(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2007-100246
(P2007-100246A)
(43)公開日　平成19年4月19日(2007.4.19)

(51)Int.Cl.	F I	テーマコード（参考）
D21D 1/36 (2006.01)	D21D 1/36	4L055

審査請求 未請求　請求項の数 6　OL　（全 12 頁）

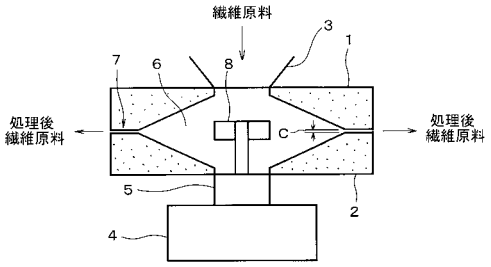
(21)出願番号　特願2005-291574 (P2005-291574)
(22)出願日　平成17年10月4日 (2005.10.4)

(71)出願人　390036663
木村化工機株式会社
兵庫県尼崎市杭瀬寺島２丁目１番２号
(74)代理人　100092071
弁理士　西澤　均
(72)発明者　矢野　浩之
京都府宇治市平尾台３丁目１－１６
(72)発明者　田尻　忠昭
兵庫県尼崎市杭瀬寺島２丁目１番２号　木村化工機株式会社内
(72)発明者　石田　敏夫
兵庫県尼崎市杭瀬寺島２丁目１番２号　木村化工機株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】セルロースミクロフィブリル化の前処理方法

(57)【要約】
【課題】木質パルプおよび／またはセルロース系繊維を主たる成分とする繊維原料などから効率よくセルロースミクロフィブリルを製造することができるようにするための、繊維原料の前処理方法を提供することを目的とする。
【解決手段】互いに対向する砥粒板１，２を備え、少なくとも一方の砥粒板を回転させることにより砥粒板間に供給される被磨砕物が磨砕されるように構成された磨砕機を用いて繊維原料を磨砕する磨砕工程において、砥粒板１，２として、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて微細磨砕処理を行った後、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて超微細磨砕処理を行う。
微細磨砕処理工程を１～５回実施した後、超微細磨砕処理工程を１～５回実施する。
微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程において、互いに対向する砥粒板の間隔を５～６０μmとする。
【選択図】図２



【特許請求の範囲】
【請求項１】
繊維原料のセルロースミクロフィブリル化を効率化するための前処理方法であって、
互いに対向する砥粒板を備え、少なくとも一方の砥粒板を回転させることにより砥粒板間に供給される被磨砕物が磨砕されるように構成された磨砕機を用いて、繊維原料の磨砕を行う磨砕工程を備え、
前記磨砕工程が、
(ａ)砥粒板として、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う微細磨砕処理工程と、
(ｂ)微細磨砕処理工程を実施した後に、砥粒板として、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う超微細磨砕処理工程と
を備えていることを特徴とする、セルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【請求項２】
前記(ａ)の微細磨砕処理工程を１～５回実施した後、前記(ｂ)の超微細磨砕処理工程を１～５回実施することを特徴とする、請求項１記載のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【請求項３】
前記(ａ)の微細磨砕処理工程を１～３回実施した後、前記(ｂ)の超微細磨砕処理工程を１～３回実施することを特徴とする、請求項１記載のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【請求項４】
前記微細磨砕処理工程および前記超微細磨砕処理工程において、互いに対向する砥粒板の間隔を５～６０μｍとすることを特徴とする、請求項１～３のいずれかに記載のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【請求項５】
前記繊維原料が、湿式で離解され、繊維原料を固形物換算したときのスラリー濃度が１．５～７．０重量％の範囲にあるものであることを特徴とする、請求項１～４のいずれかに記載のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【請求項６】
前記繊維原料が古紙再生パルプを主たる成分とするものであることを特徴とする、請求項１～５のいずれかに記載のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本願発明は、木質パルプおよび／またはセルロース系繊維を主たる成分とする繊維原料などから効率よくセルロースミクロフィブリルを製造することができるようにするための、セルロースミクロフィブリル化の前処理方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
(１)繊維原料をセルロースミクロフィブリル化する方法としては、例えば、セルロースを予備叩解した後、ホモジナイザー処理し、微小繊維状セルロース化する方法がある（特許文献１参照）。
この特許文献１の予備叩解方法はダブルディスクリファイナーで７～１５回の処理回数を行うことを必要とし、生産効率が悪いという問題点がある。
【０００３】
(２)また、予備叩解したパルプを砥石板のすり合わせにより微細繊維フィブリル化し、さらに高圧ホモジナイザー処理を行うことにより、超微細繊維フィブリル化セルロースを得る方法も提案されている（特許文献２参照）。
そして、この方法においては、予備叩解方法として、一般的な叩解機を用い、フリーネス（水切れの良さを示すろ水度の数値）を３００ｍｌＣＳＦとすることが示されている。

