

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2010-513742

(P2010-513742A)

(43) 公表日 平成22年4月30日(2010.4.30)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
D 2 1 H 17/66 (2006.01)	D 2 1 H 17/66	4 L O 5 5
D 2 1 H 17/63 (2006.01)	D 2 1 H 17/63	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 25 頁)

(21) 出願番号	特願2009-542722 (P2009-542722)	(71) 出願人	390009612
(86) (22) 出願日	平成19年12月18日 (2007.12.18)		アクゾ ノーベル ナムローゼ フェンノ ートシャップ
(85) 翻訳文提出日	平成21年6月19日 (2009.6.19)		A k z o N o b e l N . V .
(86) 国際出願番号	PCT/SE2007/051032		オランダ国, 6 8 2 4 ベーエム アンヘ ム, フェルベルウェヒ 7 6
(87) 国際公開番号	W02008/076071	(74) 代理人	100092783
(87) 国際公開日	平成20年6月26日 (2008.6.26)		弁理士 小林 浩
(31) 優先権主張番号	06126786.0	(74) 代理人	100095360
(32) 優先日	平成18年12月21日 (2006.12.21)		弁理士 片山 英二
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)	(74) 代理人	100120134
(31) 優先権主張番号	60/876, 369		弁理士 大森 規雄
(32) 優先日	平成18年12月21日 (2006.12.21)	(74) 代理人	100104282
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 鈴木 康仁

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロース系製品の製造の為の方法

(57) 【要約】

本発明は、セルロース系製品の製造の為の方法であって、少なくとも約2重量%の繊維濃度を有するセルロース系繊維含有水性濃厚懸濁物を用意すること、該濃厚懸濁物にアルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸を添加すること、該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること、該薄い懸濁物に1以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること、及び、該得られた薄い懸濁物を脱水することを含む上記方法に関する。本発明はさらに、セルロース系製品の製造の為の方法であって、少なくとも約2重量%の繊維濃度及び少なくとも約100mg/lのアルカリ土類金属イオン濃度を有するセルロース系繊維を含む水性濃厚懸濁物を用意すること、該濃厚懸濁物にアルミニウム化合物及び任意的に酸を添加して約4～約5.5のpHを得ること、該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること、該薄い懸濁物に1以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること、及び、該得られた薄い懸濁物を脱水することを含む上記方法に関する。本発明は、アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の混合物を含む水性組成物及び該組成物の使用方法にも関する。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】**【請求項 1】**

セルロース系製品の製造の為の方法であって；

(i) 少なくとも約 2 重量 % の繊維濃度を有する、セルロース系繊維を含有する水性濃厚懸濁物を用意すること；

(i i) 該濃厚懸濁物に；

(I) アルミニウム化合物；

(I I) アルカリ土類金属塩；

(I I I) 酸；

を添加すること；

10

(i i i) 該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること；

(i v) 該薄い懸濁物に 1 以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること；及び

(v) 該得られた薄い懸濁物を脱水すること、

を含む上記方法。

【請求項 2】

セルロース系製品の製造の為の方法であって；

(i) (a) 少なくとも約 2 重量 % の繊維濃度；

(b) 少なくとも約 1 0 0 m g / l のアルカリ土類金属イオン濃度；

を有する、セルロース系繊維を含有する水性濃厚懸濁物を用意すること；

(i i) 該濃厚懸濁物にアルミニウム化合物及び任意的に酸を添加して約 4 ~ 約 5 . 5 の p H を得ること；

20

(i i i) 該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること；

(i v) 該薄い懸濁物に 1 以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること；及び

(v) 該得られた薄い懸濁物を脱水すること

を含む上記方法。

【請求項 3】

該アルミニウム化合物が、ミョウバン、ポリアルミニウムクロリド、ポリアルミニウムシリケートサルフェート、アルミネート、アルミニウム硝酸塩又はそれらの混合物である、請求項 1 又は 2 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 4】

30

該アルカリ土類金属塩が該薄い懸濁物に添加されて、少なくとも 1 0 0 m g / l のアルカリ土類金属イオン濃度を得る、請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 5】

該アルカリ土類金属塩がマグネシウム塩、カルシウム塩又はバリウム塩である、請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 6】

