

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

特許第7064481号

(P7064481)

(45)発行日 令和4年5月10日(2022.5.10)

(24)登録日 令和4年4月26日(2022.4.26)

(51)国際特許分類		F I	
D 2 1 H	11/20 (2006.01)	D 2 1 H	11/20
C 0 8 B	15/04 (2006.01)	C 0 8 B	15/04

請求項の数 16 (全9頁)

(21)出願番号	特願2019-500790(P2019-500790)	(73)特許権者	501239516 ストラ エンソ オーワイジェイ フィンランド国 0 0 1 0 1 ヘルシンキ ピーオー ボックス 3 0 9
(86)(22)出願日	平成29年7月3日(2017.7.3)	(74)代理人	110000855 特許業務法人浅村特許事務所
(65)公表番号	特表2019-522123(P2019-522123 A)	(72)発明者	バックフォルク、カイ フィンランド国、ヴィルマンストランド 、イマトランティエ 1 3 アー 6
(43)公表日	令和1年8月8日(2019.8.8)	(72)発明者	ヘイスカネン、イスト フィンランド国、イマトラ、カナヴァ - アウキオ 1 0 アーエス 1 3 - 1 4
(86)国際出願番号	PCT/IB2017/054007	(72)発明者	サウッコネン、エサ フィンランド国、ラッペーンランタ、ポ ロンカトゥ 1 7 ベー 2
(87)国際公開番号	WO2018/011669		
(87)国際公開日	平成30年1月18日(2018.1.18)		
審査請求日	令和2年6月3日(2020.6.3)		
(31)優先権主張番号	1651027-3		
(32)優先日	平成28年7月11日(2016.7.11)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	スウェーデン(SE)		

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 ミクロフィブリル化セルロースへ変換するための中間体生成物を製造する方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

以下を含む、ミクロフィブリル化セルロースに後で変換するために適切な中間体生成物を調製する方法：

a) 0.4未満の置換度を有するカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化セルロース繊維を含む水性懸濁液を提供するステップ、前記0.4未満の置換度を有するカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化セルロース繊維の濃度は懸濁液の固体の少なくとも5重量%である；及び

b) ステップ a) の懸濁液をワイヤ上で脱水して、少なくとも30%の乾燥含量を有するシート状又は紙匹状の中間体生成物を取得するステップであり、前記懸濁液が、懸濁液の固体の少なくとも1重量%の少なくとも1つの添加剤の濃度を有するステップ、前記添加剤は歩留向上剤、脱水助剤、塩及びこれらの添加剤のいずれかの組合せから選択され、前記添加剤はステップ a) 又はステップ b) において懸濁液に加えられる。

【請求項 2】

ステップ a) において使用されるカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化繊維の置換度が、0.01から0.4である、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

ステップ a) において使用されるカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化繊維の置換度が、0.15から0.3である、請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

ステップ b) で脱水されている懸濁液中の添加剤の濃度が、懸濁液の固体の少なくとも 5 重量%である、請求項 1 から 3 のいずれかに記載の方法。

【請求項 5】

ステップ b) で脱水されている懸濁液中の添加剤の濃度が、懸濁液の固体の少なくとも 10 重量%である、請求項 4 に記載の方法。

【請求項 6】

少なくとも 1 つの添加剤が塩である、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

添加剤が歩留向上剤、脱水助剤、又はこれらの組合せから選択される、請求項 1 ~ 5 のいずれかに記載の方法。

10

【請求項 8】

塩が塩化ナトリウム、塩化カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム、塩化リチウム、塩化カリウム、臭化ナトリウム、臭化カリウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウム、窒化カリウム、酢酸ナトリウム、水酸化カリウム、クエン酸ナトリウム、リン酸亜鉛、及びリン酸鉄から選択される 1 価又は 2 価の金属塩である、請求項 6 に記載の方法。

【請求項 9】

添加剤がステップ a) における懸濁液中に存在する、請求項 1 ~ 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 10】