しかしながら、このようなフリーネスになるまで叩解するためには、相当な処理回数が必要となり、生産性が低下するという問題点がある。

【０００４】

(３)さらに、メディア撹拌式粉砕機で微細繊維状セルロースを得る方法も提案されている（特許文献３参照）が、繊維状セルロースを懸濁液としたものを直接に粉砕機に投入して粉砕を行っているため、微細繊維状セルロース化に要する時間が非常に長くなり、生産性が低いという問題点がある。

【０００５】

(４)また、塩酸溶液中、１２０～１３０℃で１時間加水分解処理した後、アンモニア水で中和し、塩化物イオンが出なくなるまで水洗し、ディスクリファイナーで磨砕する工程を備えた方法も提案されている（特許文献４参照）。しかしながら、この方法においては、薬品を使って処理を行うようにしているので、処理に多大の手間と時間を要し、生産効率が悪いという問題点がある。

【０００６】

(５)さらに、パルプおよび／またはセルロースの繊維の一次壁および二次壁をリファイナー処理で傷つけ、該パルプおよび／セルロースを、セルロース非晶領域膨潤剤の存在下に混練することにより、繊維成分を解繊するようにした方法が提案されている（特許文献５参照）。

そして、この方法においては、上述のようにして一次壁および二次壁外層を傷つける前処理における傷付き状況は、顕微鏡による前処理パルプおよび／又はセルロース系繊維の形態観察や、前処理パルプおよび／又はセルロース系繊維の保水率により把握することが可能であること、保水率が１５０～６００％、特に２００～４００％となったパルプおよび／又はセルロース系繊維を用いることが好ましいことが開示されている。

しかしながら、上述のような保水率となるまでリファイナー処理を行うには、かなりの処理回数が必要となり、結果として、生産性が悪くなるという問題点がある。

【特許文献１】特開２０００－１７５９２号公報
【特許文献２】特開平８－２８４０９０号公報
【特許文献３】特開平６－２１２５８７号公報
【特許文献４】特公昭６２－３０２２０号公報
【特許文献５】特開２００５－４２２８３号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【０００７】

本願発明は、上記課題を解決するものであり、例えば、木質パルプおよび／またはセルロース系繊維を主たる成分とする繊維原料などから効率よくセルロースミクロフィブリルを製造することができるようにするための、繊維原料の前処理方法を提供することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【０００８】

上記課題を解決するために、本願発明（請求項１）のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、

繊維原料のセルロースミクロフィブリル化を効率化するための前処理方法であって、

互いに対向する砥粒板を備え、少なくとも一方の砥粒板を回転させることにより砥粒板間に供給される被磨砕物が磨砕されるように構成された磨砕機を用いて、繊維原料の磨砕を行う磨砕工程を備え、

前記磨砕工程が、

(ａ)砥粒板として、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う微細磨砕処理工程と、

(ｂ)微細磨砕処理工程を実施した後に、砥粒板として、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う超微細磨砕処理工程と

を備えていることを特徴としている。

【０００９】

また、請求項２のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、請求項１の発明の構成において、前記(ａ)の微細磨砕処理工程を１～５回実施した後、前記(ｂ)の超微細磨砕処理工程を１～５回実施することを特徴としている。

