

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第6776111号
(P6776111)

(45) 発行日 令和2年10月28日 (2020. 10. 28)

(24) 登録日 令和2年10月9日 (2020. 10. 9)

(51) Int. Cl. F I
D 2 1 D 99/00 (2006. 01) D 2 1 D 99/00
D 0 1 F 2/00 (2006. 01) D 0 1 F 2/00 Z

請求項の数 4 (全 13 頁)

(21) 出願番号	特願2016-240754 (P2016-240754)	(73) 特許権者	390029148
(22) 出願日	平成28年12月12日 (2016. 12. 12)		大王製紙株式会社
(65) 公開番号	特開2018-95987 (P2018-95987A)		愛媛県四国中央市三島紙屋町2番60号
(43) 公開日	平成30年6月21日 (2018. 6. 21)	(74) 代理人	100120329
審査請求日	令和1年12月5日 (2019. 12. 5)		弁理士 天野 一規
		(74) 代理人	100159581
			弁理士 藤本 勝誠
		(74) 代理人	100159499
			弁理士 池田 義典
		(74) 代理人	100158540
			弁理士 小川 博生
		(74) 代理人	100106264
			弁理士 石田 耕治
		(74) 代理人	100187768
			弁理士 藤中 賢一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

スラリー中のパルプ繊維を微細化処理するセルロースナノファイバーの製造装置であって、

上記スラリー中のパルプ繊維を微細化処理する高圧ホモジナイザーと、

上記高圧ホモジナイザーを用いてパルプ繊維の微細化処理が行われたスラリーが貯留されるタンクと、

上記高圧ホモジナイザー及び上記タンクに連結される配管とを備え、

上記配管がガasketを装着した継手を介して接続されるサニタリー配管であるセルロースナノファイバーの製造装置。

10

【請求項 2】

上記ガasketがフッ素系樹脂を材料とする請求項 1 に記載のセルロースナノファイバーの製造装置。

【請求項 3】

固形分濃度が 0. 1 質量%以上 8. 0 質量%以下であるスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する請求項 1 又は請求項 2 に記載のセルロースナノファイバーの製造装置。

【請求項 4】

高圧ホモジナイザーを用いてスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する工程と、

上記パルプ繊維の微細化処理が行われたスラリーが、サニタリー配管によって移送され

20

る工程と

を備え、

上記スラリー固形分濃度が、0.1質量%以上8.0質量%以下であるセルロースナノファイバーの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、セルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法に関する。

【背景技術】

10

【0002】

近年、物質をナノメートルレベルまで微細化し、物質が持つ従来の性状とは異なる新たな物性を得ることを目的としたナノテクノロジーが注目されている。パルプ繊維等のセルロース系原料から製造されるセルロースナノファイバーは、強度、弾性、熱安定性等に優れているため、ろ過材、ろ過助剤、イオン交換体の基材、クロマトグラフィー分析機器の充填材、樹脂及びゴムの配合用充填剤等としての工業上の用途や、口紅、粉末化粧料、乳化化粧料等の化粧品の配合剤の用途などに用いられている。また、セルロースナノファイバーは、水分分散性に優れているため、食品、化粧品、塗料等の粘度の保持剤、食品原料生地の強化剤、水分保持剤、食品安定化剤、低カロリー添加物、乳化安定化助剤などの多くの用途における利用が期待されている。

20

【0003】

セルロースナノファイバーを製造する場合、水分散状態のパルプ等を機械的な処理によって解繊することが一般的である（特開2010-235679号公報参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特開2010-235679号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

30

しかしながら、機械的処理でセルロースナノファイバーを製造する場合、パルプ等を水に分散させたスラリー中のパルプ繊維に対して複数回の機械的処理が必要となる。機械的処理を行った場合、機械的処理の回数を重ねるごとにセルロースファイバーが微細化されて、セルロースファイバーのスラリーの粘性が高くなることにより非常に流動性が悪くなる。このため、配管内でスラリーが壁面に付着しやすくなるとともに、排出後もスラリーの一部が配管の壁面に残留したままの状態になりやすく、配管の詰まりや汚染が生じやすくなるおそれがある。また、一般の溶接管においては、配管の溶接時に生じた異物が残留してスラリーに混入するおそれもある。従って、セルロースナノファイバーの生産性の向上を図るためには、配管の詰まりや汚染の発生を抑制することが求められる。

【0006】

40

本発明は、以上のような事情に基づいてなされたものであり、その目的は、配管の詰まり及び汚染を抑制してセルロースナノファイバーを効率よく製造することができるセルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

発明者らは、セルロースナノファイバーの製造において、水分散状態のパルプ等の機械的処理の回数を重ねるごとに粘性が高くなるセルロースファイバーのスラリーを流入及び流出する配管として特定の配管を用いることにより、セルロースナノファイバーの生産性の向上を図ることができることを見出し、本発明の完成に至った。

