



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 등록특허공보(B1)**

(45) 공고일자 2017년03월29일  
 (11) 등록번호 10-1721275  
 (24) 등록일자 2017년03월23일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 D21H 11/20 (2006.01) D21C 5/00 (2006.01)  
 D21C 9/10 (2006.01) D21H 11/02 (2006.01)  
 D21H 11/18 (2006.01)  
 (21) 출원번호 10-2012-7002538  
 (22) 출원일자(국제) 2010년07월02일  
 심사청구일자 2015년06월24일  
 (85) 번역문제출일자 2012년01월30일  
 (65) 공개번호 10-2012-0048587  
 (43) 공개일자 2012년05월15일  
 (86) 국제출원번호 PCT/IB2010/053044  
 (87) 국제공개번호 WO 2011/004301  
 국제공개일자 2011년01월13일  
 (30) 우선권주장  
 0950535-5 2009년07월07일 스웨덴(SE)  
 (56) 선행기술조사문헌  
 JP2008169497 A  
 JP07189156 A

(73) 특허권자  
 스토라 엔소 오와이제이  
 핀란드 핀-00160 헬싱키 카나바란타 1  
 (72) 발명자  
 하이스카넨, 이스토  
 핀란드, 이마트라 에프아이-55100, 카나바-아우키  
 오 10 에이에스 13-14  
 백폴크, 카즈  
 핀란드, 랍펜란타 에프아이-53 130, 에이에스 3,  
 발토 케켈렌 카투 5  
 (뒷면에 계속)  
 (74) 대리인  
 강명구, 김현석

전체 청구항 수 : 총 8 항

심사관 : 조영길

(54) 발명의 명칭 **마이크로피브릴화 셀룰로오스 생산 공정**

**(57) 요약**

본 발명은 셀룰로오스 섬유 처리 공정에 관한 것으로서, 상기 공정은 제 1 효소 처리 단계에서 효소로 섬유를 사전-처리하는 단계를 수행한 뒤, 제 1 기계 처리 단계와 제 2 효소 처리 단계에서 상기 섬유를 기계적으로 사전-처리한 뒤, 상기 섬유를 제 2 기계 처리 단계를 거쳐 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 형성하는 단계를 포함한다. 이런 방식으로, 개선되고 에너지 효율적인 방식으로 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하는 것이 가능하다.

(72) 발명자

**베흐빌레이넨, 마리안나**

핀란드, 탐페레 에프아이-33720, 베홀호덴카투 17

**캄푸리, 타이나**

핀란드, 탐페레 에프아이-33520, 나덴카투 4

**노우시아이넨, 페르티**

핀란드, 탐페레 에프아이-33720, 팀푸린카투 2

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

셀룰로오스 섬유 처리 공정에 있어서,

- 제 1 효소 처리 단계 동안의 효소가 0.01-250 nkat/g 사이의 활성(activity)을 가지는 제 1 효소 처리 단계에서 효소로 섬유를 사전-처리하는 단계;
- 제 1 기계 처리 단계에서 상기 섬유를 기계적으로 사전-처리하는 단계;
- 제 2 효소 처리 단계 동안의 효소가 50-300 nkat/g 사이의 활성을 가지고 상기 제 2 효소 처리 단계의 효소의 활성이 상기 제 1 처리 단계의 활성보다 높도록 제 2 효소 처리 단계에서 효소로 상기 섬유를 처리하는 단계; 및 이후
- 상기 섬유를 제 2 기계 처리 단계에서 기계적으로 처리하여 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 형성하는 단계를 포함하는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 섬유는 슈레딩가공(shredding) 또는 정제가공(refining)에 의해 기계적으로 처리되는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 섬유는 총 중량으로 2-40% 사이의 농도로 기계적으로 처리되는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 4

제 3 항에 있어서,

상기 섬유는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도로 상기 제 1 기계 처리 단계에서 기계적으로 사전-처리되는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 5

제 4 항에 있어서,

상기 섬유는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도로 상기 제 2 기계 처리 단계에서 기계적으로 처리되는 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 6

제 5 항에 있어서,

pH는 상기 제 1 기계 처리 단계 또는 제 2 기계 처리 단계 동안 9 이상인 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

#### 청구항 7

제 6 항에 있어서,

상기 제 1 효소 처리 단계 또는 제 2 효소 처리 단계 동안 사용되는 효소는 셀룰라아제(cellulase)를 포함하는 효소 작용 셀룰로오스(enzyme affecting cellulose)이거나,

자일라나아제(xylanase) 또는 만나나아제(mannanase)를 포함하는 효소 작용 헤미셀룰로오스(hemicellulose)인

것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

**청구항 8**

제 7 항에 있어서,

상기 섬유는 크라프트 펄프 섬유(kraft pulp fiber)인 것을 특징으로 하는 셀룰로오스 섬유 처리 공정.

