

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2016 年 10 月 27 日(27.10.2016)



(10) 国際公開番号
WO 2016/170857 A1

- (51) 国際特許分類:
C08L 1/02 (2006.01) *D21H 11/02* (2006.01)
C08B 9/00 (2006.01) *D21H 13/08* (2006.01)
C08L 71/02 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2016/056812
- (22) 国際出願日: 2016 年 3 月 4 日(04.03.2016)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2015-088837 2015 年 4 月 23 日(23.04.2015) JP
- (71) 出願人: サンノプロ株式会社(SAN NOPCO LTD.)
[JP/JP]; 〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本
町 1 1 番地 Kyoto (JP). 王子ホールディングス株
式会社(OJI HOLDINGS CORPORATION) [JP/JP];
〒1040061 東京都中央区銀座四丁目 7 番 5 号
Tokyo (JP).
- (72) 発明者: 前田亮(MAEDA, Ryo); 〒6050995 京都府京
都市東山区一橋野本町 1 1 番地 サンノプロ株
式会社内 Kyoto (JP). 針尾英孝(HARIO, Hidetaka);
〒6050995 京都府京都市東山区一橋野本町 1 1
番地 サンノプロ株式会社内 Kyoto (JP). 宮田努
(MIYATA, Tsutomu); 〒6050995 京都府京都市東山
区一橋野本町 1 1 番地 サンノプロ株式会社内
Kyoto (JP). 眞田祥平(SANADA, Shohei); 〒1040061
東京都中央区銀座四丁目 7 番 5 号 王子ホール
ディングス株式会社内 Tokyo (JP). 木皿幸紀
(KISARA, Koki); 〒1040061 東京都中央区銀座四丁
目 7 番 5 号 王子ホールディングス株式会社内
Tokyo (JP). 内田洋介(UCHIDA, Yosuke); 〒1040061
東京都中央区銀座四丁目 7 番 5 号 王子ホール

ディングス株式会社内 Tokyo (JP). 山本高廣
(YAMAMOTO, Takahiro); 〒1040061 東京都中央区
銀座四丁目 7 番 5 号 王子製紙株式会社内
Tokyo (JP). 北山力生(KITAYAMA, Rikio); 〒1040061
東京都中央区銀座四丁目 7 番 5 号 王子製紙株
式会社内 Tokyo (JP).

- (74) 代理人: 櫻井健一(SAKURAI, Ken-ichi); 〒5200827
滋賀県大津市池の里 3-5 Shiga (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA,
BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN,
CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES,
FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN,
IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR,
LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX,
MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH,
PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK,
SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA,
UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW,
MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユー
ラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨー
ロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE,
ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC,
MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR),
OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM,
ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: DISSOLVING PULP COMPOSITION AND METHOD FOR PRODUCING VISCOSE RAYON

(54) 発明の名称: 溶解パルプ組成物及びビスコースレーヨン製造方法

(57) Abstract: The purpose of the present invention is to provide a dissolving pulp composition which can undergo a mercerization reaction in an accelerated manner. The present invention is a dissolving pulp composition characterized by comprising: a mercerization accelerator that contains a surfactant (A) having an HLB value (Oda method) of 12 to 19 as an essential component; and dissolving pulp. The mercerization accelerator preferably contains at least one component selected from the group consisting of a polyoxyalkylene compound (A1), a compound (A2) that has at least one group selected from a sulfo group, a sulfoxy group and a phosphono group, and an amphoteric surfactant (A3).

(57) 要約: 本発明の目的は、マーセル化反応を促進できる溶解パルプ組成物を提供することである。本発明は、HLB (小田法) が 12 ~ 19 である界面活性剤 (A) を必須構成成分としてなるマーセル化促進剤と溶解パルプとを含有してなることを特徴とする溶解パルプ組成物である。マーセル化促進剤はポリオキシアルキレン化合物 (A1)、スルホ基、スルホオキシ基又はホスホノ基の少なくとも 1 種を有する化合物 (A2) 及び両性界面活性剤 (A3) からなる群より選ばれる少なくとも 1 種を含んでなることが好ましい。



WO 2016/170857 A1

明 細 書

発明の名称：溶解パルプ組成物及びビスコースレーヨン製造方法 技術分野

[0001] 本発明は溶解パルプ組成物及びビスコースレーヨンの製造方法に関する。

背景技術

[0002] 溶解パルプをアルカリ液中でマーセル化（アルセル化）してアルカリセルロースを調製する工程を経てビスコースレーヨンを製造する際、溶解パルプのマーセル化を促進するために、「a）0.05～1重量%のアルキル分岐アルコールのアルキレンオキシド付加物であって、式 $R_1O(PO)_m(CH_2CH_2O)_nH$ （ここで、 R_1 は、8～12個の炭素原子を有する分岐したアルキル基であり、 PO はプロピレンオキシ基であり、 m は0～3の数であり、かつ n は2～7の数である）を有するアルキレンオキシド付加物
b）0.15～2重量%の水酸化アルカリ及び／又はアルカリ性錯化剤
c）0.025～1.75重量%のヘキシルグリコシド及び／又はオクチルイミノジプロピオネート
d）0.025～1.25重量%の、デービス（Davies）に従う少なくとも6.4のHLB値を有する第2の界面活性非イオン性アルキレンオキシド付加物
を含み、前記第2の非イオン性アルキレンオキシド付加物が、式 $R_2O(C_2H_4O)_x(AO)_yH$ （ここで、 R_2 は、9～20個の炭素原子を含むアルキル基であり、 AO は、3～4個の炭素原子を持つアルキレンオキシ基であり、 x は5～100の数であり、かつ y は0～4の数である）を有するところの透明で均一な水性の組成物」を用いることが知られている（特許文献1）。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特許第4870555号公報（対応国際特許出願：WO2004

／ 0 9 9 3 5 5 A 1)

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 従来の水性の組成物を用いても、マーセル化反応が十分に進行しないという問題がある。

本発明の目的は、マーセル化反応を促進できる溶解パルプ組成物を提供することである。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明の溶解パルプ組成物の特徴は、HLBが12～19の界面活性剤（A）を必須構成成分としてなるマーセル化促進剤と溶解パルプとを含有してなる点を要旨とする。

[0006] 本発明のビスコースレーヨンの製造方法の特徴は、上記の溶解パルプ組成物をマーセル化（アルセル化）反応してアルカリセルロースを得る工程を含む点を要旨とする。