50

【0008】

すなわち、上記課題を解決するためになされた発明は、スラリー中のパルプ繊維を微細化処理するセルロースナノファイバーの製造装置であって、上記スラリー中のパルプ繊維を微細化処理する高圧ホモジナイザーと、上記高圧ホモジナイザーを用いてパルプ繊維の微細化処理が行われたスラリーが貯留されるタンクと、上記高圧ホモジナイザー及び上記タンクに連結される配管とを備え、上記配管がガasketを装着した継手を介して接続されるサニタリー配管であるセルロースナノファイバーの製造装置である。

【0009】

当該セルロースナノファイバーの製造装置においては、水分散状態のパルプ等に多数回の機械的処理が必要なセルロースナノファイバーの製造において、機械的処理の回数を重ねるごとに粘性が高くなるセルロースファイバーのスラリーを流入及び流出する配管が、ガasketを装着した継手を介して接続されるサニタリー配管である。この結果、粘性が非常に高く、流動性が低下して壁面に付着しやすい状態のセルロースファイバーのスラリーを上記配管により流入及び流出しても、上記配管が、継ぎ目のない構造を有するとともに凹凸のない内壁面を有するので、配管の詰まりが生じやすくなるおそれを改善でき、上記高粘性のスラリーを安定して移送することができる。また、溶接管のように、溶接時に生じた異物が残留してスラリーに混入するおそれを解消できる。従って、効率よくセルロースナノファイバーを製造することができる。

10

【0010】

上記ガasketとしては、フッ素系樹脂を材料とすると好ましい。このようにすることで、上記ガasketが良好な耐アルカリ性、耐熱性及び耐酸性を有するので、上記ガasketの耐久性を向上することができる。

20

【0011】

上記配管内面については、例えばバフ仕上げが挙げられる。上記配管内面の表面粗度（Ra）は1.5 μm以下が好ましい。上記配管内面の表面粗度（Ra）は1.3 μm以下がより好ましく、1.1 μm以下がさらに好ましい。このようにすることで、上記配管内でスラリーが壁面に付着し難くなるとともに、排出後もスラリーの一部が配管の壁面に残留したままの状態になり難く、配管の詰まりや汚染が生じ難くなる。

【0012】

当該セルロースナノファイバーの製造装置は、固形分濃度が0.1質量%以上8.0質量%以下であるスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する。微細化処理が行われるパルプ繊維を含有するスラリーの固形分濃度を上記範囲とすることで、上記スラリーの粘性が過度に上昇することによる配管の詰まりの発生を抑制し、より効率的にセルロースナノファイバーを製造することができる。ここで、固形分濃度とは、溶媒以外の成分をいう。

30

【0013】

上記課題を解決するためになされた別の発明は、高圧ホモジナイザーを用いてスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する工程と、上記パルプ繊維の微細化処理が行われたスラリーが、サニタリー配管によって移送される工程とを備え、上記スラリー固形分濃度が、0.1質量%以上8.0質量%以下であるセルロースナノファイバーの製造方法である。当該セルロースナノファイバー製造方法によれば、微細化処理が行われるパルプ繊維を含有するスラリーの固形分濃度を上記範囲とすることで、上記スラリーの粘性が過度に上昇することを抑制し、パルプスラリーが好適な粘度となるため、サニタリー配管によって上記スラリーを効率よく移送できるとともに、上記配管内のパルプ繊維の詰まりの発生を抑制することができる。従って、より効率的にセルロースナノファイバーを製造することができる。ここで、固形分濃度とは、溶媒以外の成分をいう。

40

【0014】

なお、「セルロースナノファイバー」とは、パルプ繊維を解繊して得られる微細なセルロース繊維をいい、一般的に繊維幅がナノサイズ（1 nm以上1000 nm以下）のセルロース微細繊維を含むセルロース繊維をいう。

【発明の効果】

50

【0015】

本発明のセルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法によれば、配管の詰まり及び汚染の発生を抑制して効率よくセルロースナノファイバーを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】本発明の一実施形態に係るセルロースナノファイバーの製造装置の概略図である。

【図2】本発明の一実施形態に係るヘルール式継手の概略断面図である。

【図3】本発明の一実施形態に係るネジ式継手の概略断面図である。

【図4】対向衝突型高圧ホモジナイザーの部分的模式図である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、適宜図面を参照しつつ、本発明の一実施形態に係るセルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法について詳説する。

【0018】

[セルロースナノファイバーの製造装置]