**청구항 9**

삭제

**청구항 10**

삭제

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 셀룰로오스 섬유를 처리함으로써 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하기 위한 공정에 관한 것이다.

**배경 기술**

[0002] 셀룰로오스 섬유는 셀룰로오스 폴리머로부터 제조된 다중-구성요소 구조물(multi-component structure) 즉 셀룰로오스 체인(cellulose chain)이다. 리그닌(lignin), 펜토산(pentosan) 및 종래 기술에 공지되어 있는 그 외의 다른 구성요소들이 있을 수 있다. 섬유 내에 있는 셀룰로오스 체인들은 서로 결부되어(attached) 엘리멘터리 피브릴(elementary fibril)을 형성한다. 몇몇 엘리멘터리 피브릴들은 서로에 결합되어 마이크로피브릴(microfibril)을 형성하고 몇몇 마이크로피브릴은 덩어리(aggregate)를 형성한다. 셀룰로오스 체인, 엘리멘터리 피브릴 및 마이크로피브릴 사이의 결합은 수소 결합(hydrogen bond)이다.

[0003] 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)(나노셀룰로오스(nanocellulose)로도 언급됨)는 목재 셀룰로오스 섬유(wood cellulose fiber)로부터 제조된 재료로서, 개별 마이크로피브릴은 서로 분리된다. 마이크로피브릴화 셀룰로오스는 일반적으로 매우 얇고(~20 nm) 길이는 종종 100 nm 내지 1µm 사이이다.

[0004] 마이크로피브릴화 셀룰로오스는 다수의 상이한 방법들로 생산될 수 있다. 마이크로피브릴이 형성되도록 셀룰로오스 섬유를 기계적으로 처리하는 것이 가능하다. 하지만, 이 방법은 예를 들어 섬유를 슈레딩가공하거나(shred) 또는 정제가공하기(refine) 위해 에너지를 매우 많이 소모하는 방법이기 때문에 자주 사용되지 않는다.

[0005] 박테리아로 마이크로피브릴화 셀룰로오스 또는 나노셀룰로오스를 생산하는 공정도 또 달리 선택할 수 있는 방법이다. 앞에서 기술한 방법과는 대조적으로, 이 방법은 목재 섬유 대신 또 다른 원료로부터 시작하는 생-합성 공정(bio-synthetic process)이다. 하지만, 이 공정은 매우 값비싸며 시간이 많이 소요되는 공정이다.

[0006] 또한, 섬유를 끊거나 혹은 분해하는 상이한 화학물질의 도움으로 셀룰로오스로부터 마이크로피브릴을 생산하는 것도 가능하다. 하지만, 이렇게 형성된 피브릴의 길이를 조절하는 것이 어려워서 종종 피브릴은 너무 짧아진다.

[0007] 마이크로피브릴화 셀룰로오스 생산 공정의 한 예가 WO2007091942호에 기술되어 있다. 상기 WO2007091942호에 기술된 방법에서, 마이크로피브릴화 셀룰로오스는 정제가공(refining)하고 효소 첨가와 조합하여 생산된다.

[0008] 종래 기술에 따른 기술을 사용할 때의 한 공통적인 문제점은 공정 환경이 많은 수량을 필요로 하는 대규모 또는 대형 산업 분야에 대해서는 바람직하지 않다는 것이다.

[0009] 따라서, 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하기 위한 개선된 공정에 대한 필요성이 여전히 요구된다.

**발명의 내용**

[0010] 본 발명의 목적은 개선되고 에너지 효율적인 방식으로 마이크로피브릴화 셀룰로오스(microfibrillated cellulose)를 생산하기 위한 공정을 제공하는 데 있다.

