표에 기재된 값을 얻었다. 이러한 값은 네펠로법 혼탁도 단위 (Nephelometric Turbidity Units (NTU))로 기록되었다. NTU 값이 낮아짐에 따라 더 많은 빛이 시료를 통해 투광되는데, 이는 분산액으로부터 더 많은 분산상, 이 경우 염기성 입자가 침강된 것을 의미한다. 침강 속도는 분산액의 평균 입도에 직접적으로 관련되어 있다. 시험된 퍼플루오르화 담체는 하기 표에서 PF5070으로 확인된 퍼플루오로헥탄이었다. 시험된 히드로플루오로에테르는 하기 표에서 HFE7100으로 확인된 노나플루오로메톡시부탄이었다. 시험에 사용된 계면활성제는 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산 (폼블린<sup>(R)</sup>) (Fomblin) 1가 산)이었다. 이러한 결과를 하기 표 1a 내지 1d에 기재하였다.

[표 1a]

NTU	경과 시간(분)	도움	구분먼트	순차율(%)	분산 측정	회귀 산출:
HFE 7100 MgO 4g/l 계면활성제 1g/l						
1196	0	0	0	0	상수	3.082244
1122	15	74	74	6.187291	Y평가의 표준편차	2.1224
1046	30	76	150	12.54181	R <sup>2</sup>	0.962225
1071	45	-25	125	10.45151	관찰 수	11
1001	60	70	195	16.30435	자유도	9
968	75	33	228	19.06355	X 계수	0.204267
938	90	30	258	21.57191	계수의 표준편차	0.013491
890	105	48	306	25.58528		
837	120	53	359	30.01672		
841	135	-4	355	29.68227		
825	150	16	371	31.02007		
PFE 5070 MgO 4g/l 계면활성제 1g/l						
923	0	0	0	0	상수	7.199842
816	15	107	107	11.59263	Y평가의 표준편차	5.258791
749	30	67	174	18.85157	R <sup>2</sup>	0.942268
678	45	71	245	26.54388		

[표 1b]

102	347	37,5948	관찰 수	11
10	357	38,67822	자유도	9
119	476	51,57096		
26	502	54,38787	X 계수	0.405135
12	514	55,68797	계수의 표준편차	0.033427
21	535	57,96316		
24	559	60,56338		

[표 1c]

NTU	경과 시간(분)	도료	큐물렌트	손실율(%)	회귀 산출:
HFE 7100 MGO 4g/l 개면활성제 1g/l					
1037	0	0	0	0	
981	15	56	56	5,400193	상수 2,945552
964	30	17	73	7,039537	Y평균의 표준편차 2,01327
905	45	59	132	12,72903	R <sup>2</sup> 0,973994
863	60	42	174	16,77917	관찰 수 11
818	80	45	219	21,11861	자유도 9
803	95	15	234	22,56509	
769	110	34	268	25,84378	X 계수 0,194234
738	135	31	299	28,83317	계수의 표준편차 0,01058
687	160	51	350	33,75121	
663	185	24	374	36,06557	
HFE 7100 MGO 4g/l 개면활성제 1g/l					
911	0	0	0	0	회귀 산출:
887	15	24	24	2,634468	상수 3,205269
835	30	52	76	8,342481	Y평균의 표준편차 2,583309
788	45	67	143	15,69704	R <sup>2</sup> 0,963476
735	60	33	176	19,31943	관찰 수 14
720	75	15	191	20,96597	자유도 12

[표 1d]

3	194	21,29528	X 계수	0.20315
20	214	23,49067	X 계수 계수의 표준편차	0.011418
44	258	28,32053		
45	303	33,26015		
7	310	34,02854		
31	341	37,43139		
-1	340	37,32162		
25	365	40,06586		

표 1a 내지 1d의 데이터는 도 1에 제시되어 있다. 히드로플루오로에테르 7100(HFE7100)에 대한 침강율은 시험된 퍼플루오르화 화합물(PF5070)의 침강율의 약 절반임을 표시된 값으로부터 알 수 있다. 레이놀드 수(Reynold Number)가 작은 구형 입자의 자유 침강 속도에 대한 스토크(Stoke) 법칙으로부터, 이는 유효 입자 크기가 약 50% 감소되는 것과 상응한다. 중력 침강법에서, 입자의 크기는 침강 속도로부터 측정한다. 입자의 크기와 침강 속도에 관한 방정식은 스토크의 법칙