図1のセルロースナノファイバーの製造装置1は、パルプ繊維を水に分散させた状態のスラリーにおけるパルプ繊維を微細化処理する装置である。セルロースナノファイバーの製造装置1は、スラリーが貯留されるタンク10及びタンク20と、スラリー中のパルプ繊維を微細化処理する高圧ホモジナイザー5と、タンク10の底部に連結される配管6と、タンク20の底部に連結される配管9と、高圧ホモジナイザー5に接続される配管12と、製造されたセルロースナノファイバーを図示しないコンテナ等の貯蔵タンクへ移送するためのポンプ13及び配管31を備える。また、高圧ホモジナイザー5を経由してスラリーを移送するための高圧ポンプ14と、開閉手段である三方弁15、二方弁25、二方弁27、二方弁16、三方弁17、三方弁18及び二方弁30と、配管7、配管23、配管33、配管36、配管24、配管35、配管8、配管19、配管34、配管22及び配管32とを備える。

【0019】

配管6、配管9、配管12、配管31、配管7、配管23、配管33、配管36、配管24、配管35、配管8、配管19、配管34、配管22及び配管32は、ガスケットを装着した継手を介して接続されるサニタリー配管である。上記配管が、サニタリー配管であることにより、粘性が非常に高く、流動性が低下して壁面に付着しやすい状態のセルロースファイバーのスラリーを流入及び流出しても、上記配管が、継ぎ目のない構造を有するとともに凹凸のない内壁面を有するので、配管の詰まりが生じやすくなるおそれを改善でき、上記高粘性のスラリーを安定して移送することができる。また、溶接管のように、溶接時に生じた異物が残留してスラリーに混入するおそれを解消できる。従って、効率よくセルロースナノファイバーを製造することができる。

【0020】

上記配管の材質としては、ステンレス鋼であるSUS304、SUS316L等が用いられる。また、上記配管の表面及び内面を研磨処理が施されているため、上記配管の表面及び内面に付着したスラリーを容易に洗浄することができる。

【0021】

上記配管は、管の継手として脱着が容易なヘルール式継手又はネジ式継手が用いられる。上記配管の脱着が容易であることにより、配管自体を取り外して、効率よく配管を洗浄することができる。図2は、ヘルール式継手50の概略断面図である。図3は、ネジ式継手60の概略断面図である。図2に示すように、ヘルール式継手40は、ヘルール41、ヘルール42、クランプ44、クランプ45、ヘルールガスケット43から構成される。ヘルール式継手40は、内面に凹凸が形成されないため、スラリーが継手内に残留することを抑制することができる。また、図3に示すように、ネジ式継手60は、ネジスリーブ

61、ネジライナー62、六角ナット63、六角ナット64、L型ガスケット65から構成される。ネジ式継手60は、繰り返しの脱着に対して耐久性に優れる。

【0022】

ヘルールガスケット43及びL型ガスケット65は、シール性維持のために用いる。これらのガスケット（パッキン）の材質としては、耐久性の点からフッ素系樹脂が好ましい。フッ素系樹脂としては、例えばPTFE（ポリテトラフルオロエチレン）、PFA（テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体）、FEP（テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体）、ETFE（テトラフルオロエチレン・エチレン共重合体）、PVDF（ポリビニリデンフルオライド）、PCTFE（ポリクロロトリフルオロエチレン）、ECTFE（クロロトリフルオエチレン・エチレン共重合体）等が挙げられるが、その中でもより耐アルカリ性、耐熱性及び耐酸性に優れるポリテトラフルオロエチレンが好ましい。

10

【0023】

上記配管6、配管9、配管12、配管31、配管7、配管23、配管33、配管36、配管24、配管35、配管8、配管19、配管34、配管22及び配管32の内径としては、35mm以上100mm以下が好ましい。上記配管の内径を上記範囲とすることで、高粘性のスラリーの圧力及び流量を適切に制御することができるとともに、パルプ繊維の詰まりの発生を抑制することができる。

【0024】

タンク10及びタンク20には、スラリーが貯留される。タンク10には、パルプ繊維を水に分散させた状態のスラリーなどの原料を投入するための投入口11と、投入された原料を混合する攪拌機4が設けられている。また、タンク20には、投入口21と、攪拌機39が設けられている。

20

【0025】

タンク10には、スラリーを流入及び流出する配管6が底部に連結されている。配管6は配管7と接続され、配管7は、三方弁15が設置されると共に配管23と接続されている。配管23は、三方弁18及び二方弁25が設置される。配管23は、二方弁25を介して配管33と接続され、三方弁18を介して配管12及び配管24と接続されている。配管24は、三方弁18及び二方弁27が設置され、二方弁27を介して配管35と接続される。