添加剤がステップ a) において懸濁液に加えられている、請求項 9 に記載の方法。

20

【請求項 11】

添加剤がステップ b) において懸濁液に加えられる、請求項 1 から 8 のいずれかに記載の方法。

【請求項 12】

添加剤がステップ b) において噴霧により加えられる、請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

ステップ a) においてカルボキシメチルセルロースが使用される、請求項 1 ~ 12 のいずれかに記載の方法。

【請求項 14】

ステップ a) においてカルボキシル化セルロース繊維が使用される、請求項 1 ~ 12 のいずれかに記載の方法。

30

【請求項 15】

カルボキシル化繊維がヘミセルロースを 5 ~ 15 重量%含有する、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 16】

請求項 1 ~ 15 のいずれかに記載のステップを含み、以下の後続のステップをさらに含む、マイクロフィブリル化セルロースを調製する方法：

c) ステップ b) で得られた中間体生成物を水中に分散して、分散系を得るステップ、任意に添加剤及び/又は繊維及び/又は鉱物の添加を伴う；及び

d) ステップ c) の分散系を機械的にフィブリル化して、マイクロフィブリル化セルロースを得るステップ。

40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、保存及び輸送が可能であり、変換時に限られたエネルギー入力で効率的にマイクロフィブリル化セルロースに変換できる中間体生成物 (intermediate product) を製造する方法に関する。より詳細には、本発明は、低い置換度及び多量の添加剤を有する、脱水されたカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化セルロース繊維の使用に関する。

【0002】

背景

50

マイクロフィブリル化セルロース又はナノフィブリルセルロース用の中間体生成物の製造は、先行技術から公知である。少量の荷電基でセルロース繊維を官能化することにより、膨潤を促進し、さらにフィブリル化、すなわち個々のフィブリル又はフィブリル凝集体の遊離を促進する。繊維が膨潤でき、フィブリル化に適すると同時に、中間体生成物を脱水することは遙かに難しくなる。

US 6 6 0 2 9 9 4 は、誘導体化マイクロフィブリル多糖類を生産する方法を対象とする。誘導体化工程において、非マイクロフィブリル多糖類をアルカリ性条件下でアニオン試薬などの膨潤剤と接触させる。その後、非マイクロフィブリル多糖類にエネルギーを適用することにより、マイクロフィブリル化が完了する。

US 2 0 1 3 0 0 5 3 4 5 4 が指向した方法は、セルロース繊維を機械、化学、及び/又は酵素処理により前処理し、顔料と混合して分散系 (dispersion) を生成し、その後、前処理セルロース繊維及び顔料の分散系を分散させ、それによってマイクロフィブリル化セルロースを含む組成物を生成するものである。

JP 2 0 1 5 0 0 0 9 7 7 は、100 から 245 MPa の高圧での噴射処理により、水性溶媒中でカルボキシメチルセルロースからカルボキシメチルセルロースナノファイバーを生産する方法を対象とする。

WO 2 0 1 5 / 0 8 2 7 7 4 A 1 は、製造場所でセルロースパルプを変性セルロースパルプに処理し繊維の離解への感受性を増大させ、変性セルロースパルプを適切な乾物含量に設定し、ナノフィブリルセルロースに離解する使用場所に変性セルロースパルプを輸送することを含む、変性セルロース製品の作製を対象とする。

WO 2 0 1 6 0 2 4 0 4 6 A 1 は、部分的にゲル化又はフィブリル化された中間体生成物を提示する。生成物は好ましくはカルボキシル基で変性され、脱水は好ましくは低 pH で行われる。さらにパルプ濃度 (pulp consistency) は洗浄工程後に 20 ~ 30 % であることが強調されている。

【0003】

しかし、脱水/乾燥及びフィブリル化/混合の双方に関して、限られたエネルギーを使用するだけでなく、機能性薬品をゲル化生成物に効率的に混入することを考慮した場合、効率的にマイクロフィブリル化セルロースを生産する、より効率的な方法が依然として必要である。その上、容易に保存し、輸送し、且つ紙又は板紙製品を製造するプロセスにて現場で使用直前にマイクロフィブリル化セルロースへ変換できる中間体生成物を効率的に提供できる必要性がある。このような中間体生成物のため、限られたエネルギー入力で、理想的には複雑な繊維活性化、湿潤剤、酵素処理、又は高価な装置を使用せずに、中間体生成物をマイクロフィブリル化セルロースに変換できることが必須である。