$d_{st} = \sqrt{\frac{18\eta u}{(P_s - P_f)g}}$  )으로서 공지되어 있다. 상기 식에서,  $d_{st}$ 는 스토크 직경이고,  $\eta$ 는 점도이고,  $u$ 는 중력하의 입자 침강 속도이고,  $P_s$ 는 입자 밀도이고,  $P_f$ 는 유체 밀도이며,  $g$ 는 중력 가속도이다. 따라서, 스토크 직경은 침강 속도의 제곱근에 정비례하며, 입자 밀도와 유체 밀도의 차이에 반비례한다(문헌 [Perry's Engineering Handbook, 20-7, 7<sup>th</sup> ed.] 참조).

또한, 표 1a 내지 1d의 결과로부터 4 가지 인자에 의한 계면활성제 양의 감소는 HFE7100에서 MgO의 침강율에 아무런 영향을 끼치지 않음을 알 수 있었다.

쿤드로트(Kundrot)의 특허에서 제공된 바와 같이, 입자의 액상 현탁액에 대한 적합한 담체는 불활성이고, 처리후 종이에서 제거될 정도로 증기압이 높은 것이 바람직하다. 히드로플루오로에테르의 비등점은 40°C 내지 100°C의 범위 내에 있다. 바람직한 담체의 비등점은 60°C이다.

패닝 북(fanning book), 잡지 및 기타 셀룰로오스 기재 재료를, 계면활성제로서 히드로플루오로에테르 및 폼블린(등록상표)(Fomblin®) 일가산을 이용하여 처리하고, 무취에서 강렬한 악취의 0 내지 5 등급으로 처음의 악취 정도를 기록함으로써 악취 시험을 수행하였다. 건조된 책에서는 악취가 검출되지 않았다. 폼블린(등록상표) 일가산을 HFE7100 중에 완전히 용해시켰다.

사용시, 담체에 적합한 계면활성제를 일정량, 바람직하게는  $1 \times 10^{-3}$  중량% 가하여, 적합한 계면활성제가 회합된 불활성 담체 조를 제조하였다. 이어서, 알칼리성 입자를 가하고, 담체-계면활성제 매질을 통해 분산시켰다.

계면활성제 및 알칼리성 재료의 양은 처리 시간 및 원하는 침전량에 의해 부분적으로 좌우된다. 담체는 처리될 재료가 충분히 잠길 수 있을 정도의 과량으로 존재한다. 그러나, 통상 알칼리성 재료의 농도는 약 0.01 내지 약 0.6 중량%이다. 염기성 재료 입자의 가장 바람직한 양은 약 0.01% 및 0.2% 사이이고, 계면활성제의 바람직한 양은  $6.25 \times 10^{-4}$  및  $3.74 \times 10^{-2}$  사이이다. 통상, 바람직한 알칼리성 입자인 MgO는 담체의 부피를 기준으로 약 0.3 내지 0.6 g/L로 분산액 중에 존재한다.



바람직하게, 히드로플루오로에테르 담체 및 계면활성제 중의 알칼리성 입자 현탁액을 책의 페이지 또는 다른 서류 상에 분무한다. 다른 방법으로, 셀룰로오스 기재의 재료를 조 내부에 침지시키고, 바람직하게는 본 명세서에 참고문헌으로 포함되는 미국 특허 제5,422,147호 및 미국 특허 출원 제08/586,252호(출원일: 1996년 1월 16일)에 기재된 바와 같이 움직여준다. 상기 움직임은 상온에서 10 내지 30분 동안 지속하는 것이 바람직하다.

담체 및 계면활성제 매질이 증발될 때, 상기 현탁액은 종이의 섬유를 투과하고 알칼리성 입자는 남게된다. 따라서, 종이의 pH는 증가하고, 종이의 섬유에 종이 킬로그램당 300 밀리당량 이상의 알칼리성 잔유물이 남아있게 된다. 본 발명의 개선된 방법으로 처리된 종이는 통상 pH가 7.5 내지 9.5이다.