30

【0026】

配管12は、配管36と接続されると共に高圧ポンプ14及び高圧ホモジナイザー5と接続されている。また、配管12は、三方弁17を介して配管22及び配管19と接続されている。配管22は、三方弁17及び三方弁15が設置され、三方弁15を介して配管32及び配管7と接続されている。配管19は、配管8と接続されると共に、三方弁17及び二方弁16が設置され、二方弁16を介して配管34と接続されている。

【0027】

タンク20には、スラリーを流入及び流出する配管9が底部に連結されている。配管9は、配管8と接続され、配管8は、配管19及び配管24と接続されている。

【0028】

配管を流れるスラリーの流速としては、0.10m/s以上0.40m/s以下が好ましい。サンタリー配管により移送される高粘性のスラリーの流速を上記範囲とすることで、より効率的にスラリーを移送することができる。

40

【0029】

高圧ホモジナイザーとは、例えば10MPa以上、好ましくは100MPa以上の圧力でスラリーを吐出できる能力を有するホモジナイザーをいう。パルプ繊維に対して高圧ホモジナイザー5で処理することで、パルプ繊維同士の衝突、圧力差、マイクロキャビテーションなどが作用し、解繊が効果的に生じる。これにより、微細化工程の処理回数を低減（短縮化）でき、セルロースナノファイバーの製造効率をより高めることができる。

【0030】

50

高圧ホモジナイザー 5 としては、対向衝突型高圧ホモジナイザー（マイクロフルイダイザー、湿式ジェットミル）が好ましく、微細化処理において、上記スラリーを一直線上で対向衝突させることが好ましい。このようにすることで高圧ホモジナイザーから与えられるエネルギーを衝突エネルギーに最大限に変換することができ、より効率的なパルプ繊維の解繊を行うことができる。具体的には、図 4 において部分的に示されるように、対向衝突型高圧ホモジナイザーである高圧ホモジナイザー 5 においては、加圧されたスラリー S 1 及びスラリー S 2 が合流部 X で対向衝突するように上流側流路 5 1 が形成されている。スラリー S 1 及びスラリー S 2 は合流部 X で衝突し、衝突したスラリー S 3 は、下流側流路 5 2 から流出する。上流側流路 5 1 に対して、下流側流路 5 2 は垂直に設けられており、上流側流路 5 1 と下流側流路 5 2 とで T 型の流路を形成している。このような高圧ホモジナイザー 5 を用いることで、高圧ホモジナイザー 5 から与えられるエネルギーを衝突エネルギーに最大限に変換することができ、より効率的なパルプ繊維の解繊が生じる。

10

【0031】

高圧ホモジナイザー 5 には、スラリーを高圧ホモジナイザー 5 から流入及び流出する配管 1 2 が接続されている。タンク 1 0 及びタンク 2 0 に貯留されたスラリーは、高圧ポンプ 1 4 により高圧ホモジナイザー 5 に移送され、高圧ホモジナイザー 5 により微細化処理が行われたスラリーは、高圧ポンプ 1 4 によりタンク 1 0 又はタンク 2 0 に移送される。

【0032】

当該セルロースナノファイバーの製造装置は、高圧ポンプ 1 4 の作動と、開閉手段である三方弁 1 5、二方弁 2 5、二方弁 2 7、三方弁 1 7、三方弁 1 8、二方弁 3 0 及び二方弁 1 6 の開閉とを制御することにより、タンク 1 0 と高圧ホモジナイザー 5 との間及びタンク 2 0 と高圧ホモジナイザー 5 との間にスラリーの移送が行われる。

20

【0033】

配管 3 6 は、二方弁 3 0 が設置され、二方弁 3 0 を介して配管 3 1 と接続されている。配管 3 1 は、ポンプ 1 3 が設置され、多端部が図示しないコンテナ等の貯蔵タンクに接続されている。微細化処理が終了したセルロースナノファイバーは、ポンプ 1 3 により配管 3 1 を介してコンテナ等の貯蔵タンクへ移送される。

【0034】

当該セルロースナノファイバーの製造装置 1 は、「セルロースナノファイバーの製造方法」として後述する方法により使用することができる。当該セルロースナノファイバーの製造装置 1 によれば、粘性が非常に高く、流動性が低下して壁面に付着しやすい状態のセルロースファイバーのスラリーを上記配管により流入及び流出しても、上記配管が、凹凸のない内壁面を有するとともに、容易に分解洗浄できるので、スラリーが配管の壁面に残留したままの状態となるおそれや、配管の詰まりが生じやすくなるおそれを改善できる。また、溶接管のように、溶接時に生じた異物が残留してスラリーに混入するおそれを解消できる。従って、効率よくセルロースナノファイバーを製造することができる。従って、効率よくセルロースナノファイバーを製造することができる。

30

【0035】

[セルロースナノファイバーの製造方法]