【0004】

発明の概要

驚くべきことに、特定の機能性添加剤を加えることが、低い置換度を有するカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化繊維を含む中間体生成物であって、その後叩解、流動化、又は均質化するプロセスステップにおいてマイクロフィブリル化セルロースへ効率的に変換できる中間体生成物の生成能力に大きく影響を与えることができることを見出された。より具体的には、中間体生成物を調製するときに特定の添加剤又は添加剤の組合せを使用することにより、限られたエネルギーの使用で、高価な装置の使用を避けて、その後、マイクロフィブリル化セルロースを前記中間体生成物から得ることができることを見出された。

【0005】

このように、本発明の1つの態様は、マイクロフィブリル化セルロースへ後で変換できる中間体生成物を製造する方法であって、

- a) 0.4 未満の置換度を有するカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化セルロース繊維を含む水性懸濁液を提供するステップと、
- b) ステップ a) の懸濁液をワイヤ上で脱水して、少なくとも 30 % の乾燥含量を有するシート状又は紙匹 (web) 状の中間体生成物を取得するステップであり、前記懸濁液が、

懸濁液の固体の少なくとも1重量%の少なくとも1つの添加剤の濃度を有するステップとを含む上記方法である。

ステップb)で得られる中間体生成物は、典型的に少なくとも1mmの平均繊維長を有する。

【0006】

本発明の1つの態様において、ステップa)において使用されるカルボキシメチルセルロースはステップa)の前に精製されている。

ステップa)において使用される添加剤は、1つの態様において、歩留向上剤、脱水助剤、塩、又はこれらの添加剤のいずれかの組合せである。ステップa)において使用される添加剤は、歩留向上剤、脱水助剤、又はこれらの添加剤のいずれかの組合せから選択してもよい。歩留向上剤及び脱水助剤は、1成分、2成分、又は多成分の歩留向上系 (retention systems) のいずれかであってもよい。歩留向上薬品は、脱水助剤と組み合わせてもよい (これらのタイプの薬品間ではある程度の重複がある)。歩留向上薬品の例は、ポリエチレンイミン、ポリアミドアミン、ポリDADMAC、ポリアミン、塩化ポリアルミニウム、硫酸ポリアルミニウム、ポリアクリルアミド、カチオン性デンプン、ベントナイト、モンモリロン、ミョウバン、シリカ又はカチオン化シリカなどの変性シリカ、炭酸カルシウムなどのナノサイズカチオン化無機物、粘土などである。さらに、界面活性剤のような界面活性薬品は、脱水率 (例えばSDS) 及び再分散だけでなく、ステップc)及びステップd)における再分散及びフィブリル化にも影響を与え得る。繊維を電荷中和する又は凝集させることが知られている他の薬品も使用できる。エタノール、又はイソプロパノールアルコール、又はイソプロパニールアルコール (IPA) などの共溶媒の使用は、脱水を向上させる添加剤又は共添加剤として使用できる。

【0007】

歩留向上系又は脱水系は、典型的にはカチオン性ポリマー、好ましくは高荷電のものを含むが、もちろんこれらに限定されず、疎水性グラフトカチオン性ポリマー、又はpH感受性ポリマーなどの、脱水に正の影響を与え得る他の官能化されたポリマー又は粒子を含んでいる。

歩留向上系は、1種又は2種以上の上記の薬品又は列挙された薬品の類似体を含んでよい。1つの態様において、ステップa)の生成物はステップb)の前に洗浄に付される。

1つの態様において、ステップb)で脱水されている懸濁液中の添加剤は、ステップa)における懸濁液中に存在する。1つの態様において、添加剤は、ステップa)において懸濁液に加えられた。1つの態様において、添加剤は、例えば、ステップb)において噴霧により懸濁液に加えられる。1つの態様において、添加剤は、ステップa)及びステップb)の両方において懸濁液に加えられる。