該アルカリ土類金属塩が、塩素イオン、硫酸イオン、炭酸イオン、硝酸イオン又は有機酸イオンから選ばれる陰イオンを有する、請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 7】

該アルカリ土類金属塩が、塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、塩化カルシウム又は硫酸バリウムである、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

40

【請求項 8】

該酸が無機酸である、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 9】

該酸が塩酸又は硫酸である、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 0】

該酸が該濃厚懸濁物に添加されて約 4 ~ 約 5 . 5 の p H を得る、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 1】

該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸を添加した後に、該濃厚懸濁物の p H

50

が、塩基を添加することにより、約 6 ~ 約 8 の範囲に増大させられる、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

該濃厚懸濁物が、少なくとも約 3 . 5 重量 % の繊維濃度を有する、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

該水性懸濁物が、機械パルプから得られるセルロース系繊維を含む、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

該パルプが過酸化水素漂白されたものである、請求項 13 に記載の方法。

10

【請求項 15】

(I) 該アルミニウム化合物 ;

(I I) 該アルカリ土類金属塩、及び

(I I I) 該酸 ;

が該懸濁物に別々に添加される、

請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 16】

(I) 該アルミニウム化合物 ;

(I I) 該アルカリ土類金属塩、及び / 又は

(I I I) 該酸 ;

が混合物の形態で該懸濁物に添加される、

請求項 1 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の方法。

20

【請求項 17】

該ろ水及び歩留り助剤が 1 以上の陽イオン性有機ポリマーを含む、請求項 1 ~ 16 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 18】

該ろ水及び歩留り助剤がケイ質材料を含む、請求項 1 ~ 17 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 19】

該ろ水及び歩留り助剤が、せん断段階前に添加される陽イオン性有機ポリマー及びせん断段階後に添加されるケイ質材料を含む、請求項 1 ~ 18 のいずれか 1 項に記載の方法。

30

【請求項 20】

該ろ水及び歩留り助剤がシリカに基づく陰イオン性粒子を含む、請求項 1 ~ 19 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 21】

該セルロース系製品が紙である、請求項 1 ~ 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

セルロース系製品の製造の為の方法が、一貫製紙工場で行われる、請求項 1 ~ 21 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

(I) アルミニウム化合物 ;

(I I) アルカリ土類金属塩 ; 及び

(I I I) 酸 ;

の混合物を含み、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の重量比が約 60 : 1 : 0 . 1 ~ 約 5 : 1 : 1 である水性組成物。

40

【請求項 24】

該アルミニウム化合物がミョウバン、ポリアルミニウムクロリド、ポリアルミニウムシリケートサルフェート、アルミネート又はそれらの混合物である、請求項 23 に記載の組成物。

【請求項 25】

50

該酸が無機酸である、請求項 2 3 又は 2 4 に記載の組成物。

【請求項 2 6】

該酸が塩酸又は硫酸である、請求項 2 3 ~ 2 5 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 2 7】

該塩がマグネシウム塩、カルシウム塩又はバリウム塩である、請求項 2 3 ~ 2 6 のいずれか 1 項に記載の組成物

【請求項 2 8】

該塩が、ハロゲンイオン、硫酸イオン、炭酸イオン、硝酸イオン又は有機酸イオンから選ばれる陰イオンを有する、請求項 2 3 ~ 2 7 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 2 9】

該塩が塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、塩化カルシウム又は硫酸バリウムである、請求項 2 3 ~ 2 7 のいずれか 1 項に記載の組成物。

【請求項 3 0】

請求項 2 3 ~ 2 9 のいずれか 1 項に記載の水性組成物を、セルロース系製品を製造する為の方法において添加物として使用する方法。

【請求項 3 1】

該組成物が、セルロース系製品を製造する為の方法においてろ水及び歩留り助剤として用いられる、請求項 3 0 に記載の方法。

【請求項 3 2】

該組成物が、少なくとも 1 の陽イオン性ポリマー歩留り助剤を含む 1 以上のろ水及び歩留り助剤と一緒に用いられる、請求項 3 0 又は 3 1 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明はセルロース系製品の製造の為の方法に関する。より特には、本発明は、セルロース系製品の製造の為の方法であって、セルロース系繊維を含む水性懸濁物に或る添加物を添加し、その後それが脱水されて該セルロース系製品を形成することを含む上記方法に関する。