本発明の一実施形態に係るセルロースナノファイバーの製造方法は、上述の当該セルロースナノファイバーの製造装置 1 を用いてスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する。当該セルロースナノファイバーの製造方法は、

40

(1) タンク 1 0 に投入されたスラリーをタンク 1 0 の底部から流出して高圧ホモジナイザー 5 にサニタリー配管によって移送する工程 (T 1) と、

(2) 高圧ホモジナイザー 5 を用いて移送されたスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する工程 (T 2) と、

(3) 微細化処理が行われたスラリーを、高圧ホモジナイザー 5 からタンク 2 0 の底部へ移送してタンク 2 0 の底部からタンク 2 0 に流入する工程 (T 3) と、

(4) タンク 2 0 に流入し、貯留されたスラリーをタンク 2 0 の底部から流出して高圧ホモジナイザー 5 にサニタリー配管によって移送する工程 (T 4) と、

50

(5) 移送されたスラリー中のパルプ繊維を高圧ホモジナイザー5により再度微細化処理する工程(T5)

とを備える。

【0036】

<第1タンクから高圧ホモジナイザーにサニタリー配管によって移送する工程(T1)>

T1工程においては、タンク10に投入されたスラリーをタンク10の底部から流出して高圧ホモジナイザー5にサニタリー配管によって移送する。スラリーは、パルプを通常、水に分散させたものである。

【0037】

パルプ繊維としては、例えば

広葉樹晒クラフトパルプ(LBKP)、広葉樹未晒クラフトパルプ(LUKP)等の広葉樹クラフトパルプ(LKP)、針葉樹晒クラフトパルプ(NBKP)、針葉樹未晒クラフトパルプ(NUKP)等の針葉樹クラフトパルプ(NKP)等の化学パルプ;

ストーングラントパルプ(SGP)、加圧ストーングラントパルプ(PGW)、リファイナーグラントパルプ(RGP)、ケミグラントパルプ(CGP)、サーモグラントパルプ(TGP)、グラントパルプ(GP)、サーモメカニカルパルプ(TMP)、ケミサーモメカニカルパルプ(CTMP)、晒サーモメカニカルパルプ(BTMP)等の機械パルプ;

茶古紙、クラフト封筒古紙、雑誌古紙、新聞古紙、チラシ古紙、オフィス古紙、段ボール古紙、上白古紙、ケント古紙、模造古紙、地券古紙、更紙古紙等から製造される古紙パルプ;

古紙パルプを脱墨処理した脱墨パルプ(DIP)などが挙げられる。これらは、本発明の効果を損なわない限り、単独で用いてもよく、複数種を組み合わせて用いてもよい。

【0038】

上記スラリーの固形分濃度としては特に限定されないが、上記スラリーの固形分濃度の下限としては、0.1質量%が好ましく、0.2質量%がより好ましい。一方、上記上限としては、8.0質量%が好ましく、7.0質量%がより好ましい。上記スラリーの固形分濃度が上記下限未満の場合、パルプ繊維が効率的に解繊されず、セルロースナノファイバーの生産効率が悪くなるおそれがある。一方、上記スラリーの固形分濃度が上記上限を超える場合、上記スラリーの粘性が過度に上昇し、配管の詰まりの発生を抑制することが困難となるおそれがある。

【0039】

スラリー中のパルプ繊維は、高圧ホモジナイザーによる微細化処理を行う前に前処理を施しておくことが好ましい。前処理としては、化学的処理、粗解繊、又はその組み合わせが挙げられる。化学的処理及び粗解繊を行う場合、化学的処理と粗解繊との順番は特に限定されるものではなく、いずれの工程を先に行ってもよい。微細化処理を行う前に前処理を行うことにより、パルプ繊維が柔軟になり、予備的な解繊が効率的に生じ、微細化工程の短縮化、すなわち処理回数の低減化を図ることができる。

【0040】

前処理の一つである化学的処理は、上記スラリー中のパルプ繊維に対して、酸化処理、加水分解処理又はこれらの組み合わせからなる化学的処理を施す工程である。このような化学的処理を施すことにより、パルプ繊維中の化学結合の一部を分断すると共に、パルプ繊維を膨潤させることができる。

【0041】

化学的処理に供するパルプスラリーの温度としては、例えば40℃以上90℃以下が好ましい。なお、酵素を用いた場合の処理は、40℃以上70℃以下程度が好ましい。

【0042】

酸化処理に用いられる酸化剤としては、オゾン、次亜塩素酸又はその塩、亜塩素酸又はその塩、過塩素酸又はその塩、過硫酸又はその塩、過有機酸等を挙げることができる。これらの中でも、過硫酸類(過硫酸及びその塩)が好ましい。酸化処理を行う際は、N-オ