【００１０】

また、請求項３のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、請求項１の発明の構成において、前記(ａ)の微細磨砕処理工程を１～３回実施した後、前記(ｂ)の超微細磨砕処理工程を１～３回実施することを特徴としている。

【００１１】

また、請求項４のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、請求項１～３のいずれかの発明の構成において、前記微細磨砕処理工程および前記超微細磨砕処理工程において、互いに対向する砥粒板の間隔を５～６０μｍとすることを特徴としている。

【００１２】

また、請求項５のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、請求項１～４のいずれかの発明の構成において、前記繊維原料が、湿式で離解され、繊維原料を固形物換算したときのスラリー濃度が１．５～７．０重量％の範囲にあるものであることを特徴としている。

【００１３】

また、請求項６のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、請求項１～５のいずれかの発明の構成において、前記繊維原料が古紙再生パルプを主たる成分とするものであることを特徴としている。

【発明の効果】

【００１４】

本願発明（請求項１）のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、互いに対向する砥粒板を備え、少なくとも一方の砥粒板を回転させることにより砥粒板間に供給される被磨砕物が磨砕されるように構成された磨砕機を用いて、繊維原料の磨砕を行う磨砕工程を備えており、該磨砕工程を、(ａ)砥粒板として、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う微細磨砕処理工程と、(ｂ)微細磨砕処理工程を実施した後に、砥粒板として、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行う超微細磨砕処理工程とを備えた構成としているので、効率よく繊維原料を磨砕して、その後の二軸混練機や、高圧ホモジナイザーを用いたミクロフィブリル化工程において、効率よく繊維原料をミクロフィブリル化することが可能になる。

【００１５】

なお、微細磨砕処理工程なしで、超微細磨砕処理工程を実施した場合、繊維原料を超微細磨砕処理用の磨砕機を構成する超微細砥粒板の間を通過させることが困難になる。すなわち、本願発明は、微細磨砕処理と超微細磨砕処理とを組み合わせ、微細磨砕処理工程を経た後で、超微細磨砕処理工程を実施することにより、繊維原料を効率よく磨砕することができるようにしたことを特徴としている。

【００１６】

本願発明において、微細磨砕処理工程で、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて磨砕を行うようにしているのは、微細砥粒の粒度が５番未満になると、微細砥粒板の表面が非常に粗くなり、上下の微細砥粒板が合わさったときの、微細砥粒板どうしの最大間隔が繊維直径より大きくなり、繊維がそのまま通過してしまうため、十分な磨砕効果が得られず、また、粒度が６０番以上になると、微細砥粒板の表面が非常に緻密になるため、繊維が通過しにくくなくなり、磨砕処理量が低下して、処理効率が悪くなることによる。

【００１７】

また、超微細磨砕処理工程で、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を

備えた磨砕機を用いて磨砕を行うようにしているのは、超微細砥粒の粒度が６０番未満になると、微細磨砕処理以上の効果が得られず、また、粒度が１５０番を超えても、超微細磨砕処理ではその処理効果に大きな変化が見られないことによる。

なお、本願発明における粒度は、ＪＩＳ Ｒ６００１（研削といし用研磨材の粒度）の規定にしたがうものである。

【００１８】

また、本願発明において用いることが可能な繊維原料としては、クラフトパルプ、サルファイトパルプなどの木材化学処理パルプ、セミケミカルパルプ、古紙から再生された再生パルプ、人造セルロース繊維、酢酸菌によるバクテリアセルロース繊維、ホヤなどの動物由来セルロース繊維やこれらを化学修飾したものなどが挙げられ、これらは単独で用いても、２種以上を混合して用いてもよい。これらのうち、コスト面、地球環境面より、植物由来の木材、古紙などから得られたパルプ、特に古紙再生パルプが好ましい。なお、パルプおよび／またはセルロース系繊維の化学修飾の代表的なものとして、アセチル化、シアノエチル化などがある。