発明の効果

[0007] 本発明の溶解パルプ組成物はマーセル化反応を促進できる。したがって、本発明の溶解パルプ組成物を用いると、効率的に（短時間で）均一にマーセル化反応を進めることができる。

[0008] 本発明のビスコースレーヨンの製造方法は、上記の溶解パルプ組成物を用いるためマーセル化反応を促進でき効率よくアルカリセルロースを得ることができる。したがって、本発明のビスコースレーヨンの製造方法によると、ビスコースレーヨンの生産性を大幅に向上することができる。

発明を実施するための形態

[0009] 溶解パルプの原料チップは、木材 {針葉樹及び広葉樹等}、非木材 {草木類（ケナフ、バガス及びバンブーフ等）} いずれを用いてもよく、特に限定されるものではないが、生産効率を考慮すると、容積重が高い木材が好適に用いられる。該当する広葉樹としては、ユーカリ・グロブラス、ユーカリ・

グランディス、ユーカリ・ユーログランディス、ユーカリ・ペリータ、ユーカリ・カマルドレンシス、ユーカリ・ブラシアーナ及びアカシア・メランシ等が挙げられる。該当する針葉樹としては、ラジアータパイン、カリビアンパイン、ダグラスファー、ヘムロック、レッドウッド及びカラマツ等が挙げられる。言うまでもなく、広葉樹、針葉樹、非木材をそれぞれ単独で使用することもできるし、組み合わせて使用することもできるし、その組み合わせは限定されるものではない。

[0010] 溶解パルプは、酸性サルファイト蒸解法又はアルカリ蒸解法（クラフト蒸解、ポリサルファイド蒸解、ソーダ蒸解、アルカリサルファイト蒸解等）等のいずれの製法で製造されたものでもよく、特に限定されるものではない。溶解パルプの品質、エネルギー効率等を考慮すると、クラフト蒸解法が好適に用いられる。以下に、クラフト蒸解法による溶解パルプの製造方法を説明するが、もちろんこれに限定されるものではない。

[0011] クラフト蒸解法で溶解パルプを製造するためには、木材等のチップを水の存在下で、加温して前加水分解処理を行なう。前加水分解の強度はPファクターとして200～1000が好ましく、温度は160～170℃が好ましく、処理温度は処理時間に対応して決定される。なお、Pファクターとは前加水分解時の温度と時間から計算される。前加水分解工程で用いる装置は特に限定されるものではないが、好適には汎用の連続蒸解釜、バッチ釜等が用いられる。

[0012] 前加水分解処理後の木材等のチップはアルカリ蒸解工程に送られる。アルカリ蒸解に用いられる装置は、特に限定されるものではないが、好適には汎用の連続蒸解釜、バッチ釜等が用いられる。木材をクラフト蒸解する場合、クラフト蒸解液の硫化度は好ましくは20～35%、有効アルカリ添加率は絶乾木材重量当たり好ましくは10～25重量%、蒸解温度は140～170℃で、蒸解白液を分割で添加する蒸解法でもよく、その方式は特に問わない。

[0013] アルカリ蒸解して得られる未漂白パルプのカッパー価は特に限定されるも

のではないが、溶解パルプの品質やその後の漂白性等を考慮すると、広葉樹を原料とした場合、カップー価は6～18が好ましく、針葉樹を原料とした場合、カップー価は20～35が好ましい。

[0014] 未漂白パルプは洗浄、粗選及び精選工程を経て、好適には公知の酸素脱リグニン法により脱リグニン処理された後に、公知の漂白法で漂白処理される（漂白パルプが得られる。）。漂白工程では、二酸化塩素、アルカリ、酸素、過酸化水素、オゾンといった漂白段を組合せる多段漂白工程が一般的であり、未漂白パルプは最終的に白色度87～92%ISO、好ましくは89～92%ISOまで漂白され、溶解パルプが得られる。

[0015] 漂白パルプの主成分はセルロース及びヘミセルロースであり、リグニンや樹脂分等の不純物を含む。そして、漂白パルプのうち、溶解パルプはセルロース95～99重量%及びヘミセルロース1～5重量%からなり、製紙用パルプはセルロース85重量%程度及びヘミセルロース15重量%程度である。一方、コットンはセルロース99重量%以上及びヘミセルロース1重量%未満である。

[0016] マーセル化促進剤の必須構成成分である界面活性剤（A）のHLB（小田法）は12～19であり、好ましくは13～18、特に好ましくは14～17である。この範囲であると、マーセル化反応をさらに促進できる。

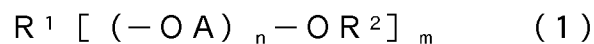
[0017] HLBは有機性と無機性のバランスを示し、Hydrophilic-Lipophile Balanceの略である。HLBは、小田法による数値であり、有機性の値と無機性の値とから次式で算出される数値である（小田、寺村著「界面活性剤の合成と其応用」501頁、槇書店、1957年；藤本武彦著「新・界面活性剤入門」197～198頁、三洋化成工業株式会社、1985年；対応する英語書籍「New Introduction to Surface Active Agents」、196～197頁、1985年）。

$$(HLB) = (\text{無機性の値}) \div (\text{有機性の値}) \times 10$$

[0018] HLBが上記範囲である界面活性剤（A）としては、公知の界面活性剤が含まれるが、ポリオキシアルキレン化合物（A1）、スルホ基、スルホオキ

シ基又はホスホノ基の少なくとも１種を有する化合物（Ａ２）並びに両性界面活性剤（Ａ３）からなる群より選ばれる少なくとも１種が好適である。これらのうち、ポリオキシアルキレン化合物（Ａ１）、スルホ基、スルホオキシ基又はホスホノ基の少なくとも１種を有する化合物（Ａ２）が好ましく、さらに好ましくはポリオキシアルキレン化合物（Ａ１）、特に好ましくは一般式（１）で表される化合物である。

[0019]



[0020] R^1 は水素原子、炭素数１～３０のアルキル基、炭素数２～３０のアルケニル基、炭素数２～３０のアシル基又は多価アルコールからｍ個の水酸基を除いた反応残基、 R^2 は水素原子、炭素数１～３０のアルキル基、炭素数２～３０のアルケニル基又は炭素数２～３０のアシル基、 OA は炭素数２～４のオキシアルキレン基、 n は２～１００の整数、 m は１～６の整数を表す。

[0021] 水素原子、炭素数１～３０のアルキル基、炭素数２～３０のアルケニル基、炭素数２～３０のアシル基、多価アルコールからｍ個の水酸基を除いた反応残基（ R^1 ）のうち、炭素数１～３０のアルキル基としては、直鎖アルキル基及び分岐鎖アルキル基等が使用できる。