【0008】

シート状又は紙匹状である、ステップb)で得られる中間体生成物は、直ちに保存及び輸送できる。貯蔵及び輸送を容易にするために破片に切り刻んでよい。前記ステップb)で得られる中間体生成物は、その後以下の通り、

c) 任意に添加剤及び/又は繊維及び/又は鉱物を加えて、ステップb)の中間体生成物を水中に溶解して、分散系を得る、及び

d) ステップc)の分散系を機械的にフィブリル化して、マイクロフィブリル化セルロースを得る

処理をすることができる。

ステップd)の生成物を、その後、製紙プロセスに与えてもよい。ステップd)の生成物は典型的に、このような製紙プロセスにおいて、効率的な脱水助剤、紙力増強剤 (strength enhancing agent)、又は歩留向上剤として作用する。得られる生成物は表面サイジング、着色、又は塗工における構成成分としても使用できる。

【0009】

本発明の1つの態様において、ステップa)において使用されるカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化繊維の置換度は、0.01から0.4、例えば0.15から0.

10

20

30

40

50

3である。

本発明の1つの態様において、ステップb)における脱水はワイヤ又は多孔性織物上で実施される。

本発明の1つの態様において、ステップb)で脱水されている懸濁液は、未変性マイクロフィブリル化セルロース、及び/又は酸化マイクロフィブリル化セルロースも含有する。

本発明による中間体生成物の坪量は、典型的に少なくとも10 g s m、例えば少なくとも20 g s m、少なくとも50 g s m、又は少なくとも100 g s mである。

本発明の1つの態様において、ステップb)で脱水されている懸濁液の添加剤の濃度は、少なくとも1重量%、好ましくは少なくとも5重量%、より好ましくは10重量%である。1つの態様において、添加剤は塩、任意に1種又は2種以上の歩留向上剤及び/又は脱水助剤との組合せである。塩(1種又は複数)は、典型的に1価又は2価又は多価の金属塩である。このような塩の例は、塩化ナトリウム、塩化カルシウム、硫酸ナトリウム、硫酸カルシウム、塩化リチウム、塩化カリウム、臭化ナトリウム、臭化カリウム、ヨウ化ナトリウム、ヨウ化カリウム、窒化カリウム、酢酸ナトリウム、水酸化カリウム、クエン酸ナトリウム、リン酸亜鉛、及びリン酸鉄である。塩はステップa)で懸濁液に加えられるか、又はあらゆる事前の誘導化工程からの生成物として懸濁液中に存在してもよい。

【0010】

本発明の1つの態様において、ステップa)における懸濁液中の0.4未満の置換度を有するカルボキシメチルセルロース又はカルボキシル化セルロース繊維の濃度は、懸濁液の固体の少なくとも0.5重量%、好ましくは懸濁液の固体の少なくとも3重量%、より好ましくは懸濁液の固体の少なくとも5重量%である。固体は水の蒸発後(105の温度で少なくとも3時間水を蒸発させるなどによる)に残ると思われるあらゆる材料である。固体は例えばカルボキシメチルセルロース及び/又はカルボキシル化セルロース繊維、並びに塩及び/又は電解質を包含する他の有機又は無機材料を包含してもよい。ステップa)における懸濁液は、クラフト繊維、微細繊維、強化繊維、合成繊維、パルプ(標準、前処理、又はカルボキシル化されたもの)、溶解パルプ、TMP又はCTMP、PGWなどのさらなる繊維などの、さらなる材料も含んでよい。

本発明の1つの態様において、本発明のステップb)で得られる中間体生成物は、SR > 38、より好ましくは > 40 又は > 42 を有する。SRは当分野で公知の方法を使用して決定できるショッパー・リーグラる水度を指す。

本発明の1つの態様において、本発明のステップd)で得られるマイクロフィブリル化セルロースは、SR > 90、より好ましくは > 92 又は > 95 を有する。SRは当分野で公知の方法を使用して決定できるショッパー・リーグラる水度を指す。