【００１９】

また、請求項２のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法のように、請求項１の発明の構成において、微細磨砕処理工程を１～５回実施した後、超微細磨砕処理工程を１～５回実施することにより、繊維原料を効率よく、十分に磨砕して、その後の二軸混練機や、高圧ホモジナイザーなどを用いたミクロフィブリル化工程において、効率よく繊維原料をミクロフィブリル化して、セルロースミクロフィブリルの生産性を向上させることが可能になる。

【００２０】

なお、微細磨砕処理工程を１～５回の範囲で繰り返して行うようにしているのは、微細磨砕処理工程を少なくとも１回は実施することが必要であり、繰り返して行うことにより磨砕の効果が上昇する一方、５回を超えて微細磨砕処理工程を実施しても、効果に顕著な向上が見られず、いたずらに生産性の低下を招くことによる。

【００２１】

また、超微細磨砕処理工程を１～５回の範囲で繰り返して行うようにしたのは、超微細磨砕処理工程をまったく実施しない場合、十分な磨砕効果、すなわちミクロフィブリル化の前処理効果が得られず、少なくとも１回は超微細磨砕処理工程を実施することが必要であること、繰り返して行うことにより、前処理効果は上昇するが、５回を超えて実施しても、効果に顕著な向上が見られず、いたずらに生産性に低下を招くことによる。

【００２２】

また、請求項３のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法のように、請求項１の発明の構成において、微細磨砕処理工程を１～３回実施した後、超微細磨砕処理工程を１～３回実施するようにした場合、さらに効率よく、ミクロフィブリル化の前処理を行うことが可能になり、その後の二軸混練機や、高圧ホモジナイザーなどを用いたミクロフィブリル化工程において、効率よく繊維原料をミクロフィブリル化して、セルロースミクロフィブリルの生産性をさらに向上させることが可能になる。

【００２３】

なお、本願発明によれば、微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程は、通常、それぞれ１～３回程度、さらには、１～２回程度で足りる場合が多い。したがって、生産性を向上させる見地からは、微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程の回数を１～３回程度とすることが望ましい。

【００２４】

また、請求項４のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法のように、請求項１～３のいずれかの発明の構成において、微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程において、互いに対向する砥粒板の間隔を５～６０μｍとすることにより、処理速度が遅くなりすぎることを回避しつつ、十分な磨砕処理を行うことが可能になり、本願発明をより実効あらしめることができる。