[0022] 直鎖アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシル、イコシル、ヘニコシル、ドコシル、トリコシル、テトラコシル、ヘプタコシル、ヘキサコシル、ヘプタコシル、オクタコシル、ノナコシル及びトリアコンシル等が挙げられる。

[0023] 分岐鎖アルキル基としては、イソプロピル、イソブチル、 t -ブチル、イソペンチル、ネオペンチル、イソヘキシル、イソトリデシル、イソテトラデシル、イソオクタデシル、イソトリアコンシル、２-エチルヘキシル、８-メチル-１-ノニル、２-プロピルヘプチル、２-ブチルオクチル、２-ヘ

キシルデシル、2-オクチルドデシル、2-デシルテトラデシル、2-ドデシルヘキシル、2-ドデシルヘキサデシル、3, 5, 5-トリメチルヘキシル及び3, 7, 11-トリメチルドデシル等が挙げられる。

[0024] また、R¹のうち、炭素数2～30のアルケニル基としては、直鎖アルケニル基及び分岐アルケニル基等が使用できる。

[0025] 直鎖アルケニル基としては、ビニル、アリル、プロペニル、ブテニル、ペンテニル、ヘプテニル、オクテニル、ノネニル、デセニル、ウンデセニル、ドデセニル、トリデゼニル、テトラデセニル、ペンタデセニル、ヘキサデセニル、ヘプタデセニル、オクタデセニル、ノナデセニル、イコセニル、ヘニコセニル、ドコセニル、トリコセニル、テトラコセニル、ペンタコセニル、ヘキサキセニル、ヘプタコセニル、オクタコセニル及びトリアコンテニル等が挙げられる。

[0026] 分岐鎖アルケニル基としては、イソブテニル、イソペンテニル、ネオペンテニル、イソヘキセニル、イソトリデセニル、イソオクタデセニル及びイソトリアコンテニル等が挙げられる。

[0027] また、R¹のうち、炭素数2～30のアシル基としては、飽和脂肪族アシル基、不飽和脂肪族アシル基、脂環式アシル基及び芳香族アシル基等が使用できる。

[0028] 飽和脂肪族アシル基としては、アセチル、プロピオニル、ブチリル、イソブチリル、バレリル、イソバレリル、ヘキサノイル、ヘプタノイル、オクタノイル、2-エチルヘキサノイル、ノナノイル、デカノイル、ウンデカノイル、ドデカノイル、トリデカノイル、イソトリデカノイル、ミリストイル、パルミトイル及びオクタデカノイル等が挙げられる。

[0029] 不飽和脂肪族アシル基としては、アクリロイル、メタクリロイル、クロトノイル、イソクロトノイル、ブテノイル、ブタジエノイル、ペンテノイル、ヘキセノイル、ヘプテノイル、オクテノイル、ノネノイル、デセノイル、ウンデセノイル、ドデセノイル、テトラデセノイル、オレロイル及びエライジノイル等が挙げられる。

- [0030] 脂環式アシル基としては、シクロペンタノイル、シクロヘキサノイル、シクロヘプタノイル、メチルシクロペンタノイル、メチルシクロヘキサノイル、メチルシクロヘプタノイル、シクロペンテノイル、2, 4-シクロペンタジエノイル、シクロヘキセノイル、2, 4-シクロヘキサジエノイル、シクロヘプテノイル、メチルシクロペンテノイル、メチルシクロヘキセノイル及びメチルシクロヘプテノイル等が挙げられる。
- [0031] 芳香族アシル基としては、ベンゾイル、トルオイル、シンナモイル及びナフトイル等が挙げられる。
- [0032] また、R¹のうち、多価アルコールからm個の水酸基を除いた反応残基を構成できる多価アルコールとしては、2価アルコール（脂肪族ジオール、脂環式ジオール及び芳香族ジオール）、3価アルコール（脂肪族トリオール、脂環式トリオール及び芳香族トリオール）、4価アルコール（脂肪族テトラオール、脂環式テトラオール及び芳香族テトラオール）、5価アルコール（脂肪族ペンタオール、脂環式ペンタオール及び芳香族ペンタオール）及び6価アルコール（脂肪族ヘキサオール、脂環式ヘキサオール及び芳香族ヘキサオール）が含まれる。
- [0033] 脂肪族ジオールとしては、炭素数2～18の脂肪族ジオールが含まれ、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブタンジオール、ヘキサングリコール、ネオペンチルグリコール、ジエチルプロパンジオール、ヒドロキシオクタデセニルアルコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、テトラエチレングリコール、トリメチルペンタンジオール及びジ（ヒドロキシエチル）チオエーテル等が挙げられる。
- [0034] 脂環式ジオールとしては、炭素数8～15の脂環式ジオールが含まれ、1, 4-シクロヘキサンジメタノール、4, 4'-ジヒドロキシジシクロヘキサン及びジヒドロキシジシクロヘキシルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0035] 芳香族ジオールとしては、炭素数6～15の芳香族ジオールが含まれ、カテコール、ヒドロキノン、ビスフェノールA、ビスフェノールF、ビスフェノールS及び1, 4-ジヒドロキシナフタレン等が挙げられる。

- [0036] 脂肪族トリオールとしては、炭素数 3 ～ 11 の脂肪族トリオールが含まれ、グリセリン、トリメチロールエタン、トリメチロールプロパン、トリメチロールオクタン及びヘキサントリオール等が挙げられる。
- [0037] 脂環式トリオールとしては、炭素数 6 ～ 15 の脂環式トリオールが含まれ、トリヒドロキシシクロヘキサン、トリヒドロキシジシクロヘキサン及びトリヒドロキシジシクロヘキシルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0038] 芳香族トリオールとしては、炭素数 6 ～ 15 の芳香族トリオールが含まれ、トリヒドロキシベンゼン、トリヒドロキシビフェニル及びトリヒドロキシジフェニルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0039] 脂肪族テトラオールとしては、炭素数 5 ～ 12 の脂肪族テトラオールが含まれ、ジグリセリン、ペンタエリスリトール、トリメチロールペンタン及びジトリメチロールプロパン等が挙げられる。
- [0040] 脂環式テトラオールとしては、炭素数 6 ～ 15 の脂環式テトラオールが含まれ、テトラヒドロキシシクロヘキサン、テトラヒドロキシジシクロヘキサン、ソルビタン及びテトラヒドロキシジシクロヘキシルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0041] 芳香族テトラオールとしては、炭素数 6 ～ 15 の芳香族テトラオールが含まれ、テトラヒドロキシベンゼン、テトラヒドロキシビフェニル及びテトラヒドロキシジフェニルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0042] 脂肪族ペンタオールとしては、炭素数 5 ～ 9 の脂肪族ペンタオールが含まれ、トリグリセリン及びキシリトール等が挙げられる。
- [0043] 脂環式ペンタオールとしては、炭素数 6 ～ 12 の脂環式ペンタオールが含まれ、ペンタヒドロキシシクロヘキサン、ペンタヒドロキシジシクロヘキサン、ペンタヒドロキシジシクロヘキシルジメチルメタン及びヒドロキノーン- β -D-グルコシド等が挙げられる。
- [0044] 芳香族ペンタオールとしては、炭素数 6 ～ 15 の芳香族ペンタオールが含まれ、ペンタヒドロキシベンゼン、ペンタヒドロキシビフェニル及びペンタヒドロキシジフェニルジメチルメタン等が挙げられる。