【背景技術】

【0002】

製紙技術分野において、セルロース系繊維、及び任意の填料及び添加物、を含む水性懸濁物が、フォーミングワイヤ (forming wire) 上に該懸濁物を排出するヘッドボックスへ送られる。紙のウェットウェブ (wet web) が該ワイヤ上で形成されるように、水が該懸濁物から該フォーミングワイヤを通じて排出され、そして、該ペーパーウェブ (paper web) がさらに抄紙機の乾燥させる部分において脱水され及び乾燥される。ろ水及び歩留り助剤 (drainage and retention aids) が、慣用的に、排水を容易にする為に及び該セルロース系繊維上への細かい粒子の吸着を (それらが該ワイヤ上に該繊維と一緒に保持されるように) 増す為に、該懸濁物へと導入される。

【0003】

セルロース系繊維を含む水性懸濁物は、セルロース系繊維は別として、該製造方法に対して悪影響を有する化合物も含みうる。そのような化合物は、バージンパルプから及び古紙パルプ (recycled pulp) から得られる懸濁物の両方において見られうる。パルプ化及び漂白化操作の間に放出される化合物は一般にピッチと言われる。ピッチの例は、木樹脂 (wood resin)、例えば脂溶性抽出物 (脂肪酸及び樹脂酸、ステロール、ステアリルエステル、トリグリセリド) など、及び脂肪、テルペン、テルペノイド、ワックスなども包含する。これらの化合物は、該懸濁物の高い陰イオン電荷に寄与する。

【0004】

さらに、特には白水が広く再循環される閉鎖的な工場 (closed mill) 中では、該懸濁物は塩及び種々の木材ポリマーのような荷電した混入物質も含むかもしれない、このうち荷電した、低く荷電した及び荷電していない化合物が、ろ水及び歩留り助剤、サイズ剤などの

10

20

30

40

50

、添加された機能化学物質との吸着及び相互作用の点で、該セルロースと競合する。通常はそのような妨害化合物はアニオントラッシュといわれる。

【 0 0 0 5 】

上記全ての化合物が、種々の様式で、パルプ及び紙を製造する方法に干渉する。妨害物質により引き起こされる該高い陰イオン電荷を相殺するために、改善された脱水及び歩留り (retention) に寄与する陽イオン添加物の増加した量が、製紙方法において用いられてきた。

【 0 0 0 6 】

米国特許第 4 , 3 8 8 , 1 5 0 号明細書は、無機填料が用いられる製紙方法において、歩留り (retention) 及びろ水 (drainage) を改善する為に及び得られた紙の特徴を改善する為に、コロイド状ケイ酸と一緒に陽イオン性デンプンを使用する方法を開示する。

10

【 0 0 0 7 】

欧州特許出願公開第 0 7 0 0 4 7 3 号明細書は、セルロース系繊維を含む水性懸濁物に陽イオン性長鎖ポリアクリルアミドを添加し及び次にポリマーのアルミニウム塩及び塩基又は酸を添加することにより、歩留り及び / 又は脱水が改善されるところの製紙方法を開示する。

【 発明の概要 】

【 発明が解決しようとする課題 】

【 0 0 0 8 】

セルロース系繊維を含む該水性懸濁物の該ろ水及び歩留りににおいて相当の改良が達成されてきたという事実にもかかわらず、特に機械パルプから得られる水性セルロース懸濁物からセルロース系製品を製造する場合に、改良のニーズがなおある。それ故に、セルロース系製品の製造の為の方法に、該製造方法のろ水及び歩留りにおけるさらなる改良を備えることが本発明の目的である。さらなる目的が本明細書以下で現れるであろう。

20

【 課題を解決するための手段 】

【 0 0 0 9 】

本発明は、セルロース系製品の製造の為の方法であって、

(i) 少なくとも約 2 重量 % の繊維濃度を有する、セルロース系繊維を含む水性濃厚懸濁物を用意すること ;

(ii) 該濃厚懸濁物に

30

(I) アルミニウム化合物 ;