[0011] 본 발명의 또 다른 목적은 고농도로 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하는 데 있다.

[0012] 상기 목적들과 그 외의 다른 이점들은 청구항 제 1 항에 따른 공정에 의해 구현된다. 청구항 제 1 항에 기술된

것과 같이 기계 처리 단계와 효소 처리 단계를 교대로 수행함으로써, 매우 우수하게 에너지 효율적으로 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 생산하는 것이 가능하다. 게다가, 상기 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스의 농도를 증가시켜 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 취급하고, 복용하며(dosing), 건조하거나 또는 또 다른 사용자에게 전달하는 데 있어서 명백한 이점들을 제공하는 것도 가능하다. 이것은 독립항 및 종속항에 정의된 공정의 바람직한 구체예들에 의해 구현된다.

- [0013] 본 발명은 셀룰로오스 섬유 처리 공정에 관한 것으로서, 상기 공정은 제 1 효소 처리 단계에서 효소로 섬유를 사전-처리하는 단계를 수행한 뒤, 제 1 기계 처리 단계에서 상기 섬유를 기계적으로 사전-처리하는 단계를 포함한다. 그 후에, 상기 섬유는 제 2 기계 처리 단계에서 효소로 처리된 뒤 제 2 기계 처리 단계에서 상기 섬유를 최종적으로 기계적으로 처리하여 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 형성한다. 이런 방식으로, 개선되고 에너지 효율적인 방식으로 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하는 것이 가능하다.
- [0014] 제 1 효소 처리 단계 동안 효소의 활성(activity)은 0.01-250 nkat/g 사이일 수 있으나 제 1 효소 처리 단계의 활성은 낮은 것이 바람직하고 0.05-50 nkat/g 사이가 바람직하며, 제 2 효소 처리 단계 동안 효소의 활성은 상대적으로 높은 것이 바람직한데 50-300 nkat/g 사이가 바람직하다.
- [0015] 제 1 기계 처리 단계와 제 2 기계 처리 단계는 섬유를 슈레딩가공(shredding) 또는 정제가공(refining) 함으로써 수행되는 것이 바람직하다. 제 1 기계 처리 단계는 추후에 효소로 처리하기 전에 섬유 구조를 개방시킨다. 이런 방식으로, 제 2 효소 처리 단계는 제 2 기계 처리 단계를 향상시켜 따라서 마이크로피브릴화 셀룰로오스 생산을 증가시키도록 선택적이며 보다 효율적인 것이다.
- [0016] 섬유는 총 중량으로 2-40% 사이의 농도로 기계적으로 처리되는 것이 바람직하다. 상기 섬유는 총 중량으로 15-40% 사이의 고농도로 제 1 기계 처리 단계에서 기계적으로 사전-처리되는 것이 바람직하다. 고농도에서 섬유를 기계적으로 사전-처리하면 미세입자(fine)들의 양을 줄인다고 입증되었다. 그 뒤, 섬유는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도로 제 2 기계 처리 단계에서 기계적으로 처리되는 것이 바람직하다.
- [0017] 제 1 기계 처리 단계 및/또는 제 2 기계 처리 단계 동안 pH는 9 이상이 바람직하다. 기계 처리 단계 동안 pH가 증가되면 필요한 에너지가 줄어든다고 입증되었다.
- [0018] 상기 제 1 효소 처리 단계 및/또는 제 2 효소 처리 단계 동안 사용되는 효소는 셀룰라아제(cellulase)와 같은 효소 작용 셀룰로오스(enzyme affecting cellulose) 또는 자일라나아제(xylanase) 혹은 만나나아제(mannanase)와 같은 효소 작용 헤미셀룰로오스(hemicellulose)이다. 본 발명의 공정에 사용된 효소는 셀룰로오스 섬유를 분해하며 섬유의 활성과 접근성(accessibility)을 증가시키고 이에 따라 마이크로피브릴화 셀룰로오스 생산을 증가시킬 것이다.
- [0019] 셀룰로오스 섬유는 크라프트 펄프 섬유(kraft pulp fiber)인 것이 바람직하다.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0020] 본 발명은 마이크로피브릴화 셀룰로오스(microfibrillated cellulose)를 개선되고 에너지 효율적인 방식으로 생산하기 위한 공정에 관한 것이다. 게다가, 고농도(high consistency)로 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하는 것도 가능하다.
- [0021] 제 1 효소 처리 단계를 수행하고 제 1 기계 처리 단계를 수행한 후에 제 2 효소 처리하는 공정을 조합하면 섬유 구조를 개선된 방식으로 활성화시키고 개방시킨다고 입증되었다. 더구나, 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 생산하기 위해 상기 처리된 섬유를 제 2 기계 처리하는 단계가 수행될 수 있다는 사실도 입증되었다. 상기 공정에 의해, 우수하게 조절할 수 있으며 비용적으로 효율적인 방식으로 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 생산하고 또한 고농도로 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)를 생산하는 것이 가능하다고 입증되었다.
- [0022] 셀룰로오스 섬유의 제 1 효소 처리 단계 후에, 바람직하게는 고농도로 제 1 기계 처리 단계를 수행하면, 섬유의 절단(cutting)을 증가시킬 수 있으면서도 미세입자(fine)들이 생성되는 것을 적게 유지할 수 있다. 제 1 기계 처리 단계 후에 생성되는 미세입자의 양을 최소로 유지하는 것이 바람직한데, 이는 제 2 효소 처리 단계에서 첨가되는 효소는 상기 효소가 섬유를 분해하기 전에 우선적으로 미세입자를 분해하기 때문이다. 이에 따라, 적은 양의 미세입자들은 제 2 효소 처리 단계의 효율성을 높인다.
- [0023] 제 1 효소 처리 단계 및 제 2 효소 처리 단계는 효소가 셀룰로오스 섬유를 분해하고 마이크로피브릴화 셀룰로오스의 생산을 증가시키기 위해 수행된다. 효소는 섬유의 제 1 층을 분해하여 이에 따라 섬유의 접근성