하기의 실시예는 본 발명의 개선된 방법을 사용하여 종이 조각의 pH가 증가되었음을 증명한다.

### 실시예

#### <실시예 1>

초기 pH가 5.5이고 초기 알칼리성 잔유물 함량이 0%인, 25%의 제지용 냥마(rag) 결합 종이를 상온에서 15분 동안 HFE7100 중의 0.3 g/l MgO 및 0.075 g/l 폼블린(등록상표) 분산액에 침지시켰다. 건조한 후에, 종이의 pH는 9.9이었고, 알칼리성 잔유물 함량은 1.75%이었다(탄산칼슘 당량의 중량%로 기록).

#### <실시예 2>

HFE 7100 중의 0.6 g/l MgO 및 0.15 g/l 폼블린(등록상표) 분산액을 사용하여 실시예 1을 반복하였다. 종이의 pH는 9.8로 올라갔고, 알칼리성 잔유물 함량은 2.35%로 올라갔다(탄산칼슘 당량의 중량%로 기록).

#### <실시예 3>

HFE 7100 중의 0.3 g/l MgO, 0.3 g/l ZnO 및 0.15 g/l 폼블린(등록상표) 분산액을 사용하여 실시예 1을 반복하였다. 처리된 종이의 pH는 9.4이었고, 알칼리성 잔유물 함량은 1.65%이었다(탄산칼슘 당량의 중량%로 기록).

#### <실시예 4>

HFE 7100 중의 4.0 g/l MgO 및 1.2 g/l 폼블린(등록상표) 분산액에 침지시키는 실시예 1을 반복하였다. 처리된 종이의 pH는 9.6이었고, 알칼리성 잔유물 함량은 1.98%이었다(탄산칼슘 당량의 중량%로 기록).

#### <실시예 5>

pH가 5.5이고 알칼리성 잔유물 함량이 0%인 표준 8-1/2×11 인치 종이의 양쪽 면에, HFE 7100 중의 4.0 g/l MgO 및 1.2 g/l 폼블린(등록상표) 분산액을 90 ml/분의 속도로 한쪽 면당 2.5초씩 고르게 분무하였다. 약 7.5 ml의 분산액을 도포하였다. 처리된 종이의 pH는 9.5이었고, 알칼리성 잔유물 함량은 1.6%이었다(탄산칼슘 당량의 중량%로 기록).

### (57) 청구의 범위

#### 청구항 1.

셀룰로오스 기재 재료를, 액상 담체 중에 분산된 산화물, 수산화물 및 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 염기성 금속의 알칼리성 입자로 처리하는 것을 포함하고, 상기 입자는 담체 및 회합된 계면활성제를 포함하는 불활성 매질 중에 분산되며, 상기 담체는 히드로플루오로에테르로 구성되는 것을 특징으로 하는, 셀룰로오스 기재 재료의 탈산 방법.

**청구항 2.**

제1항에 있어서, 상기 계면활성제가 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산인 방법.

**청구항 3.**

제1항에 있어서, 상기 계면활성제가  $6.25 \times 10^{-4}$  내지  $3.84 \times 10^{-2}$  중량%의 양으로 존재하는 방법.

**청구항 4.**

제1항에 있어서, 상기 알칼리성 입자가 약 0.01 내지 0.6 중량%의 양으로 존재하는 방법.

**청구항 5.**

삭제

**청구항 6.**

산화물, 수산화물 및 염으로 이루어진 군으로부터 선택된 염기성 금속인 알칼리성 입자를, 히드로플루오로에테르 화합물 중 하나 또는 퍼플루오르화 담체에 대한 알칼리성 입자의 분산도를 증가시키기에 충분한 양의 히드로플루오로에테르와 퍼플루오르화 화합물의 조합물로 구성되는 담체, 및 회합된 계면활성제를 함유하는 불활성 매질에 분산시켜 탈산 매질을 형성하고;

상기 매질을 셀룰로오스 기재 재료에 도포하는 것을 포함하는,

셀룰로오스 기재 재료의 처리 방법.