(I I) アルカリ土類金属塩 ;

(I I I) 酸 ;

を添加すること ;

(iii) 該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること ;

(iv) 該薄い懸濁物に 1 以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること ; 及び

(v) 該得られた薄い懸濁物を脱水すること、

を含む上記方法に向けられる。

【 0 0 1 0 】

本発明は、セルロース系製品の製造の為の方法であって、

40

(i) (a) 少なくとも約 2 重量 % の繊維濃度 ;

(b) 少なくとも約 1 0 0 m g / l のアルカリ土類金属イオン濃度 ;

を有する、セルロース系繊維を含む水性濃厚懸濁物を用意すること ;

(ii) 該濃厚懸濁物にアルミニウム化合物及び任意的に酸を添加して約 4 ~ 約 5 . 5 の pH を得ること ;

(iii) 該得られた濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること ;

(iv) 該薄い懸濁物に 1 以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること ; 及び

(v) 該得られた薄い懸濁物を脱水すること、

を含む上記方法にも向けられる。

【 0 0 1 1 】

50

本発明はさらに、

- (I) アルミニウム化合物；
- (I I) アルカリ土類金属塩；及び
- (I I I) 酸；

の混合物であって、

該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の重量比が約 60 : 1 : 0.1 ~ 約 5 : 1 : 1 である上記混合物を含む水性組成物に向けられる。

【 0012 】

本発明はさらに、セルロース系製品を製造する為の方法における添加物として該水性組成物を使用する方法に向けられる。

【 発明の効果 】

【 0013 】

本発明に従い、少なくとも約 2 重量 % の繊維濃度を有するセルロース系繊維を含む水性懸濁物（本明細書以下において濃厚懸濁物ともいわれる）にアルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸を添加すること、該濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物（本明細書以下で希釈された懸濁物ともいわれる）を形成すること、及び該薄い懸濁物に 1 以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること及び該得られた薄い懸濁物を脱水して該セルロース系製品を形成することを含む方法により、何らの重要な形成障害無く、又は紙形成における改善を有してさえ、ろ水及び歩留りが改善されることができたことが分かった。

【 0014 】

本発明は、全ての種類のセルロース懸濁物から、特に機械パルプ又は古紙パルプを含む懸濁物、及び塩の高い含有量（高い伝導度）及びコロイド状物質を有する懸濁物からのセルロース系製品の製造におけるろ水、歩留り及び収率における改良、及び、高い程度の白水閉鎖、すなわち広範な白水再利用及び限定された新鮮な水（fresh water）供給、を有する製紙方法における改良を提供する。これによって、本発明は、抄紙機の速さを増加し及び添加物のより低い用量を使用して、相当するろ水及び / 又は歩留り効果を与えることを可能にし、それにより改良された製紙方法及び経済的利益をもたらす。

【 発明を実施するための形態 】

【 0015 】

本発明に従い用いられうるアルミニウム化合物は、ミョウバン、アルミネート、例えば、ナトリウム又はカリウムアルミネート、塩化アルミニウム、硝酸アルミニウム、及びポリアルミニウム化合物、例えばポリ塩化アルミニウム、ポリ硫酸アルミニウム、及び、塩化物イオン及び硫酸イオンの両方を含むポリアルミニウム化合物、ポリアルミニウムシリケート - サルフェート、及びそれらの混合物などを包含する。該ポリアルミニウム化合物は、他の陰イオン、例えばリン酸からの陰イオン、有機酸、例えばクエン酸及びシュウ酸も含みうる。ミョウバンは、本明細書において用いられるときに、硫酸アルミニウム及び硫酸カリウムの複塩 $K_2SO_4 \times Al_2(SO_4)_3 \times 24H_2O$ だけでなく、硫酸アルミニウム $Al_2(SO_4)_3 \times 14H_2O$ 、 $Al_2(SO_4)_3 \times 18H_2O$ 及びそれらの混合物も包含する。適当なアルミニウム化合物の例は、米国特許第 5,127,994 号明細書において開示されたそれらを包含し、これは引用により本明細書に組み込まれる。適当に、該アルミニウム化合物は、ミョウバン、塩化アルミニウム、ポリアルミニウム化合物、例えばポリ塩化アルミニウム及びポリアルミニウムシリケートサルフェートなど、及びアルミネートから選ばれ、好ましくはミョウバンである。