(accessibility)을 높이고 섬유 구조에 침투하여 피브릴 사이에 유입될 수 있다. 이러한 효소 처리 단계에 의해, 기계적으로 처리된 부분이 확장되는 것을 줄일 수 있다. 셀룰로오스 섬유를 기계적으로 처리하면 섬유 강도가 매우 감소될 수 있으며 이에 따라 이렇게 처리된 부분의 수준(extent)을 가능한 최대로 줄이는 것이 바람직하다. 제 1 기계 처리 단계와 제 2 기계 처리 단계를 수행하기 전에 효소로 섬유를 처리함으로써 섬유 강도가 불필요하게 감소되는 것을 방지할 수 있는데, 이는 기계 처리 시간이 줄어들 수 있으며 이러한 기계 처리 단계들이 보다 부드럽게 수행될 수 있기 때문이다.

- [0024] 제 1 처리 단계 및 제 2 처리 단계에서 사용되는 효소는 셀룰로오스 섬유를 분해하는 임의의 목재 퇴화 효소(wood degrading enzyme)일 수 있다. 셀룰라아제(cellulase)가 사용되는 것이 바람직하지만 그 외의 사용가능한 효소, 가령, 예를 들어 자일라나아제(xylanase)와 만나나아제(mannanase)와 같이 헤미셀룰로오스(hemicellulose)를 분해하는 효소도 사용될 수 있다. 제 1 효소 처리 단계와 제 2 효소 처리 단계에서 동일한 효소 또는 상이한 효소가 사용될 수도 있다. 상기 효소는 종종 효소 준비단계(enzymatic preparation)의 주 효소(main enzyme)보다는 그 외의 효소 활성의 작은 부분들을 포함할 수 있는 효소 준비단계에 있다.
- [0025] 약 4-5%의 농도를 가진 슬러리 형태로 구성된 섬유에 효소가 첨가된다. 이 효소는 전체 반응 시간 동안 또는 제 1 처리 단계 및/또는 제 2 처리 단계의 시작부에서 교반되는 동안 첨가된다.
- [0026] 효소로 처리하기 위해 사용되는 온도는 30-85℃ 사이일 수 있다. 하지만, 이 온도는 사용되는 효소 및 특정 효소에 대한 최적의 작업 온도에 좌우될 뿐만 아니라 시간과 pH와 같은 그 외의 다른 처리 변수들에 좌우된다. 셀룰라아제가 사용되는 경우, 처리 단계 동안의 온도는 약 50℃일 수 있다.
- [0027] 제 1 효소 처리 단계 및 제 2 효소 처리 단계는 30분 내지 5시간 동안 지속될 수 있다. 필요한 시간은 처리된 셀룰로오스 섬유 및 효소의 활성에 좌우될 뿐만 아니라 처리 온도에 좌우된다.
- [0028] 상기 효소 처리 단계들은 효소를 변성시키기(denaturate) 위하여 pH 또는 온도를 올림으로써 종료될 수 있다. 효소로 처리하는 동안의 pH는 4-6 사이가 바람직하다.
- [0029] 제 1 처리 단계 동안 효소의 활성은 0.01-250 nkat/g 사이일 수 있으며 0.05-50 nkat/g 사이가 바람직하다. 제 1 효소 처리 단계를 사용하는 목표는 오직 섬유의 상층 표면을 약화시키거나 또는 분해하는 것이다. 이에 따라, 섬유가 너무 많이 분해되지 않도록 효소의 활성은 낮은 것이 바람직하다. 제 2 효소 처리 단계 동안 효소의 활성은 50-300 nkat/g 사이가 바람직하다. 위에서 기술한 것과 같이 상층 표면 뿐만 아니라 섬유의 제 1 층을 분해하기 위하여 제 2 효소 처리 단계가 수행된다. 이에 따라, 제 2 효소 처리 단계 동안 효소 활성은 제 1 효소 처리 단계 동안보다 더 높을 필요가 있다.