- [0045] 脂肪族ヘキサオールとしては、炭素数6～12の脂肪族ヘキサオールが含まれ、ソルビトール、テトラグリセリン及びジペンタエリスリトール等が挙げられる。
- [0046] 脂環式ヘキサオールとしては、炭素数6～15の脂環式ヘキサオールが含まれ、ヘキサヒドロキシシクロヘキサン、ヘキサヒドロキシジシクロヘキサン及びヘキサヒドロキシジシクロヘキシルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0047] 芳香族ヘキサオールとしては、炭素数6～15の芳香族ヘキサオールが含まれ、ヘキサヒドロキシベンゼン、ヘキサヒドロキシビフェニル及びヘキサヒドロキシジフェニルジメチルメタン等が挙げられる。
- [0048] これらのm個の水酸基を除いた反応残基は、多価アルコールの全ての水酸基が必ずしも除かれた反応残基を意味するものではなく、一部の水酸基が反応残基中の残っている場合も含まれる。したがって、多価アルコールの水酸基の数とmの値とは必ずしも一致しない。すなわち、多価アルコールの水酸基の数(s)と除かれる水酸基の数(m)との関係は、 $s \geq m$ となる。
- [0049] R^1 のうち、マーセル化反応促進の観点から、炭素数2～22のアルキル基、炭素数2～22のアルケニル基、炭素数2～22のアシル基及び多価アルコールからm個の水酸基を除いた反応残基が好ましく、さらに好ましくは炭素数3～18のアルキル基、炭素数3～18のアルケニル基、炭素数12～18のアシル基及び2～6価のアルコールからm個の水酸基を除いた反応残基、特に好ましくは炭素数3～18のアルキル基、炭素数3～18のアルケニル基、炭素数12～18のアシル基、最も好ましくはドデカノイル、ドデシル、ドデセニル、2-エチルヘキシル及び8-メチル-1-ノニルである。
- [0050] 水素原子、炭素数1～30のアルキル基、炭素数2～30のアルケニル基、炭素数2～30のアシル基(R^2)は、 R^1 のそれらと同じである。 R^2 のうち、マーセル化反応促進の観点から、水素原子、炭素数2～22のアルキル基、炭素数2～22のアルケニル基及び炭素数2～22のアシル基が好ましく、さらに好ましくは水素原子、炭素数3～18のアルキル基、炭素数3～

18のアルケニル基及び炭素数3～18のアシル基、特に好ましくは水素原子、ドデカノイル、オクタデカノイル、オレロイル、ドデシル、オクタデシル、ドデセニル及びオクタデセニルである。

[0051] 炭素数2～4のオキシアルキレン基(OA)としては、オキシエチレン、オキシプロピレン、オキシブチレンが含まれる。これらのうち、マーセル化反応促進の観点等から、オキシエチレン及びオキシプロピレンが好ましい。

[0052] $(-OA)_n$ が2種類以上のオキシアルキレン基から構成される場合、 n 個のオキシアルキレン基の結合形式はブロックでもランダムでもこれらの併用でもよい。また、 m 個の $(-OA)_n-O-R^2$ は同一であっても異なってもよい。

[0053] n は2～100の整数が好ましく、さらに好ましくは4～80の整数、特に好ましくは6～60の整数、最も好ましくは8～50の整数である。この範囲であると、マーセル化反応がさらに促進される。

[0054] m は、1～6の整数が好ましく、さらに好ましくは1～3の整数である。この範囲であると、マーセル化反応がさらに促進される。

[0055] ポリオキシアルキレン化合物(A1)は公知の方法(特開2003-268291号公報、特開平9-117607号公報等)で製造できる。

[0056] ポリオキシアルキレン化合物(A1)としては、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド10モル付加体(HLB14)、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド30モル付加体(HLB17)、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド11モル/プロピレンオキシド1モルブロック付加体(HLB14)、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド60モル/プロピレンオキシド20モルブロック付加体(HLB14)、8-メチルー1-ノナノールのエチレンオキシド12モル付加体(HLB14)、8-メチルー1-ノナノールのエチレンオキシド15モル付加体(HLB14)、8-メチルー1-ノナノールのエチレンオキシド40モル付加体(HLB17)、8-メチルー1-ノナノールのプロピレンオキシド1モル/エチレンオキシド14モルブロック付加体(HLB14)、8-メチルー1-ノナノール

ールのプロピレンオキシド20モル／エチレンオキシド60モルブロック付加体（HLB14）、1-ドデカノールのエチレンオキシド12モル付加体（HLB14）、1-ドデカノールのエチレンオキシド21モル付加体（HLB15）、1-ドデカノールのエチレンオキシド40モル／プロピレンオキシド3モルブロック付加体のラウリン酸エステル（HLB14）、1-ドデカノールのエチレンオキシド45モル付加体（HLB17）、1-ドデカノールのプロピレンオキシド1モル／エチレンオキシド20モルブロック付加体（HLB14）、1-ドデカノールのプロピレンオキシド20モル／エチレンオキシド60モルブロック付加体（HLB14）、ドデセノールのエチレンオキシド18モル付加体（HLB14）、ドデセノールのエチレンオキシド45モル付加体（HLB17）、ドデセノールのプロピレンオキシド1モル／エチレンオキシド16モルブロック付加体（HLB14）、ドデセノールのプロピレンオキシド20モル／エチレンオキシド60モルブロック付加体（HLB14）、ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量2000）のラウリン酸ジエステル（HLB15）、ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量1000）のステアリン酸モノエステル（HLB14）、2-エチルヘキサノールのプロピレンオキシド1モル／エチレンオキシド30モルブロック付加体のラウリン酸エステル（HLB14）、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド25モル／プロピレンオキシド3モルブロック付加体（HLB15）、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド30モル／プロピレンオキシド3モルブロック付加体（HLB16）、8-メチル-1-ノナノールのプロピレンオキシド1モル／エチレンオキシド14モルブロック付加体のステアリン酸エステル（HLB14）、ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量2000）のラウリン酸ジエステル（HLB15）、グリセリンのエチレンオキシド30モル付加体（HLB15）、グリセリンのプロピレンオキシド3モル／エチレンオキシド9モルブロック付加体（HLB14）、グリセリンのエチレンオキシド30モル付加体のステアリン酸モノエステル（HLB15）及びテトラヒドロキシシクロヘキサ