10

20

30

40

50

キシル化合物等の酸化触媒を併用することもできる。加水分解処理に用いられる触媒としては、酸や酵素が挙げられる。酸としては、硫酸、過硫酸類、塩酸等が挙げられるが、硫酸及び過硫酸類が好ましい。酸を用いる場合の反応槽中のpHとしては、3以下が好ましく、0.5以上2以下がより好ましい。酵素としては、セルラーゼ系酵素や、ヘミセルラーゼ系酵素等を挙げることができ、セルラーゼ系酵素が好ましい。酸化処理及び加水分解処理は、複数種の処理剤を用いてもよいし、酸化処理と加水分解処理とを組み合わせてもよい。なお、過硫酸等、酸化剤としても機能する酸を用いた場合、酸化反応と加水分解反応とが共に生じる。

【0043】

化学的処理は、公知の反応槽にスラリーを貯め、酸化剤等の処理剤を添加することによって行うことができる。上記反応槽としては、晒タワー等の製紙用タワーを用いることができる。化学的処理工程の処理（反応）時間は、スラリーの濃度や温度、処理剤の添加量等に応じて変更されるが、例えば0.5時間以上12時間以下とすることができる。

【0044】

化学的処理を経たスラリーは、必要に応じ中和処理、洗浄処理等が施され、配管を用いて移送されて次工程に供される。なお、酵素を用いた化学的処理の場合は、スラリーへの熱水（温水）の注入などにより、スラリー温度を上げ、酵素を失活させることにより、反応を終了させることもできる。

【0045】

なお、化学的処理工程におけるスラリーの移送においても、スラリーが配管の壁面に残留したままの状態となるおそれや、配管の詰まりが生じやすくなるおそれを改善できる観点からサニタリー配管を用いることが好ましい。特に、酸化処理及び加水分解処理が行われる化学的処理工程においては、上記サニタリー配管のガスケットとして耐アルカリ性、耐熱性及び耐酸性に優れたポリテトラフルオロエチレン製のものを用いると、上記ガスケットの耐久性を向上することができる点でより好ましい。

【0046】

前処理の一つである粗解繊処理工程は、スラリー中のパルプ繊維をリファイナーにより粗解繊する工程である。間隙を極小さくして負荷をかけながら叩解するリファイナーを用いた前処理により、パルプ繊維に対して剪断力が効果的に付与され、パルプ繊維に毛羽立ちが生じ、パルプ繊維が柔軟になり、予備的な解繊が生じる。リファイナーとは、パルプ繊維を叩解する装置であり、公知のものを用いることができる。リファイナーとしては、パルプ繊維に対して効率的に剪断力を付与し、予備的な解繊を進めることができること等の点から、コンカルタイプやダブルディスクリファイナー（DDR）及びシングルディスクリファイナー（SDR）が好ましい。なお、粗解繊処理工程において、リファイナーを用いると、処理後の分離や洗浄が不要となる点からも好ましい。

【0047】

前処理工程を経てタンクに投入されるパルプ繊維のファイン率の下限は、60%であり、70%が好ましく、75%がより好ましい。また、このファイン率の上限は、90%であり、85%が好ましい。このファイン率を上記下限以上とすることで、十分な前処理（解繊）が進んだパルプ繊維となり、高圧ホモジナイザーによる微細化処理において効率的に更なる微細化を行うことができる。また、ファイン率を上記下限以上とすることで、微細化処理において高圧ホモジナイザーを用いて処理した際、パルプ繊維の流路内での詰まりの発生を低減することもできる。一方、このパルプ繊維のファイン率が上記上限以下とすることで、過剰に前処理、特に粗解繊処理工程を施すことを抑制することができ、製造工程全体としての、省エネルギー化及び高効率化を図ることができ、セルロースナノファイバーの生産性を高めることができる。ここで「ファイン率」とは、繊維長が0.2mm以下、かつ繊維幅が75μm以下であるパルプ繊維の質量基準の割合をいう。このファイン率は、バルメット社製の繊維分析計「FS5」によって測定することができる。繊維分析計「FS5」は、希釈したセルロース繊維が繊維分析計内部の測定セルを通過する際の画像分析により高い精度でセルロース繊維の長さ、幅を測定できる。

10

20

30

40

50

【0048】

なお、前処理の後に、パルプ繊維のファイン率を測定するファイン率測定工程を設けてもよい。

【0049】

このファイン率は、前処理、特に粗解繊処理工程における処理量などによって調整することができる。例えば、リファイナーによる処理時間を長くすることや、リファイナーによる処理の際、ディスク（プレート）の間隔（クリアランス）を狭くする、ディスクの刃幅、溝幅、刃の高さ、刃の交差角度、ディスクのパターンの組み合わせなどによって、ファイン率を高めることができる。