【 0016 】

本発明に従い用いられうるアルカリ土類金属塩は、マグネシウム塩、カルシウム塩及びバリウム塩を包含する。該塩は、塩素イオン、硫酸イオン、炭酸イオン、硝酸イオン又は有機酸イオンから選ばれる陰イオンを有しうる。適当に、該アルカリ土類金属塩は、マグネシウム塩及びカルシウム塩、例えば塩化マグネシウム、硫酸マグネシウム、塩化カルシウム及び硫酸バリウムなど、から選ばれる。好ましくは、該アルカリ土類金属塩は、マグネシウム塩である。本発明の好ましい実施態様において、該アルカリ土類金属塩は、該濃厚

10

20

30

40

50

懸濁物に添加されて、少なくとも約 100 mg / l、適当には少なくとも約 150 mg / l 及び好ましくは少なくとも 200 mg / l のアルカリ土類金属イオン濃度を得る。該濃厚懸濁物は、 Ca^{2+} 及び Mg^{2+} に基づくアルカリ土類金属塩の高い濃度を有することができ、特にパルプ工場からの濃厚な水性繊維懸濁物が通常は水と混合されて、製紙工場における紙製造に適する希釈された懸濁物を形成するところの一貫工場 (integrated mill) において、該塩は該懸濁物を形成する為に用いられる該セルロース系繊維及び填料から得られうる。該塩は、該濃厚懸濁物へと導入された種々の添加物から及び該方法に供給された該新鮮な水から得られてもよい。塩の濃度は、白水が広範に再循環されるところの方法において、通常はより高く、これは該方法における該水循環において塩の相当の蓄積をもたらしうる。それ故に、少なくとも約 100 mg / l のアルカリ土類金属イオン濃度を有する濃厚懸濁物が、アルカリ土類金属塩の何らの追加の添加無く用意されうる。

10

【0017】

本発明に従い用いられうる酸は、無機酸、例えば硫酸、塩酸、リン酸、塩酸及び硝酸、並びに有機酸、例えばカルボン酸、例えばシュウ酸及びクエン酸など、を包含する。好ましくは、該酸は無機酸であり、好ましくは塩酸又は硫酸である。該酸は、該濃厚懸濁物に添加されて、約 2 ~ 約 6 の範囲内、例えば約 4 ~ 約 5.5 の範囲内の pH を得る。該規定された pH 範囲は、該アルミニウム化合物を該濃厚懸濁物に添加するだけによっても得られうる。本発明のさらに好ましい実施態様において、酸は任意的に該濃厚懸濁物に添加されて、約 4 ~ 約 5.5 の pH を得る。好ましくは、本発明に従うアルミニウム化合物及び任意的な酸の添加は、該濃厚懸濁物の該示された範囲への pH 減少を結果する。例えば、該アルミニウム化合物及び任意的な酸が添加される該濃厚懸濁物は、少なくとも約 6、例えば少なくとも約 6.5 の pH を有しうる。