**청구항 7.**

제6항에 있어서, 상기 금속이 마그네슘, 아연, 나트륨, 칼륨 및 칼슘으로 이루어진 군으로부터 선택된 양이온을 포함하는 것인 방법.

**청구항 8.**

제6항에 있어서, 상기 계면활성제가 히드로플루오로에테르에 용해성인 방법.

**청구항 9.**

제8항에 있어서, 상기 계면활성제가 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산인 방법.

**청구항 10.**

제6항에 있어서, 상기 히드로플루오로에테르가 노나플루오로메톡시부탄인 방법.

**청구항 11.**

제6항에 있어서, 상기 담체가 불활성이고, 처리후 물질에서 제거될 정도로 충분히 높은 증기압을 갖는 것인 방법.

**청구항 12.**

제8항에 있어서, 상기 계면활성제가  $6.25 \times 10^{-4}$  내지  $3.84 \times 10^{-2}$  중량%의 양으로 존재하는 것인 방법.

**청구항 13.**

제6항에 있어서, 상기 알칼리성 입자가 약 0.01 내지 0.6 중량%의 양으로 존재하는 것인 방법.

**청구항 14.**

히드로플루오로에테르 화합물 중 하나 또는 퍼플루오르화 담체에 대한 알칼리성 입자의 분산도를 증가시키기에 충분한 양의 히드로플루오로에테르와 퍼플루오르화 화합물의 조합물로 구성되는 담체, 및 회합된 계면활성제를 함유하는 불활성 매질 내에 산화물, 수산화물 및 염으로 이루어진 균으로부터 선택된 염기성 금속인 알칼리성 입자를 포함하는 분산액을 셀룰로오스 기재 재료에 도포하는 것을 포함하는,

셀룰로오스 기재 재료의 탈산 방법.

**청구항 15.**

제14항에 있어서, 상기 금속의 양이온이 마그네슘, 아연, 나트륨, 칼륨 및 칼슘으로 이루어진 균으로부터 선택되는 것인 방법.

**청구항 16.**

제14항에 있어서, 상기 계면활성제가 히드로플루오로에테르에 용해성인 방법.

**청구항 17.**

제14항에 있어서, 상기 계면활성제가 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산인 방법.

**청구항 18.**

제14항에 있어서, 상기 도포가 분무에 의해 이루어지는 방법.

**청구항 19.**

산화물, 수산화물 및 염으로 이루어진 균으로부터 선택된 염기성 금속인 알칼리성 입자; 및

히드로플루오로에테르 화합물 중 하나, 또는 퍼플루오르화 담체에 대한 알칼리성 입자의 분산도를 증가시키기에 충분한 양의 히드로플루오로에테르와 퍼플루오르화 화합물의 조합물로 구성되는 담체, 및 회합된 계면활성제를 함유하는 불활성 매질을 포함하는 탈산 매질.

#### 청구항 20.

제19항에 있어서, 상기 금속이 마그네슘, 아연, 나트륨, 칼륨 및 칼슘으로 이루어진 군으로부터 선택된 양이온을 포함하는 것인 탈산 매질.

#### 청구항 21.

제19항에 있어서, 상기 계면활성제가 히드로플루오로에테르에 용해성인 탈산 매질.

#### 청구항 22.

제19항에 있어서, 상기 계면활성제가 퍼플루오로폴리옥시에테르 알칸산인 탈산 매질.

#### 청구항 23.

제19항에 있어서, 히드로플루오로에테르가 노나플루오로메톡시부탄인 탈산 매질.

#### 청구항 24.

제19항에 있어서, 상기 계면활성제가  $6.25 \times 10^{-4}$  내지  $3.84 \times 10^{-2}$  중량%의 양으로 존재하는 것인 탈산 매질.

#### 청구항 25.

제19항에 있어서, 상기 알칼리성 입자가 약 0.01 내지 0.6 중량%의 양으로 존재하는 것인 탈산 매질.

#### 청구항 26.

제19항에 있어서, 상기 담체가 퍼플루오르화 화합물을 포함하는 것인 탈산 매질.

도면

도면1