ンのエチレンオキシド16モル／プロピレンオキシド4モルブロック付加体（HLB15）等が挙げられる。

[0057] ポリオキシアルキレン化合物（A1）のうち、一般式（1）で表される化合物以外のものとしては、ひまし油のオキシアルキレン付加物及び蔗糖のオキシアルキレン付加物等が挙げられる。

[0058] スルホ基、スルホオキシ基又はホスホノ基の少なくとも1種を有する化合物（A2）としては、 α -オレフィンスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸とその塩 {たとえば、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（HLB14）}、ナフタレンスルホン酸塩-ホルムアルデヒド縮合物、N-アシルアルキルタウリン塩、アルキル硫酸エステル塩、アルキルエーテル硫酸エステル塩 {たとえば、ラウリルアルコールエチレンオキサイド3モル付加体硫酸エステルのナトリウム塩（HLB15）}、アルキルスルホコハク酸塩、アルキルリン酸塩及びポリオキシエチレンアルキルエーテルリン酸塩等が挙げられる。

[0059] 両性界面活性剤（A3）としては、高級アルキルアミノプロピオン酸塩及び高級アルキルジメチルベタイン酸等が挙げられる。

[0060] マーセル化促進剤は界面活性剤（A）を必須構成成分として構成されていればよく、1種類の界面活性剤のみから構成されても、複数種類の界面活性剤から構成されてもよい。

[0061] マーセル化促進剤には、HLB（小田法）が12～19である界面活性剤（A）以外に、HLB（小田法）が1～7であるポリオキシアルキレン化合物（B）を含むことが好ましい。

[0062] ポリオキシアルキレン化合物（B）のHLBは1～7が好ましく、さらに好ましくは2～6である。この範囲であると、マーセル化反応がさらに促進される。

[0063] ポリオキシアルキレン化合物（B）としては、一般式（1）で表される化合物と同様の化学構造を有し、HLB（小田法）が上記範囲のものが使用できる。

[0064] ポリオキシアルキレン化合物（B）は公知の方法（特開2003-268291号公報、特開平9-117607号公報等）で製造できる。

[0065] ポリオキシアルキレン化合物（B）としては、ブタノールのプロピレンオキシド4モル付加体（HLB4）、ブタノールのプロピレンオキシド5モル付加体（HLB4）、ブタノールのプロピレンオキシド50モル付加体（HLB4）、オクタデカノールのプロピレンオキシド5モル付加体（HLB2）、オクタデカノールのプロピレンオキシド8モル付加体（HLB2）、オクタデカノールのプロピレンオキシド50モル付加体（HLB4）、ポリオキシプロピレングリコール（数平均分子量400、HLB4）、ポリオキシプロピレングリコール（数平均分子量4000、HLB4）、グリセリンのプロピレンオキシド3モル付加体（HLB6）、グリセリンのプロピレンオキシド69モル付加体（HLB4）、エチレンオキシド5モル／プロピレンオキシド30モルのブロック共重合体（HLB6）、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド1モル／プロピレンオキシド30モルブロック付加体（HLB4）、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド5モル／プロピレンオキシド30モルブロック付加体（HLB5）、1-ドデカノールのエチレンオキシド10モル／プロピレンオキシド30モルブロック付加体（HLB6）、1-ドデカノールのエチレンオキシド1モル／プロピレンオキシド30モルブロック付加体（HLB4）、1-ドデカノールのエチレンオキシド5モル／プロピレンオキシド20モルブロック付加体（HLB6）、グリセリンのプロピレンオキシド3モル付加体のラウリン酸モノエステル（HLB4）、ポリオキシエチレングリコール（数平均分子量200）のステアリン酸ジエステル（HLB5）及び等が挙げられる。

[0066] ポリオキシアルキレン化合物（B）を含む場合、界面活性剤（A）の含有量（重量%）は、界面活性剤（A）及びポリオキシアルキレン化合物（B）の重量に基づいて、60～99が好ましく、さらに好ましくは70～95である。また、この場合、ポリオキシアルキレン化合物（B）の含有量（重量%）は、界面活性剤（A）及びポリオキシアルキレン化合物（B）の重量に

基づいて、1～40が好ましく、さらに好ましく5～30である。

[0067] マーセル化促進剤には、溶媒（C）や他の添加剤（D）を含有してもよい。

[0068] 溶媒（C）としては、水又は水と親水性有機溶剤との混合溶媒等が含まれる。親水性有機溶剤としては、炭素数4～8のエステル {酢酸エチル、酢酸ブチル、メトキシブチルアセテート、メチルセロソルブアセテート及びエチルセロソルブアセテート等}、炭素数4～8のエーテル {エチルセロソルブ、ブチルセロソルブ及びプロピレングリコールモノメチルエーテル等}、炭素数3～8のケトン {アセトン、メチルエチルケトン及びメチルイソブチルケトン等}、炭素数1～8のアルコール {メタノール、エタノール、*n*-又は*i*-プロパノール、*n*-、*i*-又は*t*-ブタノール、プロピレングリコール及びジプロピレングリコール等}、及び炭素数5～8の複素環式化合物 {*N*-メチルピロリドン等} 等が挙げられる。

[0069] その他の添加剤（D）としては、公知の添加剤 {分散剤、増粘剤、流動性改良剤、酸化防止剤、紫外線吸収剤、消臭剤、香料、染料及び／又は防腐剤等} 等が挙げられる。

[0070] マーセル化促進剤が複数の成分から構成される場合、マーセル化促進剤は複数の成分を均一混合することにより得られる。

[0071] マーセル化促進剤の含有量（重量％）は特に限定されるものではないが、溶解パルプの絶乾重量に基づいて、0.01～1が好ましく、さらに好ましくは0.03～0.5、特に好ましくは0.05～0.2である。この範囲であると、マーセル化反応をさらに促進できる。