【００２５】
なお、互いに対向する砥粒板の間隔を５～６０μｍの範囲としたのは、砥粒板の間隔が５μｍ未満になると、繊維原料が砥粒板間を通過する速度、すなわち処理速度が低下し、しかも、砥粒板の接触運転による研磨作用で砥粒が流出して、製品への不純物の混入を招き、製品の品質に悪影響を与えるという問題が生じるとともに、砥粒板の寿命が短くなり、メンテナンスコストの増大を引き起こすという問題点があること、また、砥粒板の間隔が６０μｍを超えると、繊維原料が、磨砕機の遠心力で砥粒板の間をそのまま素通りしてしまい、十分な磨砕効果が得られないことによる。
【００２６】
また、請求項５のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法のように、請求項１～４のいずれかの発明の構成において、繊維原料として、湿式で離解され、繊維原料を固形物換算したときのスラリー濃度が１．５～７．０重量％の範囲にあるものを用いることにより、効率よく、微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程を実施することが可能になる。すなわち、スラリー濃度が上述の範囲より低くなると生産性が低くなり、逆に、上記範囲より高くなると流動性が低下し、磨砕処理を行うことが困難になることによる。
【００２７】
また、請求項６のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法のように、請求項１～５のいずれかの発明の構成において、繊維原料として、古紙再生パルプを主たる成分とするものを用いることにより、資源のリサイクルを図り、地球環境を保護しつつ、低コストで、特性の良好なセルロースミクロフィブリルを得ることが可能になり、有意義である。
【発明を実施するための最良の形態】
【００２８】
以下に本願発明の実施例を示して、本願発明の特徴とするところをさらに詳しく説明する。
【実施例】
【００２９】
図１は本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法を実施するのに用いた磨砕機の要部構成を模式的に示す斜視図、図２は正面断面図、図３は砥粒板の構成を示す平面図である。
【００３０】
［実施例で用いた磨砕機の構成］
この磨砕機は、互いに対向する一対の砥粒板１，２と、砥粒板１，２の間に繊維原料を供給するためのホッパ３と、下側の砥粒板２を回転させるための駆動手段（電動モータ）４と、駆動手段４からの駆動力を下側の砥粒板２に伝達する駆動軸５とを備えている。なお、この実施例では、下側の砥粒板２を回転させるようにしているが、砥粒板１，２の相対的な位置（回転の位相）が変化するように、上側の砥粒板１を回転させるように構成することも可能であり、また、砥粒板１および２の両方を回転させるように構成することも可能である。
【００３１】
また、砥粒板１，２は、図２および図３に示すように、その対向面に、中心に向かって深さが徐々に深くなるようなテーパー状の凹部１ａ，２ａが形成されており、この凹部１ａ，２ａにより磨砕チャンバー６が形成されている。
【００３２】
さらに、磨砕チャンバー６には繊維原料の流れを整えて、砥粒板１，２の対向面１ｂ，２ｂの間に形成される磨砕スペース７に繊維原料を安定して送り込むための送り用回転羽根８が配設されている。
【００３３】
また、砥粒板１，２の、摩砕スペース７を形成するテーパーを有する面１ｃ，２ｃには、図３に示すように、ほぼ放射方向に送り溝９が形成されている。ただし、送り溝の配設態様は必ずしもこれに限定されるものではない。

なお、磨砕スペース７を構成する、砥粒板１，２の外周よりのフラットな対向面１ｂ，２ｂには送り溝は形成されていない。

【００３４】

なお、この実施例では、磨砕機として、（株）栗田機械製作所製のピュアファインミルを使用した。ただし、磨砕機としては、その他にも、増幸産業（株）製のスーパーマスコロイダーなどを使用することが可能である。

【００３５】

なお、この実施例では、微細磨砕処理工程に用いる磨砕機として、上記の構成を有し、砥粒板として、粒度４６番のＳｉＣ微粉を砥粒とする砥粒板を用いた、微細磨砕処理用の磨砕機を用意した。

【００３６】

また、超微細磨砕処理工程に用いる磨砕機として、上記の構成を有し、砥粒板として、粒度８０番のAl_2O_3超微粉を砥粒とする砥粒板を用いた、超微細磨砕処理用の磨砕機を用意した。

【００３７】

以下、繊維原料を効率よくミクロフィブリル化することができるようにするために、上記の磨砕機を用いて繊維原料を前処理する方法について説明する。

(１)繊維原料として、古紙由来のトイレットペーパーを使用し、スラリー濃度を３．０重量％に調整した後、撹拌機で均一に離解したものを繊維原料スラリーとして用意した。

【００３８】

(２)そして、上記の繊維原料スラリーを１０Ｌを、ＳｉＣの微粉を砥粒とする４６番の砥粒板を用いた、微細磨砕処理用の磨砕機のホッパに投入し、１回通過（パス）～５回通過（パス）の磨砕処理（微細磨砕処理）を行った。なお、この微細磨砕処理時の砥粒板の間隔Ｃ（図２）は２０μｍとした。なお、繊維原料スラリーの１回の通過（パス）に要する時間は約６minであった。

【００３９】

(３)それから、上述のようにして得た、微細磨砕処理後の繊維原料スラリーを、Al_2O_3の超微粉を砥粒とする８０番の砥粒板を用いた、超微細磨砕処理用の磨砕機のホッパに投入し、１回通過（パス）～５回通過（パス）の磨砕処理（超微細磨砕処理）を行った。なお、この超微細磨砕処理時の砥粒板の間隔Ｃ（図２）は２０μｍとした。なお、超微細磨砕処理後の繊維原料スラリーの１回の通過（パス）に要する時間は約６minであった。