【0050】

前処理工程を経てタンク10に投入されるパルプ繊維の平均繊維長としては特に限定されないが、下限としては、0.15mmが好ましく、0.2mmがより好ましく、0.25mmがさらに好ましい。一方、この上限としては、0.5mmが好ましく、0.4mmがより好ましい。このような繊維長のパルプ繊維を微細化処理に供することで、製造工程全体としての省エネルギー化及び高効率化を図ることができ、セルロースナノファイバーの生産性を高めることができる。

【0051】

作製されたスラリーは、投入口11からタンク10に投入され、必要に応じて攪拌される。サンタリー配管によって高圧ホモジナイザー5に移送するスラリーの温度は公知の方法により制御される。移送するスラリーの温度としては、例えば20℃以上70℃以下が好ましい。スラリーの温度を上記範囲とすることでスラリーの流動性が向上し、より効率よく流出入管を介して移送することができる。

【0052】

まず、三方弁15、二方弁25及び二方弁30を閉方向に動作すると共に、三方弁18の配管23及び配管12に接続される弁を開方向に動作する。次に、高圧ポンプ14を作動させ、スラリーをタンク10の底部から流出する。そして、配管6、配管7、配管23及び配管12を介して高圧ホモジナイザー5にスラリーを移送する。

【0053】

<高圧ホモジナイザーにより微細化処理する工程（T2）>

T2工程は、高圧ホモジナイザー5を用いて移送されたスラリー中のパルプ繊維を微細化処理する工程である。微細化工程の機械的な処理を施す方法として、上述のように高圧ホモジナイザー5を用いる。

【0054】

<高圧ホモジナイザーから移送して第2タンクに投入する工程（T3）>

T3工程では、高圧ホモジナイザー5により微細化処理が行われたスラリーを、タンク20の底部へサンタリー配管によって移送してタンク20の底部から流入する。

【0055】

まず、三方弁18、二方弁16及び二方弁27を閉方向に動作すると共に、三方弁17の配管12及び配管19に接続される弁を開方向に動作する。そして、高圧ホモジナイザー5により微細化処理が行われたスラリーを、高圧ポンプ14を用いて配管12、配管19、配管8及び配管9を介してスラリーをタンク20の底部から流入する。

【0056】

<第2タンクから高圧ホモジナイザーにサンタリー配管によって移送する工程（T4）>

T4工程では、タンク20に流入されたスラリーをタンク20の底部から流出して高圧ホモジナイザー5にサンタリー配管によって移送する。

【0057】

まず、三方弁17、二方弁16及び二方弁27を閉方向に動作すると共に、三方弁18の配管24及び配管12に接続される弁を開方向に動作する。次に、高圧ポンプ14を作動させ、スラリーをタンク20の底部から流出する。そして、配管9、配管8、配管24及び配管12を介して高圧ホモジナイザー5にスラリーを移送する。

【0058】

<高圧ホモジナイザーにより再度微細化処理する工程（T5）>

T5工程では、移送されたスラリー中のパルプ繊維を高圧ホモジナイザー5により再度微細化処理する。

【0059】

本実施形態においては、T5工程の後、三方弁18及び二方弁25を閉方向に動作し、三方弁17の配管12及び配管22に接続される弁を開方向に動作すると共に、三方弁15の配管22及び配管7に接続される弁を開方向に動作する。そして、高圧ホモジナイザー5により微細化処理が行われたスラリーを、高圧ポンプ14を用いて配管12、配管22、配管7及び配管6を介してスラリーをタンク10の底部から流入後、再度T1工程～T5工程を繰り返してもよい。このように、1つの高圧ホモジナイザー及び2つのタンクに対して、サニタリー配管を用いてスラリーを循環させて効率よく複数回の微細化処理を行うことによりセルロースナノファイバーが製造される。

10

【0060】

微細化処理により得られるセルロースナノファイバーは、十分に微細化がされており、水分散状態でレーザー回折法により測定される擬似粒度分布曲線において1つのピークを有する。また、上記擬似粒度分布曲線におけるピークとなる粒径（最頻径）としては5 μ m以上25 μ m以下が好ましい。得られるセルロースナノファイバーがこのような粒度分布を有する場合、十分に微細化された良好な性能を発揮することができる。なお、「擬似粒度分布曲線」とは、粒度分布測定装置（例えば株式会社セイシン企業のレーザー回折・散乱式粒度分布測定器）を用いて測定される体積基準粒度分布を示す曲線を意味する。

20

【0061】

このようにして得られたセルロースナノファイバーは、ろ過材、ろ過助剤、イオン交換体の基材、クロマトグラフィー分析機器の充填材、樹脂及びゴムの配合用充填剤、化粧品配合剤、粘度保持剤、食品原料生地の強化剤、水分保持剤、食品安定化剤、低カロリー添加物、乳化安定化助剤などの用途に広く用いることができる。