- [0030] 제 1 효소 처리 단계 후에, 셀룰로오스 섬유는 제 1 기계 처리 단계에서 기계적으로 사전-처리된다.
- [0031] 이 섬유들은 섬유의 특정 표면적을 증가시키며 이런 방식으로 제 2 효소 처리 단계의 작용을 개선하고 용이하게 하기 위하여 슈레딩가공하거나(shred) 또는 정제가공하는(refine) 것이 바람직하다. 상기 슈레딩가공 또는 정제가공은 총 중량으로 2-40% 사이의 농도로 수행될 수 있다. 하지만, 고농도, 바람직하게는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도가 종종 바람직하거나, 또는 총 중량으로 10-20% 사이의 농도가 종종 바람직하다. 낮은 농도, 예를 들어 총 중량으로 2-6%의 농도 또는 중간 농도 예를 들어 총 중량으로 10-20%의 농도도 사용될 수 있다.
- [0032] 제 1 기계 처리 단계 후에 미세입자들은 예를 들어 처리된 섬유를 분할함으로써 분리될 수 있으며, 따라서 상대적으로 긴 섬유들이 제 2 효소 처리 단계와 기계 처리 단계에서 추가로 처리될 수 있다.
- [0033] 제 1 기계 처리 단계는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도로 수행되는 것이 바람직하다. 셀룰로오스 섬유를 상당히 낮은 효소 활성으로 제 1 효소 처리하고 난 뒤 고농도에서 기계 처리 단계를 수행하면, 기계 처리 단계에 비해 미세입자 양을 최소로 유지하면서도 섬유의 절단(cutting)을 증가시킬 수 있으며 즉 섬유 길이가 줄어든 섬유가 생산될 수 있다고 입증되었다. 효소 처리 동안 많은 양의 미세입자가 생성되면, 효소는 효소 처리를 위한 목표인 섬유가 아닌 섬유를 우선 분해시킬 것이다. 이에 따라, 제 1 효소 처리 단계 및 기계 처리 단계는 제 2 효소 처리 단계의 효율을 증가시키며 따라서 마이크로피브릴화 셀룰로오스의 생산 효율과 제 2 기계 처리 단계의 효율을 높일 것이다. 게다가, 섬유 길이를 줄임으로써 고농도의 기계 처리 동안 활동성(runability)이 증가된다. 기계 처리 단계 동안 농도를 높일 수 있기 때문에, 미세입자들이 덜 생성될 것이며 섬유 표면을 더 개방시켜 효소가 침투하게 만드는 내부 피브릴화 작용(internal fibrillation)이 향상된다.
- [0034] 정제가공 및 슈레딩가공 외에도, 섬유를 부드럽게 하고(soften) 그 다음 처리 단계 전에 섬유를 보다 활성적이고 반응적으로(reactive) 만들기 위하여, 비팅(beating), 증기 폭발(steam explosion), 디화이브레이션

(defibration), 균질화(homogenization), 초음파 처리(untrasonic treatment), 건식 절삭(dry cutting)과 같은 그 외의 다른 기계적 사전-처리 단계 또는 그 외의 다른 공지되어 있는 기계적 섬유 처리 단계들도 사용될 수 있다.