【００４０】

超微細磨砕処理後の繊維原料スラリーの特性を調べるため、上記のようにして微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程を実施した後の繊維原料スラリーを、遠心分離機で固形分濃度が約３０重量％になるまで脱水し、繊維量（乾量として）１０ｇになるようにサンプリングして型枠に入れ圧縮機で脱水・成形した。それから、乾燥機で１６時間乾燥させたものを所定の形状に切り出し、得られた試料について、曲げ強度と比重の挙動を調べた。

【００４１】

曲げ強度と、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数との関係を図４に示す。

また、比重と、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数との関係を図５に示す。

図４および５に示すように、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数が増えると曲げ強度が向上し、比重も大きくなる傾向があることが確認された。

ただし、超微細磨砕処理の回数が５回になっても、２回の場合に比べてそれほど曲げ強度および比重が大きくなる傾向は認められず、この実施例においては、超微細磨砕処理の回数は、１回あるいは２回程度、多くても３回で足りるものと考えられる。

また、微細磨砕処理に関しては、図４および図５に、３回までのデータしか示していないが、これは、３回を超えて微細磨砕処理を行っても顕著な傾向の差異が認められなかったことによる。

【００４２】
(４)上記(３)の工程で得た超微細磨砕処理後の繊維原料スラリーを脱水して、固形分濃度を約３０重量％にした。
【００４３】
(５)それから、以下の条件の二軸混練機を用いて混練し、セルロースミクロフィブリル化を行った。
二軸混練機の条件
(ａ)スクリュー径（直径）Ｄ　：　１５㎜
(ｂ)スクリュー長さＬ　　：４５０㎜（Ｌ／Ｄ＝３０）
(ｃ)スクリュー回転数　　：３００ｒｐｍ
(ｄ)二軸混練機の型式　　：完全かみ合わせ型
【００４４】
(６)次に、二軸混練機を用いたミクロフィブリル化後の繊維原料に水を添加して粘土状にした後、型に充填し、圧縮機により圧縮して脱水することにより成形した後、乾燥機を用いて１０５℃で、１６時間乾燥することにより成形体を得た。
【００４５】
(７)上記(６)の工程で得た成形体について、曲げ強度の測定を行い、特性を評価した。
なお、曲げ強度測定用の試験片は、上述の乾燥させた成形体を所定の形状に切り出したものを用いた。
測定した曲げ強度と、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数との関係を表１に示す。
【００４６】
また、比較のため、前処理として、リファイナー処理を行った後、本願発明の実施例の場合と同様の条件でミクロフィブリル化し、成形した試料（比較例）についても、曲げ強度を調べた。なお、リファイナー処理は、コニカル型のリファイナーを用いて、スラリー濃度３ｗｔ％、運転電力値４０～８０Ａ、循環回数１０ｐａｓｓの条件で行った。
その結果を表１に併せて示す。
【００４７】

【表１】

試料	条件	曲げ強度 （Ｎ／㎟）
比較例	リファイナー処理 ＋ 二軸混練機押し出し：１回	９０
実施例１	微細磨砕処理　　：１回 超微細磨砕処理　：１回 二軸混練機押し出し：１回	１２０
実施例２	微細磨砕処理　　：２回 超微細磨砕処理　：１回 二軸混練機押し出し：１回	１６０
実施例３	微細磨砕処理　　：３回 超微細磨砕処理　：１回 二軸混練機押し出し：１回	１５０