【0062】

[その他の実施形態]

今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は、上記実施形態の構成に限定されるものではなく、特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味及び範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

30

【産業上の利用可能性】

【0063】

本発明のセルロースナノファイバーの製造装置及びセルロースナノファイバーの製造方法によれば、配管の詰まり及び汚染の発生を抑制してセルロースナノファイバーを効率よく製造することができる。

【符号の説明】

【0064】

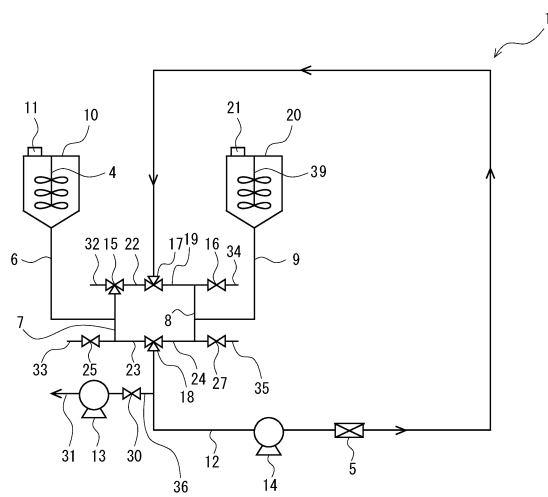
- 1 セルロースナノファイバー製造装置
- 4、39 攪拌機
- 5 高圧ホモジナイザー
- 6、9 配管
- 7、8、12、19、22、23、24、31、32、33、34、35、36 配管
- 10、20 タンク
- 11、21 投入口
- 13 ポンプ
- 14 高圧ポンプ
- 15、17、18 三方弁
- 16、25、27、30 二方弁

40

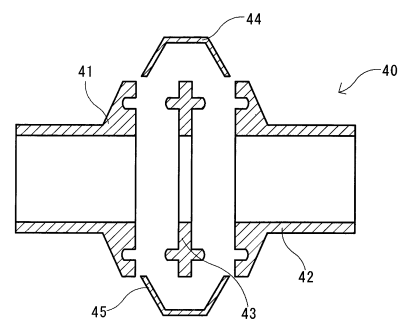
50

- 40 ヘルル式継手
- 41、42 ヘルル
- 43 ヘルルガasket
- 44、45 クランプ
- 51 上流側流路
- 52 下流側流路
- 60 ネジ式継手
- 61 ネジスリーブ
- 62 ネジライナー
- 63、64 六角ナット
- 65 L型ガasket
- S1、S2、S3 スラリー
- X 合流部

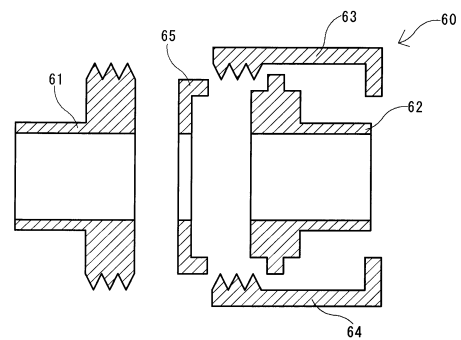
【図1】



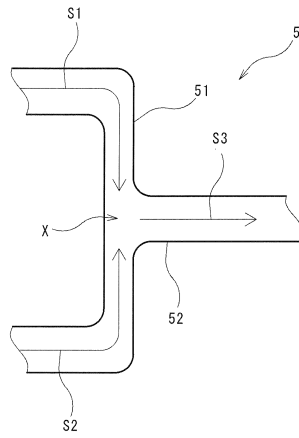
【図2】



【図3】



【図 4】



フロントページの続き

- (72)発明者 菅原 洋一
愛媛県四国中央市三島紙屋町5番1号 大王製紙株式会社内
- (72)発明者 松本 誠一郎
愛媛県四国中央市三島紙屋町5番1号 大王製紙株式会社内
- (72)発明者 岩井 俊博
愛媛県四国中央市三島紙屋町5番1号 大王製紙株式会社内

審査官 長谷川 大輔

- (56)参考文献 特表2013-526657 (JP, A)
国際公開第2013/137140 (WO, A1)
特開2014-125689 (JP, A)
特開2003-275613 (JP, A)
特開2002-167825 (JP, A)
特開2014-005925 (JP, A)
特開2006-265742 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- B01F1/00-5/26
 - C08B1/00-37/18
 - D21B1/00-1/38
 - D21C1/00-11/14
 - D21D1/00-99/00
 - D21F1/00-13/12
 - D21G1/00-9/00
 - D21H11/00-27/42
 - D21J1/00-7/00
 - F16L41/00-49/08