本発明の1つの態様において、低分子量CMC、蛍光増白剤、染料、ポリアクリルベースの分散剤、湿潤紙力増強薬品、デンプン、界面活性ポリマー又は界面活性剤、ナノ顔料、鉱物、ラテックス、殺生物剤、疎水性薬品(ロジン樹脂、AKD、ASA、SMAなど)、及びカチオン性ポリマーから選択される添加剤が、ステップc)で加えられる。

【0011】

ステップd)で得られるマイクロフィブリル化セルロースは、例えば歩留向上剤及び/又は脱水助剤、紙力増強剤(strength enhancing agent)、凝集助剤、接着剤、表面サイジング薬品、レオロジー改変剤、バリア剤、発泡剤、例えば填料用の分散剤、填料、形成剤(formation agent)、OBAキャリア剤、噴霧懸濁液(例えば糊)、塗工添加剤(例えば共結合剤又は増粘剤)、表面サイジング添加剤、印刷適性増強剤、光沢増強剤として使用できる。

本発明の1つの態様において、ステップa)において使用されるカルボキシル化セルロース繊維は、ヘミセルロースを15重量%まで含有してもよく、例えばヘミセルロースを5~15重量%含有してよい。

本発明の1つの態様において、ステップb)で得られる中間体生成物は、少なくとも30%、例えば少なくとも40%、少なくとも50%、少なくとも60%、少なくとも70%、又は少なくとも80%の乾燥含量を有する。

【 0 0 1 2 】

詳細な説明

本発明の1つの態様において、ステップb)における脱水はワイヤ上で行われる。ワイヤ上での脱水は、本発明の1つの態様によると、加圧脱水、無摩擦脱水、膜補助脱水 (membrane-assisted dewatering)、真空又は超音波補助脱水 (vacuum- or ultrasound assisted dewatering) など、シングルワイヤ又はツインワイヤ方式で公知である技術を使用することにより実施される。脱水は、脱水と同時に、又は脱水セクションの後に、IR、熱風、UV、EB、及び乾燥機を使用することにより任意に行うことができる。本発明の1つの態様によると、湿った紙匹は真空により脱水され、すなわち水及び他の液体は、ワイヤ上に置かれたとき完成紙料から吸い出される。本発明の1つの態様において、ステップb)における脱水中に水だけでなく、アルコールなどの他の液体も除去される。脱水後、フィルタープレス用織物又は布でさらなる脱水が可能である。

10

【 0 0 1 3 】

紙匹の温度は通常、85 又は95 を越えるものではないべきである。

ステップd)において機械的フィブリル化により処理される、ステップc)における分散系の乾燥含量は、好ましくは繊維の0.5~30重量%の間である。

ステップd)において機械的フィブリル化により処理された後の分散系の乾燥含量は、好ましくは繊維の50重量%超である。分散系は、乾燥含量を増加させるために、機械的フィブリル化後に好ましくは脱水される。乾燥含量を増加させることにより、別の部位への分散系の輸送をより効率的なやり方で行うことができる。

20

本方法は、ステップd)における機械的フィブリル化後に分散系を洗浄することをさらに含んでよい。

ステップd)における機械的フィブリル化は、例えばリファイナー、又は増幸グラインダーなどのグラインダー、又は従来のリファイナー、又はパルプ及び紙産業で使用されるグラインダー、又はマイクロフィブリル化セルロースを作製するための先行技術で開示されたものなど、異なる多種の機械的処理装置で行うことができる。しかしながら、非常に効率的にマイクロフィブリル化セルロースを生産すると見込まれる圧力ホモジナイザーの使用が好ましい。機械的フィブリル化中、高圧が典型的に使用され、圧力は好ましくは500~4000 Barの間であり、より好ましくは1000~2000 Barの間である。最適な圧力はしばしば1500 Bar付近である。必要とされる圧力は処理している材料に依存する。しかしながら、圧力が高すぎると装置の消耗が激しすぎるであろうことから、しばしば使用には不利である。具体的な圧力ホモジナイザーの1つの例は、いわゆるマイクロフルイダイザーである。