【００４８】
表１に示すように、上記実施例１～３の試料のうち、微細磨砕処理２回、超微細磨砕処理１回、二軸混練機押し出し１回の条件で処理した実施例２の試料において、曲げ強度が最も大きく、１６０Ｎ／mm^2となっており、微細磨砕処理３回、超微細磨砕処理１回、二軸混練機押し出し１回の条件で処理した実施例３の試料においても、十分な曲げ強度１５０Ｎ／mm^2が得られている。
また、微細磨砕処理１回、超微細磨砕処理１回、二軸混練機押し出し１回の条件で処理した実施例１の試料の場合にも、曲げ強度が１２０Ｎ／mm^2と大きくなっており、微細磨砕処理、超微細磨砕処理、および二軸混練機押し出し処理をいずれも１回とした場合にも、実用性のある曲げ強度が得られることが確認された。
【００４９】
これに対し、リファイナー処理を行った後、二軸混練機押し出し処理を行うようにした比較例の試料の場合には、曲げ強度が９０Ｎ／mm^2と低く、十分な強度が得られないことが確認された。
【００５０】
上記の結果より、本願発明によれば、効率よく繊維原料を磨砕して、その後の二軸混練機を用いたミクロフィブリル化工程において、効率よく繊維原料をミクロフィブリル化することが可能になり、得られるセルロースミクロフィブリルを用いることにより、曲げ強度の大きい成形体が得られることが確認された。
【００５１】
なお、上記実施例では、ミクロフィブリル化工程において、二軸混練機を用いて混練するようにしているが、小径オリフィスを通過させる高圧ホモジナイザーなどの公知の種々の方法を適用することも可能である。
【００５２】

本願発明は、上記実施例に限定されるものではなく、繊維原料の種類、砥粒板およびそれを用いた磨砕機の構成や具体的な形状、微細磨砕処理工程と、超微細磨砕処理工程の、それぞれの繰り返し回数、微細磨砕処理工程および超微細磨砕処理工程における、互いに対向する砥粒板の間隔、繊維原料を磨砕処理する際のスラリー濃度などに関し、発明の範囲内において、種々の応用、変形を加えることができる。

【産業上の利用可能性】

【００５３】

上述のように、本願発明のセルロースミクロフィブリル化の前処理方法は、互いに対向する砥粒板を備え、少なくとも一方の砥粒板を回転させることにより砥粒板間に供給される被磨砕物が磨砕されるように構成された磨砕機を用いて、繊維原料の磨砕を行う磨砕工程を備えており、該磨砕工程では、砥粒の粒度が５番以上６０番未満の微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて微細磨砕処理を行った後、砥粒の粒度が６０番以上１５０番以下の超微細砥粒板を備えた磨砕機を用いて超微細磨砕処理を行うようにしているので、効率よく繊維原料を磨砕して、その後の二軸混練機や高圧ホモジナイザーなどを用いたミクロフィブリル化工程において、効率よく繊維原料をミクロフィブリル化することが可能になる。そして、得られたセルロースミクロフィブリルを用いることにより、曲げ強度の特性の良好な成形体を得ることが可能になる。

したがって、本願発明は、セルロースミクロフィブリルを製造する技術分野に広く適用することが可能である。

【図面の簡単な説明】

【００５４】

【図１】本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法を実施するのに用いた磨砕機の要部構成を模式的に示す斜視図である。

【図２】本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法を実施するのに用いた磨砕機の要部構成を模式的に示す正面断面図である。

【図３】本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法を実施するのに用いた磨砕機を構成する砥粒板の構成を示す平面図である。

【図４】本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法により前処理をした繊維原料を用いて作製した成形体について調べた、曲げ強度と、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数との関係を示す図である。

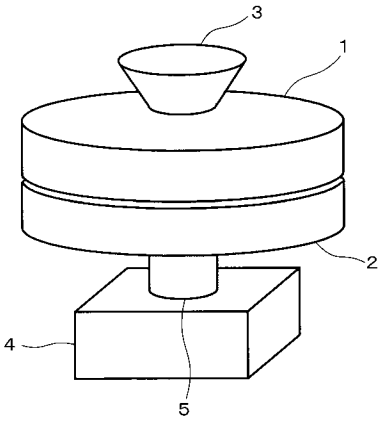
【図５】本願発明の一実施例にかかるセルロースミクロフィブリル化の前処理方法により前処理をした繊維原料を用いて作製した成形体について調べた、比重と、微細磨砕処理および超微細磨砕処理の回数との関係を示す図である。