[0072] 溶解パルプの絶乾重量は、JIS P 8203：2010（対応国際規格；ISO 638：2008）に準拠して、105℃で測定される。

[0073] 本発明の溶解パルプ組成物は、マーセル化促進剤及び溶解パルプが含有していればその製造方法に制限はなく、溶解パルプにマーセル化促進剤を噴霧又は塗布してもよいし、マーセル化促進剤中に溶解パルプを浸漬してもよい。設備設計の簡便性の観点から、溶解パルプにマーセル化促進剤を噴霧又は

塗布することが好ましい。このような製造方法において、作業性の観点から、マーセル化促進剤を溶剤（C）等で希釈して用いてもよい。

[0074] 本発明の溶解パルプ組成物の形態に制限はなく、シート状にすることもできる。シート状にする場合、シート全体に界面活性剤を含有させることもできるし、シートの少なくとも片面の表層部分に界面活性剤を含有させることもできる。界面活性剤の添加方法は特に限定されない。溶解パルプを含む懸濁液に界面活性剤を内添し、その後、シート状に成形してもよいし、溶解パルプをシート状に成形した後、界面活性剤を外添（浸漬、噴霧又は塗布）してもよい。外添することにより、シートの表層部分に界面活性剤を含有させることができる。また、前記シートは巻き取り状の形態とすることもできる。

[0075] 本発明のビスコースレーヨンの製造方法は、上記の溶解パルプ組成物をマーセル化（アルセル化）反応してアルカリセルロースを得る工程を含めば特に制限なく、公知の工程を組み合わせることができる。

マーセル化反応には、公知のマーセル化処理液（アルカリ溶液等）が使用でき、マーセル化反応の温度や時間等は公知の範囲が適用できる。

[0076] 本発明のビスコースレーヨンの製造方法には、アルカリセルロースを得る工程に引き続き、アルカリセルロースと二硫化炭素とを混合してビスコース（セルロースキサントゲン酸ナトリウム）を得る工程（アルカリセルロースを得る工程及びビスコースを得る工程は並行して行ってもよい）、さらにビスコースを細孔から希硫酸中に噴出させてビスコースレーヨンを得る紡糸工程が含まれる。

[0077] 本発明の溶解パルプ組成物を原料として得られるビスコースは、溶解性が高く、適切な水溶液粘度が得られるという特徴を有する。溶解性が高いことによって、効率的にビスコースを得ることができる。また適切な水溶液粘度が得られるので、低粘度による紡糸時のトラブルや、高粘度による紡糸速度の低下を未然に防止し、効率的にビスコースレーヨンを製造することができる。さらに適切な水溶液粘度範囲、すなわち適切な重合度範囲を有するビス

コースが得られるため、レーヨン繊維に必要な強度を維持できる。なお、本発明の溶解パルプ組成物は、 α セルロースの含有量が高いため、一般的なビスコースレーヨン用途をはじめ、特殊レーヨン、ケミカル、医療用途等、その他、様々なセルロース系誘導体の原料として広範に利用することができる。

実施例

[0078] 部及び％は特に断りのない限り重量部及び重量％を意味する。

<実施例 1>

溶解パルプからなるシート（広葉樹から調製したもの、セルロース含有量 98％、坪量 800 g/m²）100部に対し、マーセル化促進剤（1）{2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30モル付加体（HLB 17、ブラウノン EH-30、青木油脂工業株式会社）} 0.1部及び水 4.9部からなる希釈溶液 5部を噴霧した後、室温（25～30℃、以下、同じである。）で風乾して、本発明の溶解パルプ組成物（1）を得た。

[0079] <実施例 2>

マーセル化促進剤（1）{2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30モル付加体（HLB 17）} 0.1部をマーセル化促進剤（2）{8-メチル-1-ノナノールのエチレンオキシド 15モル付加体（HLB 14、ノイゲン SD-150、第一工業製薬株式会社。「ノイゲン」は同社の登録商標である。）} 0.1部に変更したこと以外、実施例 1と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（2）を得た。

[0080] <実施例 3>

マーセル化促進剤（1）{2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30モル付加体（HLB 17）} 0.1部をマーセル化促進剤（3）{1-ドデカノールのエチレンオキシド 21モル付加体（HLB 15、ブラウノン EL-1521、青木油脂工業株式会社）} 0.1部に変更したこと以外、実施例 1と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（3）を得た。

[0081] <実施例 4>

マーセル化促進剤（１） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル付加体（ＨＬＢ １７） } ０．１部をマーセル化促進剤（４） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル／プロピレンオキシド ３モルブロック付加体（ＨＬＢ １６） } ０．１部に変更したこと以外、実施例 １と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（４）を得た。なお、２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル／プロピレンオキシド ３モルブロック付加体は、公知のアルキレンオキシド付加反応により調製した。

[0082] <実施例 ５>

マーセル化促進剤（１） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル付加体（ＨＬＢ １７） } ０．１部をマーセル化促進剤（５） { １－ドデカノールのエチレンオキシド ４０モル／プロピレンオキシド ３モルブロック付加体のラウリン酸エステル（ＨＬＢ １４） } ０．１部に変更したこと以外、実施例 １と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（５）を得た。なお、１－ドデカノールのエチレンオキシド ４０モル／プロピレンオキシド ３モルブロック付加体のラウリン酸エステルは、公知のアルキレンオキシド付加反応及びエステル化反応により調製した。

[0083] <実施例 ６>

マーセル化促進剤（１） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル付加体（ＨＬＢ １７） } ０．１部をマーセル化促進剤（６） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド １０モル付加体（ＨＬＢ １４） } ０．１部に変更したこと以外、実施例 １と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（６）を得た。なお、２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド １０モル付加体は、公知のアルキレンオキシド付加反応により調製した。

[0084] <実施例 ７>

マーセル化促進剤（１） { ２－エチルヘキサノールのエチレンオキシド ３０モル付加体（ＨＬＢ １７） } ０．１部をマーセル化促進剤（７） { ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム（ＨＬＢ １４、ネオペレックス Ｇ－１５、花王株式会社、「ネオペレックス」は同社の登録商標である。） } ０．１部

に変更したこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（7）を得た。

[0085] <実施例 8>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（8） {1-オクタデカノールのエチレンオキシド 21 モル付加体（HLB 15、ブラウノン E L-1521、青木油脂工業株式会社製） 90 部及びブタノールのプロピレンオキシド 5 モル付加体（HLB 4、ニューポール LB-65、三洋化成工業株式会社、「ニューポール」は同社の登録商標である。） 10 部を均一混合したもの} 0.1 部に変更したこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（8）を得た。