30

【 0 0 1 4 】

本発明の1つの態様において、発泡成形がステップa)において使用される。この態様において、発泡を作り出すのに有用な界面活性剤又は他の薬剤が、ステップa)において懸濁液に加えらる。この態様において、ステップb)で得られる中間体生成物は、発泡成形がステップa)において使用されない態様で得られる中間体生成物より嵩高い。

マイクロフィブリル化セルロース(MFC)は、本特許出願に関しては、100nm未満の少なくとも1つの寸法を持つナノスケールのセルロース粒子繊維又はフィブリルを意味するものとする。MFCは部分的又は全体的にフィブリル化されたセルロース又はリグノセルロースを含む。遊離したフィブリルは100nm未満の直径を有するが、実際のフィブリル直径又は粒径分布及び/若しくはアスペクト比(長さ/幅)は供給源及び製造方法に依存する。

40

【 0 0 1 5 】

最小のフィブリルはエレメンタリーフィブリルと呼ばれ、およそ2~4nmの直径を有し(例えばChinga-Carrasco, G., セルロース繊維、ナノフィブリル及びマイクロフィブリル: 植物生理学及び繊維技術から見たMFC成分の形態学的配列 (Cellulose fibres, nano fibrils and microfibrils: The morphological sequence of MFC components from

50

a plant physiology and fibre technology point of view)、Nanoscale research letters 2011年、6:417参照)、一方でマイクロフィブリルとも定義されるエレメンタリーフィブリルの凝集形態(Fengel, D., 細胞壁多糖類の超微細構造的挙動(Ultrastructural behavior of cell wall polysaccharides)、Tappi J., 1970年3月、53巻、3号)は、例えば拡張叩解法(extended refining process)又は圧力降下離解法(pressure-drop disintegration process)の使用によりMFCを作製するとき得られる主要生成物であることが通常である。供給源及び製造方法に依存して、フィブリルの長さは約1から10マイクロメートル超まで変えることができる。粗グレードのMFCは相当量の(substantial fraction)フィブリル化繊維、すなわち仮導管(セルロース繊維)からの突出したフィブリル、を含むことがありえ、ある量の仮導管(セルロース繊維)から遊離したフィブリルを伴うことがありえる。

10

【0016】

MFCには異なる頭字語があり、セルロースマイクロフィブリル、フィブリル化セルロース、ナノフィブリル化セルロース、フィブリル凝集体、ナノスケールセルロースフィブリル、セルロースナノファイバー、セルロースナノフィブリル、セルロースマイクロファイバー、セルロースフィブリル、マイクロフィブリルセルロース、マイクロフィブリル凝集体、及びセルロースマイクロフィブリル凝集体などである。MFCはまた、大きな表面積、又は水に分散するとき低固体(1~5wt%)でゲル状材料を生成するその能力など、様々な物理的又は物理化学的特性により特徴付けることができる。前記セルロース繊維は好ましくは、生成されたMFCの最終的な比表面積が、凍結乾燥材料に対しBET法で決定したとき、約1から約300m²/g、例えば1から200m²/g、又はより好ましくは50~200m²/gとなるような程度までフィブリル化される。

20

【0017】

シングル又はマルチパス叩解、前加水分解後の叩解、又は高せん断離解、又はフィブリルの遊離など、MFCを作製する様々な方法が存在する。1つ又は2つ以上の前処理工程が、エネルギー効果及び維持の両方を生じるMFCを作製するために通常は要求される。したがって、供給されるパルプのセルロース繊維は、例えばヘミセルロース又はリグニンの量を減少させるために、酵素又は化学的に前処理してもよい。セルロース繊維はフィブリル化前に化学的に変性されてもよく、該セルロース分子は元のセルロースで見出される官能基以外の(又はより多くの)官能基を含有する。このような基は、なかんずく、カルボキシメチル(CM)、アルデヒド及び/若しくはカルボキシル基(N-オキシル媒介酸化により得られるセルロース、例えば「TEMPO」)、又は第四級アンモニウム(カチオン化セルロース)を包含する。上記方法の1つにおける変性又は酸化の後には繊維は離解してMFC又はナノフィブリルサイズのフィブリルになりやすくなる。