20

【0018】

本発明の好ましい実施態様に従い、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の 1 以上が、パルプ製造方法の濃厚懸濁物に添加される。該濃厚懸濁物は、パルプ、例えば化学パルプなど、例えば硫酸及び亜硫酸パルプなど、機械パルプ、例えばサーモメカニカルパルプ、ケミサーモメカニカルパルプ、オルガノソルブパルプ、精製パルプ又は、軟材及び硬材の両方からの碎木パルプ、又はエレファントグラス、バガス、亜麻、わらなどのような一年植物から得られる繊維、及び再利用された繊維に基づく懸濁物のいくつかの種類から得られうる。本発明の好ましい実施態様において、該濃厚懸濁物は、機械パルプから得られるセルロース系繊維を含み、及び好ましくは機械パルプの含有量は、該パルプの合計重量に基づき、少なくとも 50 重量 % である。該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び / 又は酸の 1 以上は、化学的消化に続き、例えばブラウNSTOCKウォッシャー (brown stock washer) 後に、又は (化学的 -) 機械パルプの精製後に、添加されうる。通常は、該パルプは、種々の漂白段階を含む多段階漂白処理において漂白される。適当な漂白段階の例は、塩素漂白段階、例えば元素の塩素及び二酸化塩素の漂白段階、非塩素漂白段階、例えばオゾン、過酸化水素及び過酢酸のようなパーオキシド段階、及び塩素及び非塩素漂白及び酸化段階の組合せを包含し、任意的に、亜ジチオン酸塩による処理のような還元段階と組み合わせられる。該パルプは、過酸化水素漂白されてよく、及び、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の 1 以上が該漂白段階後に添加される。本発明の 1 つの好ましい実施態様において、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の 1 以上は、該漂白段階後の希釈の間際に、該濃厚懸濁物に添加される。本発明の他の好ましい実施態様において、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の 1 以上は、該濃厚懸濁物が該パルプ貯蔵タンクに到達する前に、ミキサー中に存在する該濃厚懸濁物に添加される。本発明のさらに好ましい実施態様において、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の 1 以上が、製紙工場ミキシングチェスト (mixing chest) への途中の該貯蔵タンク後に、該濃厚懸濁物へ添加される。該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の添加の間際に、該濃厚懸濁物は、少なくとも約 2 重量 %、適当には少なくとも約 3 重量 % 及び好ましくは少なくとも約 3.5 重量 % の繊維濃度を有する。該濃度は、最大で約 10 重量 % まででありうる。好ましくは、該アルミニウム化合物、

30

40

50

アルカリ土類金属塩及び酸を製紙処理の該濃厚懸濁物に添加する場合に、該得られた濃厚懸濁物は次に、一貫工場における製紙方法において用いられる。

【0019】

該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸（本明細書以下において該成分ともいわれる）は、該濃厚懸濁物と別個に又は同時に添加されうる。該成分を別個に添加する場合に、それらはいずれの順番で添加されてもよい。適当には、該アルミニウム化合物は、該アルカリ土類金属塩及び／又は酸の添加に先立ち添加され、及び、該アルカリ土類金属塩が、該酸に先立ち、該酸と同時に又は該酸の後に、添加されうる。該成分を同時に添加する場合、それらは、別個に及び／又は混合物の形態で添加されうる。同時の添加の適当なやり方の例は、該3つの成分を別個に添加すること、該成分を含む1つの組成物で添加すること及び該成分の1つを別個に及び該成分の2つを混合物の形態で添加すること、を包含する。該混合物は、該アルミニウム化合物と該アルカリ土類金属塩及び酸の1つ又は両方とを含みうる。本発明の好ましい実施態様において、該アルミニウム化合物及びアルカリ土類金属塩は混合物として同時に添加され、そして、酸が任意的に該濃厚懸濁物に添加される。

10

【0020】

本発明はさらに、上記の該成分の混合物を含む水性組成物並びにその使用方法に関する。該水性組成物は適当に、セルロース系製品の製造の為の方法における添加物として、好ましくはそのような方法におけるろ水及び歩留り助剤として用いられる。好ましくは、該組成物は、1以上のろ水及び歩留り助剤（好ましくは少なくとも1tの陽イオン性ポリマー歩留り剤を含み、及び好ましくは該薄い懸濁物に添加される）との組合せで用いられる。好ましくは、該組成物は水性である。該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸は、5～99重量%、適当には20～90重量%の広い範囲内の乾燥物質含有量で存在しうる。該成分は、該組成物中において、アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の約60：1：0.01～約5：1：0.1の重量比で存在しうる。本発明に従う該組成物は、該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸を、好ましくは攪拌下で、混合することにより容易に調製されうる。