- [0035] 제 1 기계 처리 단계 후에, 약 4-5%의 농도를 가진 슬러리 형태로 구성된 섬유에 다시 한번 효소가 첨가된다. 이 효소는 전체 반응 시간 동안 또는 제 2 효소 처리 단계의 시작부에서 교반되는 동안 첨가된다. 제 2 효소 처리 단계를 수행하면, 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 형성하기 위해 섬유의 활성(activity)과 접근성(accessibility)을 증가시키고 그 뒤의 기계 처리 단계를 향상시킨다.
- [0036] 이 후, 섬유는 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 형성하기 위해 제 2 기계 처리 단계에서 기계적으로 처리된다. 이러한 처리 단계 동안의 온도와 시간은 앞서 수행된 처리 뿐만 아니라 처리된 섬유에 따라 가변되며 원하는 섬유 길이를 가진 섬유를 수용하기 위해 조절된다. 제 2 기계 처리 단계는 정제기(refiner), 디화이버레이터(defibrator), 비터(beater), 마찰 그라인더(friction grinder), (캐비트론 로터/스테이터 시스템과 같은) 하이 쉬어 화이버레이터(high shear fibrillator), 디스퍼저(disperger), (마이크로 플루이다이저(micro fluidizer)와 같은) 균질화장치(homogenizator) 또는 그 외의 다른 공지되어 있는 기계적 섬유 처리 장치에 의해 수행될 수 있다. 일반적으로 마이크로 플루이다이저 내에서 처리되는 동안에 섬유의 농도는 매우 높을 수 없다. 하지만, 고농도에서 좁다란 모세관(capillary)에서 고압에 섬유를 노출시키면, 섬유에 높은 기계적 충격(mechanical impact)가 가해질 것이며 이 섬유들은 청구항 제 1 항에 기술된 공정에 따라 마이크로 플루이다이저 내에서 고농도로 처리될 수 있다.
- [0037] 기계 처리 단계 동안 섬유의 농도는 총 중량으로 2-40% 사이가 바람직하다. 제 2 기계 처리 단계 동안에는 고농도, 바람직하게는 총 중량으로 15-40% 사이의 농도를 가지는 것이 바람직하다. 따라서 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)는 고농도, 바람직하게는 총 중량으로 15% 이상 또는 총 중량으로 15-40% 사이가 바람직하거나 혹은 심지어 총 중량으로 15-25% 사이가 더 바람직하다. 이런 방식으로, 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 매우 농축된 형태로 사용 현상으로 이송하는 것이 가능하다. 필요 시에는, 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스가 팽윤하게(swell) 만들기 위해 물 또는 화학물질을 첨가하고 이에 따라 모든 마이크로피브릴이 물 또는 화학물질 내에서 분리되게 하는 것이 가능하다. 마이크로피브릴화 셀룰로오스가 팽윤되고 정제기, 슈레더 또는 그 외의 다른 기계 처리 장치로부터 상기 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스를 제거하기가 어려울 수 있기 때문에, 제 2 기계 처리 단계 동안 물을 첨가하는 것이 방지되어야 한다.
- [0038] 제 1 기계 처리 단계 및/또는 제 2 기계 처리 단계 동안 pH는 9 이상이 바람직하며 10 이상이 훨씬 더 바람직하다. 기계 처리 단계 동안 pH가 증가되면 기계 처리 효율이 올라가고 따라서 필요한 에너지가 감소된다고 입증되었다.
- [0039] 또한, 청구항 제 1 항에 따른 공정 동안 섬유의 팽윤 또는 섬유간 마찰을 변화시키도록 화학물질을 첨가하는 것도 가능하다. 마찰 감소 화학물질들은 예를 들어 카복시메틸셀룰로오스(carboxymethylcellulose; CMC), 전분 또는 폴리 아크릴아미드(PAM)와 같은 상이한 폴리머 또는 표면 활성제일 수 있다. 마찰 증가 화학물질들은 예를 들어, 탈크(talc), 칼슘 카보네이트, 카올린 또는 티나늄 다이옥사이드 등과 같은 필러(filler)일 수 있다. 섬유의 팽윤을 증가시키거나 또는 감소시키는 화학물질들은 예를 들어 소듐 하이드록사이드, 그 외의 다른 pH 변화 화학물질, 상이한 염(salt) 또는 하전된 폴리머(charged polymer)일 수 있다. 이러한 화학물질들은 제 2 기계 처리 단계 전에 제 2 효소 처리 단계 후에 첨가되는 것이 바람직하다. 하지만, 제 1 기계 처리 단계 동안 또는 제 1 기계 처리 단계 전에 이 화학물질들을 첨가하는 것도 가능하다. 예를 들어 폴리머를 첨가하는 또 다른 이유는 피브릴을 안정화시키기 위한 것이다.
- [0040] 본 발명에 따른 공정에 사용된 셀룰로오스 섬유는 크라프트 펄프(kraft pulp) 섬유가 바람직한데 즉 크라프트 공정(kraft process)에 따라 처리되는 것이 바람직하다. 크라프트 펄프 내에 있는 섬유들의 주 벽(primary wall)이 종종 섬유가 피브릴을 형성하는 것을 방지한다고 입증되었다. 따라서, 상기 주 벽을 제거할 필요가 있다. 섬유의 사전-처리를 향상시킴으로써 섬유의 주 벽이 제거될 수 있다. 따라서, 증가된 정제술, 바람직하게는 고농도의 정제술이 매우 효율적인 것으로 입증되었다. 또한, 효소 작용 헤미셀룰로오스가 정제가공과 조합하여, 바람직하게는 고농도의 정제가공과 조합하거나 또는 단독으로 사용될 수 있다. 셀룰로오스 섬유의 주 벽을 제거할 때 청구항 제 1 항에 기술된 것과 같이 효소 사전-처리, 기계 처리, 효소 처리 및 기계 처리의 조합이 매우 효율적인 것으로 입증되었다. 하지만, 그 외의 다른 화학 펄프, 기계 펌프 또는 화학-기계 펄프도 사용될 수 있는데 한 예는 설파이트 펄프(sulphite pulp)이다. 또한 섬유는 표백되거나(bleached) 또는 표백되지 않음(unbleached) 수도 있다. 얇은 섬유 벽을 가진 섬유가 사용되는 것이 바람직하다.