30

【0018】

ナノフィブリルセルロースは、いくつかのヘミセルロースを含有してもよく、その量は植物源に依存する。前処理繊維、例えば加水分解、前膨潤、又は酸化したセルロース生材料の機械的離解は、リファイナー、グラインダー、ホモジナイザー、コロイダー、摩擦グラインダー、超音波処理器、マイクロフルイダイザー、マクロフルイダイザーなどのフルイダイザー、又はフルイダイザー型ホモジナイザーなどの適切な装置で行われる。MFCの製造方法に応じて、生成物は、微細繊維、又はナノ結晶セルロース、又は例えば木材繊維中、若しくは製紙プロセス中に存在する他の薬品も含有することがありえる。生成物は、効率的にフィブリル化されなかった様々な量のミクロンサイズ繊維粒子も含有することがありえる。

40

MFCは木材セルロース繊維から生産され、硬材又は軟材繊維の両方からも生産される。それは微生物源、麦わらパルプなどの農業繊維、竹、バガス、又は他の非木材繊維源からも作製できる。好ましくは、それは例えば機械、化学、及び/又は熱機械パルプなど、初めの繊維からのパルプを包含するパルプから作製される。それは破碎又は再生処理した紙から作製することもできる。

50

【 0 0 1 9 】

MFCの上記定義は、結晶及びアモルファス領域の両方を持つ多数のエレメンタリーフィブリルを含有するセルロースナノファイバー材料を定義するセルロースナノフィブリル(CMF)上の新たに提案されたTAPPI標準W13021を包含するが、それに限定されない。

別の態様によると、懸濁液又は分散系は、マイクロフィブリル化セルロース、及びクラフト繊維、微細繊維、強化繊維、合成繊維、溶解パルプ、TMP又はCTMP、PGWなどのある量の種類繊維などの異種の繊維の混合物を含んでよい。

懸濁液又は分散系は、他のプロセス又は機能性添加剤も含んでよく、填料、顔料、湿潤紙力増強薬品、乾燥紙力増強薬品、歩留向上薬品、架橋剤、軟化剤又は可塑剤、接着プライマー、湿潤剤、殺生物剤、光学染料、蛍光増白剤、消泡薬品、AKD、ASAなどの疎水化薬品、ワックス、樹脂などである。添加剤の添加は、サイズプレスを使用してもできる。

本発明の上記詳細な記載の観点において、他の改変及び変更は、当業者に明らかになるであろう。しかしながら、本発明の趣旨及び範囲から逸脱することなく、このような他の改変及び変更をもたらす得ることが明白であるべきである。

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (72)発明者 リーティケイネン、カーチャ
フィンランド国、イマトラ、ラタヴァルリンカーリ 2
- (72)発明者 サクセル、ヘイディ
スウェーデン国、ストックホルム、マリーベリスガタン 19 1ゲーホー 1012
- 審査官 南 宏樹
- (56)参考文献 国際公開第2015/082774(WO, A1)
国際公開第2016/024046(WO, A1)
特開2010-202856(JP, A)
国際公開第2013/137140(WO, A1)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
- | | |
|---------|-----------------------|
| D 2 1 B | 1 / 0 0 - 1 / 3 8 |
| D 2 1 C | 1 / 0 0 - 1 1 / 1 4 |
| D 2 1 D | 1 / 0 0 - 9 9 / 0 0 |
| D 2 1 F | 1 / 0 0 - 1 3 / 1 2 |
| D 2 1 G | 1 / 0 0 - 9 / 0 0 |
| D 2 1 H | 1 1 / 0 0 - 2 7 / 4 2 |
| D 2 1 J | 1 / 0 0 - 7 / 0 0 |
| C 0 8 B | 1 5 / 0 0 - 1 5 / 1 0 |