20

【0021】

本発明に従う該成分は、広い範囲内の各種量で、該濃厚懸濁物に添加されうる。一般に、該成分は、製紙方法において、該成分を添加しない場合に得られるものよりも、良いろ水、歩留り及び／又は収率を与える量で添加される。該アルミニウム化合物は通常は、少なくとも約10kg/トン（トンはメートルトンをいい、及び、該濃厚懸濁物の乾燥重量に基づく）、しばしば少なくとも約30kg/トンの量で添加され、そしてその上限は通常は約90kg/トンであり及び適当には約40kg/トンである。同様に、もし用いられるならば、該アルカリ土類金属塩は通常は、少なくとも約0.5kg/トン、しばしば少なくとも約1.0kg/トンの量で添加され、及びその上限は通常は約40kg/トン及び適当には約35kg/トンである。同様に、該酸は通常は少なくとも約0.01kg/トン、しばしば少なくとも約0.05kg/トンの量で添加され、及びその上限は通常は約2.0kg/トンであり及び適当には約1.5kg/トンである。本発明に従う該水性組成物を用いる場合に、それは通常は、少なくとも約10kg/トン、しばしば少なくとも約30kg/トンの量で添加され、そしてその上限は通常は約120kg/トンであり及び適当には約50kg/トンである。

30

40

【0022】

本発明に従い、該濃厚懸濁物に該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸を添加することの次に、該濃厚懸濁物は希釈されて、2重量%未満の繊維濃度を有する、セルロース系繊維を含む水性の薄い懸濁物（本明細書以下において薄い懸濁物ともいわれる）を形成する。該薄い懸濁物は通常は、約0.2～約1.5重量%、例えば約0.5～約1.0重量%の繊維濃度を有する。該希釈は、何らかの水性相、例えば水、水性溶液及び水性懸濁物、例えば白水又は浄化された白水など、により影響されうる。

【0023】

50

本発明に従う該アルミニウム化合物、アルカリ土類金属塩及び酸の添加後に、もし望まれるならば、該水性の濃厚又は薄い懸濁物のpHは、約5.5～約10、適当には約6～約9、及び好ましくは約6～約8の範囲に、塩基の添加により増加されうる。適当な塩基の例は、アルカリ金属の重炭酸塩及び炭酸塩並びにアルカリ金属水酸化物を包含し、適当には重炭酸ナトリウム、炭酸ナトリウム及び水酸化ナトリウムを包含し、好ましくは水酸化ナトリウムを包含する。ろ水及び歩留り助剤の添加に先立ち、当該添加と同時に又は当該添加の後に、該塩基は添加されうる。該塩基は好ましくはろ水及び歩留り助剤の添加に先立ち添加されうる。

【0024】

1以上のろ水及び歩留り助剤が、好ましくは製紙方法において、本発明に従い用いられる。該方法は、該パルプ化処理から得られうる該濃厚懸濁物を希釈して薄い懸濁物を形成すること、該薄い懸濁物に1以上のろ水及び歩留り助剤を添加すること、及び該得られた懸濁物を脱水することを含む。語「ろ水及び歩留り助剤」は、本明細書において用いられるときに、1以上の添加物であって、セルロース系繊維を含む懸濁物に添加された場合に該1以上の添加物を添加しない場合に得られるものよりも良いろ水及び歩留りを与える上記1以上の添加物をいう。

10

【0025】

適当なろ水及び歩留り助剤の例は、陽イオン性及び陰イオン性の有機ポリマー、ケイ質材料(siliceous materials)及びそれらの混合物を包含する。有機ポリマー及びケイ質材料の、ろ水及び歩留り助剤として又は凝集剤としての使用は、当技術分野でよく知られている。好ましくは、少なくとも1つの陽イオン性ポリマーが、ろ水及び歩留り助剤として用いられる。語「陽イオン性ポリマー」は、本明細書において用いられるときに、1以上の陽イオン基を有する有機ポリマーをいう。該陽イオン性ポリマーは、該ポリマーが全体としての陽イオン電荷を有する限り、陰イオン基も含みうる。語「陰イオン性ポリマー」は、本明細書において用いられるときに、1以上の陰イオン基を有する有機ポリマーをいう。該陰イオン性ポリマーは、該ポリマーが全体としての陰イオン電荷を有する限り、陽イオン基も含みうる。