- [0041] 셀룰로오스 섬유는 견목(hardwood) 및/또는 연목(softwood) 섬유일 수 있다. 설파이트 펄프(sulphite pulp)와 소나무 크라프트 펄프(pine kraft pulp)가 유칼립투스(eucalyptus)와 자작나무 크라프트 펄프(birch kraft pulp)와 비교하였을 때 본 발명에 따라 처리될 때 더 작은 분율(fraction)로 분해된다고 입증되었다. 따라서, 본 발명에 따른 공정으로 연목 섬유를 처리하는 것이 바람직하다.
- [0042] 이렇게 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)는 매우 우수한 결합 성질을 가지는 데 즉 유리, 알루미늄, 종이 또는 목재와 같은 서로 다른 재료에 잘 결합된다. 따라서 이러한 마이크로피브릴화 셀룰로오스는 필름(film) 생산을 위해 사용될 수 있다. 상기 생산된 마이크로피브릴화 셀룰로오스가 지닌 또 다른 이점으로는, 상기 마이크로피브릴화 셀룰로오스가 바이오-배리어(bio-barrier) 및 섬유계 기질(fiber based substrate)과 같은 상이한 재료들 사이에서 주 제제(priming agent)로서 사용될 수 있다는 것이다.
- [0043] 마이크로피브릴화 셀룰로오스(MFC)는 종종 나노셀룰로오스로서 언급된다. 수상(water phase)의 슬러리 내에 위치되고 분리된 마이크로피브릴과 표면 상에서 마이크로피브릴을 가지며 피브릴화된 섬유들이 마이크로피브릴화 셀룰로오스 정의에 포함된다.