[0086] <実施例 9>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（9） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 25 モル／プロピレンオキシド 3 モルブロック付加体（HLB 15） 70 部及びオクタデカノールのプロピレンオキシド 8 モル付加体（HLB 2） 30 部を均一混合したもの} 0.1 部に変更したこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（9）を得た。なお、2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 25 モル／プロピレンオキシド 3 モルブロック付加体は、公知のアルキレンオキシド付加反応により調製した。

[0087] <実施例 10>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（10） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17、ブラウノン EH-30、青木油脂工業株式会社） 95 部及びポリオキシプロピレングリコール（数平均分子量 4000、HLB 4、ニューポール PP-4000、三洋化成工業株式会社） 5 部を均一混合したもの} 0.1 部に変更し

たこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（10）を得た。

[0088] <実施例 11>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（11） {1-ドデカノールのエチレンオキシド 21 モル付加体（HLB 15、ブラウノン EL-1521、青木油脂工業株式会社） 90 部及び 1-ドデカノールのエチレンオキシド 5 モル／プロピレンオキシド 20 モルブロック付加体（HLB 6） 10 部を均一混合したもの} 0.1 部に変更したこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（11）を得た。なお、1-ドデカノールのエチレンオキシド 5 モル／プロピレンオキシド 20 モルブロック付加体は、公知のアルキレンオキシド付加反応により調製した。

[0089] <実施例 12>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（12） {1-ドデカノールのエチレンオキシド 21 モル付加体（HLB 15、ブラウノン EL-1521、青木油脂工業株式会社） 90 部及びグリセリンのプロピレンオキシド 3 モル付加体のラウリン酸モノエステル（HLB 4） 10 部を均一混合したもの} 0.1 部に変更したこと以外、実施例 1 と同様にして本発明の溶解パルプ組成物（12）を得た。なお、グリセリンのプロピレンオキシド 3 モル付加体のラウリン酸モノエステルは、公知のアルキレンオキシド付加反応及びエステル化反応により調製した。

[0090] <実施例 13>

マーセル化促進剤（1） {2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド 30 モル付加体（HLB 17）} 0.1 部をマーセル化促進剤（13） {1-ドデカノールのエチレンオキシド 21 モル付加体（HLB 15、ブラウノン EL-1521、青木油脂工業株式会社） 90 部及びポリオキシエチレングリコール（数平均分子量 200）のステアリン酸ジエステル（HLB 5） 1

0部を均一混合したもの} 0. 1部に変更したこと以外、実施例1と同様にして本発明の溶解パルプ組成物(13)を得た。なお、ポリオキシエチレングリコール(数平均分子量200)のステアリン酸ジエステルは、公知のアルキレンオキシド付加反応及びエステル化反応により調製した。

[0091] <実施例14>

溶解パルプからなるシート(広葉樹から調製したもの、セルロース含有量98%、坪量800g/m²)100部に対し、マーセル化促進剤(1){2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド30モル付加体(HLB17)}0.05部及び水4.95部からなる希釈溶液5部を噴霧した後、室温で風乾して、本発明の溶解パルプ組成物(14)を得た。

[0092] <実施例15>

溶解パルプからなるシート(広葉樹から調製したもの、セルロース含有量98%、坪量800g/m²)100部に対し、マーセル化促進剤(1){2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド30モル付加体(HLB17)}0.2部及び水4.8部からなる希釈溶液5部を噴霧した後、室温で風乾して、本発明の溶解パルプ組成物(15)を得た。

[0093] <比較例1>

マーセル化促進剤(1){2-エチルヘキサノールのエチレンオキシド30モル付加体(HLB17)}0.1部を水0.1部に変更したこと以外、実施例1と同様にして比較用の溶解パルプ組成物(H1)を得た。

[0094] <マーセル化反応の促進評価>

実施例1～15及び比較例1で調製した溶解パルプ組成物について、各溶解パルプ組成物(絶乾重量14.4g)と13.7%の水酸化ナトリウム水溶液361mLとを離解してパルプスラリーを得た後、これに二硫化炭素8mLを添加し、庫内温度20℃の恒温振とう機(170rpm)で3時間、マーセル化反応を行って、ビスコース溶液(アルカリセルロースを得るマーセル化反応と、アルカリセルロース及び二硫化炭素の反応させてビスコース溶液を得る反応とを並行して行った。)を調製した。ついで、このビスコー

ス溶液 250 mL を専用の濾過機（ステンレス製ろ過網 1 万孔/cm²）に充填し、濾液（ビスコース溶液）を 250 mL のメスシリンダーで回収した。濾液が 25 mL から 50 mL になる濾過時間（ t_1 ）と、同じく 125 mL から 150 mL になる濾過時間（ t_2 ）をそれぞれ測定し、これらの時間差（ $t_2 - t_1$ ）を求めた。これらの値を次の基準に従って表 1 に示した。この時間差が小さいほどマーセル化反応が促進されているといえる。

[0095] ◎：ろ過した時間差が 0 秒以上 5 秒未満であり、マーセル化反応性が特に高い。

○：ろ過した時間差が 5 秒以上 10 秒未満であり、マーセル化反応性が非常に高い。

□：ろ過した時間差が 10 秒以上 20 秒未満であり、マーセル化反応性が高い。

△：ろ過した時間差が 20 秒以上であり、マーセル化反応性が悪い。

×：ろ過したビスコース溶液が 10 分経過しても 150 mL まで到達しないため、マーセル化反応性が非常に悪い。

[0096] <比較例 2>

特許文献 1 の実施例 1 に記載されたマーセル化処理液 {2-エチルヘキサノールのエチレンオキサイド 4 モル付加体（HLB 10、ニューコール 1004 日本乳化剤株式会社）0.004 部、水酸化ナトリウム 13.7 部及び水 86.3 部を均一に混合したもの} 361 mL と溶解パルプシート（広葉樹から調製したもの、セルロース含有量 98%、坪量 800 g/m²）絶乾重量 14.4 g とを離解してパルプスラリーを得た後、これに二硫化炭素 8 mL を添加し、庫内温度 20℃の恒温振とう機（170 rpm）で 3 時間、マーセル化反応を行って、ビスコース溶液を調製した。ついで、このビスコース溶液 250 mL を専用の濾過機（ステンレス製ろ過網 1 万孔/cm²）に充填し、濾液（ビスコース溶液）を 250 mL のメスシリンダーで回収した。濾液が 25 mL から 50 mL になる濾過時間（ t_1 ）と、同じく 125 mL から 150 mL になる濾過時間（ t_2 ）をそれぞれ測定し、これらの時間差