【符号の説明】

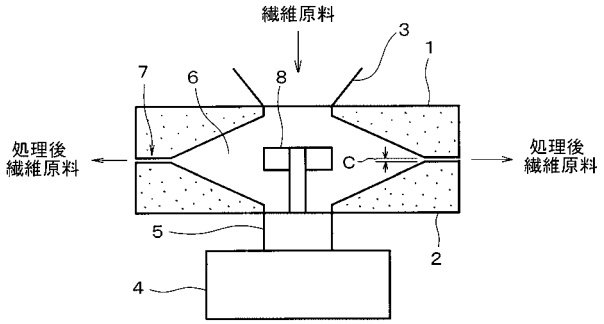
【００５５】

１，２　　砥粒板
１ａ，２ａ　　テーパー状の凹部
１ｂ，２ｂ　　砥粒板の対向面
１ｃ，２ｃ　　テーパーを有する面
３　　ホッパ
４　　駆動手段（電動モータ）
５　　駆動軸
６　　磨砕チャンバー
７　　磨砕スペース
８　　送り用回転羽根
９　　送り溝
Ｃ　　砥粒板の間隔

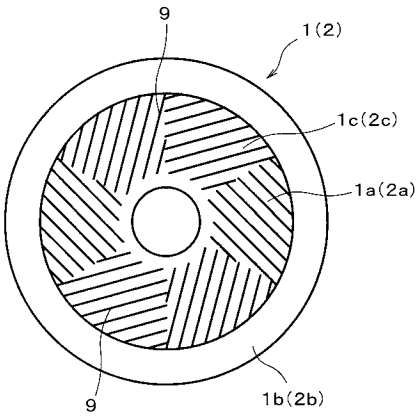
【図１】


3
1
2
4
5

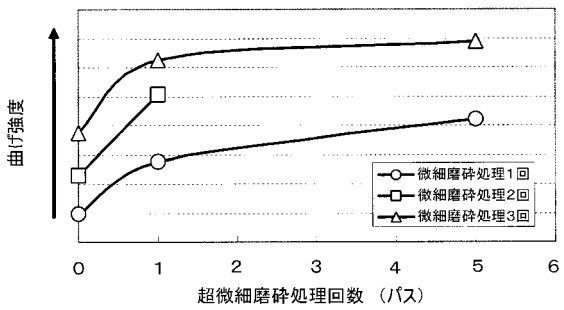
【図２】


繊維原料
3
1
7
6
8
処理後
繊維原料
C
処理後
繊維原料
5
2
4

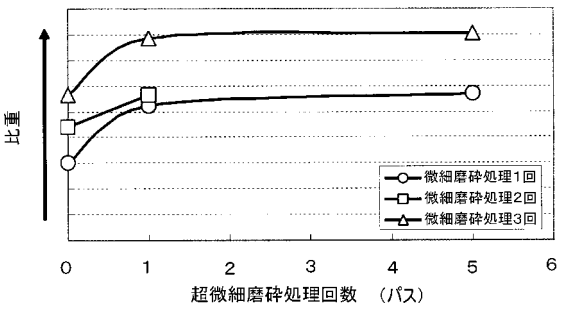
【図３】


9
1(2)
1c(2c)
1a(2a)
9
1b(2b)

【図４】


曲げ強度
微細磨砕処理1回
微細磨砕処理2回
微細磨砕処理3回
0
1
2
3
4
5
6
超微細磨砕処理回数 （パス）

【図５】


比重
微細磨砕処理1回
微細磨砕処理2回
微細磨砕処理3回
0
1
2
3
4
5
6
超微細磨砕処理回数 （パス）

フロントページの続き

(72)発明者　関　紀繁
兵庫県尼崎市杭瀬寺島２丁目１番２号　木村化工機株式会社内
(72)発明者　比村　卓相
兵庫県尼崎市杭瀬寺島２丁目１番２号　木村化工機株式会社内

Ｆターム(参考) 4L055 AC09 AF09 AF44 AF46 BB03 BF02 EA03 EA15 EA27 FA04
FA13 FA22 GA24