($t_2 - t_1$) を求めた。この値を上記の基準に従って表 1 に示した。

[0097] [表1]

		時間差 ($t_2 - t_1$)
実施例	1	○
	2	○
	3	○
	4	○
	5	○
	6	○
	7	○
	8	◎
	9	◎
	10	◎
	11	◎
	12	◎
	13	◎
	14	○
	15	○
比較例	1	×
	2	△

[0098] 表 1 に示すように、本発明の溶解パルプ組成物は、比較例に比べて、濾過

時間（ t_1 ）と濾過時間（ t_2 ）との時間差（ $t_2 - t_1$ ）が時間差が小さく、マーセル化反応が促進されていた。

請求の範囲

- [請求項1] H L B（小田法）が12～19である界面活性剤（A）を必須構成成分としてなるマーセル化促進剤と溶解パルプとを含有してなることを特徴とする溶解パルプ組成物。
- [請求項2] マーセル化促進剤がポリオキシアルキレン化合物（A1）、スルホ基、スルホオキシ基又はホスホノ基の少なくとも1種を有する化合物（A2）及び両性界面活性剤（A3）からなる群より選ばれる少なくとも1種を含んでなる請求項1に記載の溶解パルプ組成物。
- [請求項3] マーセル化促進剤としてポリオキシアルキレン化合物（A1）を含み、
ポリオキシアルキレン化合物（A1）が一般式（1）で表される化合物の少なくとも1種を含有する請求項1又は2に記載の溶解パルプ組成物。
- $$R^1 [(-OA)_n - OR^2]_m \quad (1)$$
- R¹は水素原子、炭素数1～30のアルキル基、炭素数2～30のアルケニル基、炭素数2～30のアシル基又は多価アルコールからm個の水酸基を除いた反応残基、R²は水素原子、炭素数1～30のアルキル基、炭素数2～30のアルケニル基又は炭素数2～30のアシル基、OAは炭素数2～4のオキシアルキレン基、nは2～100の整数、mは1～6の整数を表す。
- [請求項4] さらにH L B（小田法）が1～7であるポリオキシアルキレン化合物（B）を含有する請求項1～3のいずれかに記載の溶解パルプ組成物。
- [請求項5] マーセル化促進剤の含有量が溶解パルプの絶乾重量あたり0.01～1重量%である請求項1～4のいずれかに記載の溶解パルプ組成物。
- [請求項6] 請求項1～5のいずれかに記載された溶解パルプ組成物をマーセル化

（アルセル化）反応してアルカリセルロースを得る工程を含むことを特徴とするビスコースレーヨンの製造方法。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/056812

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C08L1/02(2006.01)i, C08B9/00(2006.01)i, C08L71/02(2006.01)i, D21H11/02(2006.01)i, D21H13/08(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C08L1/00-1/32, C08B9/00-9/06, C08L71/00-71/14, D21H11/00-11/22, D21H13/00-13/50

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2016
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2016	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2016

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580(JDreamIII), CAPLUS/REGISTRY(STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2011-149129 A (Oji Paper Co., Ltd.), 04 August 2011 (04.08.2011), entire text (Family: none)	1-6
A	JP 2008-31440 A (Weyerhaeuser Co.), 14 February 2008 (14.02.2008), entire text & US 2008/0003429 A1 entire text & EP 1873302 A2 & CA 2590454 A & BR PI0702812 A & TR 200704388 A & TW 200804647 A & CA 2590454 A1 & DE 602007010057 D & CN 101096431 A & KR 10-2008-0002664 A & AT 486166 T & RU 2007119912 A	1-6



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

18 March 2016 (18.03.16)

Date of mailing of the international search report

29 March 2016 (29.03.16)

Name and mailing address of the ISA/

Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2016/056812

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 2013/122171 A1 (Kyoto University, Oji Holdings Corp., DIC Corp., Seiko PMC Corp.), 22 August 2013 (22.08.2013), entire text & JP 2013-166818 A	1-6
A	Ko TOKUDA, "The Production Method of the Viscose Rayon Manufactured Using Dissolving Pulp", Japan TAPPI Journal, 2014, vol.68, no.8, 880 to 885	1-6
A	Wasaburo KIMURA, Hiroshi YAMADA, "Kami Pulp to Kaimen Kasseizai", Japan TAPPI Journal, 1958, vol.12, no.7, 424 to 432	1-6

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C08L1/02(2006.01)i, C08B9/00(2006.01)i, C08L71/02(2006.01)i, D21H11/02(2006.01)i, D21H13/08(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (I P C))

Int.Cl. C08L1/00-1/32, C08B9/00-9/06, C08L71/00-71/14, D21H11/00-11/22, D21H13/00-13/50

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 6 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 6 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 6 年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII), CPlus/REGISTRY (STN)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2011-149129 A (王子製紙株式会社) 2011.08.04, 文献全体 (ファミリーなし)	1-6
A	JP 2008-31440 A (ウェヤーハウザー・カンパニー) 2008.02.14, 文献全体 & US 2008/0003429 A1, 文献全体 & EP 1873302 A2 & DE 602007010057 D & CA 2590454 A & CN 101096431 A & BR PI0702812 A & KR 10-2008-0002664 A & TR 200704388 A & AT 486166 T & TW 200804647 A & RU 2007119912 A & CA 2590454 A1	1-6

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。

☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

1 8 . 0 3 . 2 0 1 6

国際調査報告の発送日

2 9 . 0 3 . 2 0 1 6

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (I S A / J P)

郵便番号 1 0 0 - 8 9 1 5

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

岡▲崎▼ 忠

電話番号 0 3 - 3 5 8 1 - 1 1 0 1 内線 3 4 5 7

4 J

4 5 1 5

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	W0 2013/122171 A1 (国立大学法人京都大学、王子ホールディングス株式会社、D I C株式会社、星光PMC株式会社) 2013.08.22, 文献全体 & JP 2013-166818 A	1-6
A	徳田 宏, 溶解パルプから製造されるビスコースレーヨン, 紙パ技協誌, 2014, Vol.68, No.8, 880-885	1-6
A	木村和三郎、山田 博, 紙パルプと界面活性剤, 紙パ技協誌, 1958, Vol.12, No.7, 424-432	1-6