20

【0026】

本方法において用いられるのに適当なポリマーは、天然の又は合成の源から得られてよく、及びそれらは線状のもの、分枝状のもの又は架橋されたものであってよい。適当なポリマーの例は、陽イオン性多糖、好ましくはデンプン；陽イオン性及び陰イオン性鎖成長ポリマー、好ましくは陽イオン性及び陰イオン性アクリルアミドに基づくポリマー；並びに陽イオン性ポリ(ジアルル-ジメチルアンモニウムクロリド)；陽イオン性ポリエチレンイミン；陽イオン性ポリアミン；陽イオン性ポリアミドアミン及びビニルアミドに基づくポリマーを包含する。陽イオン性デンプン及び陽イオン性アクリルアミドに基づくポリマーは特に好ましいポリマーであり、そして、それらは単独で、一緒に又は、例えば他の陽イオン性及び/又は陰イオン性ポリマーなどの、他のポリマーと一緒に用いられうる。該ポリマーの重量平均分子量は適当には、1,000,000超であり及び好ましくは2,000,000超である。その上限は重要でない；それは約50,000,000、通常は30,000,000及び適当には約25,000,000でありうる。しかしながら、天然の源から得られるポリマーの分子量はより高くありうる。

30

40

【0027】

適当なケイ質材料の例は、シリカに基づく陰イオン性粒子及びスメクタイトタイプの陰イオン性粘土を包含する。好ましくは、該ケイ質材料は、コロイド状の範囲の粒子サイズにある粒子を有する。陰イオン性のシリカに基づく粒子、すなわちSiO₂又はケイ酸に基づく粒子、が好ましくは用いられ、そして、そのような粒子は通常は水性コロイド状分散物(いわゆるsol)の形態で供給される。適当なシリカに基づく粒子の例は、コロイド状シリカ及び種々の種類の(ホモ重合された又は共重合された)ポリケイ酸、例えば高分子ケイ酸、ポリケイ酸ミクロゲル、ポリシリケート及びポリシリケートミクロゲルを包含する。該シリカに基づくsolは修飾されてよく及び他の元素、例えばアルミニウム、ホ

50

ウ素、窒素、ジルコニウム、ガリウム、チタン及びその同様物など、を含んでよく、これは該水性相中に及び／又は該シリカに基づく粒子中に存在しうる。この種の適当なシリカに基づく粒子の例は、コロイド状のアルミニウム修飾されたシリカ、ケイ酸アルミニウム、ポリアルミノシリケート及びポリアルミノシリケートマイクロゲルを包含する。そのような適当なシリカに基づく粒子の混合物も用いられうる。シリカに基づく陰イオン性粒子の適当なる水及び歩留り助剤の例は、米国特許第 4, 388, 150 号、4, 927, 498 号、4, 954, 220 号、4, 961, 825 号、4, 980, 025 号、5, 127, 994 号、5, 176, 891 号、5, 368, 833 号、5, 447, 604 号、5, 470, 435 号、5, 543, 014 号、5, 571, 494 号、5, 573, 674 号、5, 584, 966 号、5, 603, 805 号、5, 688, 482 号、及び 5, 707, 493 号明細書において開示されたそれらを包含し、これらは引用することにより本明細書に組み込まれる。

10

【0028】

適当なシリカに基づく陰イオン性粒子の例は、約 100 nm より小さい、好ましくは約 20 nm より小さい、及びより好ましくは約 1 ~ 約 10 nm の範囲の、平均粒子サイズを有するそれらを包含する。該シリカ化学において慣用であるとおり、該粒子サイズは、該一次粒子の平均サイズをいい、これは凝集されてよく又は凝集されていなくてもよい。該シリカに基づく粒子の比表面積は適当には $50 \text{ m}^2 / \text{g}$ 超、好ましくは $100 \text{ m}^2 / \text{g}$ 超である。一般に、該比表面積は、最大で約 $1700 \text{ m}^2 / \text{g}$ であり、好ましくは最大で $1000 \text{ m}^2 / \text{g}$ でありうる。該比表面積は、周知のやり方における NaOH による滴定、例えば Analytical Chemistry 28(1956): 12, 1981-1983 及び米国特許第 5, 176, 891 号明細書において G.W. Sears により記載されたとおりに、測定される。該与えられた面積が、すなわち、該粒子の該平均比表面積を表す。

20

【0029】

本発明の好ましい実施態様において、8 ~ 50 %、好ましくは 10 ~ 40 % の範囲の S 値を有する soil 中に存在する、シリカに基づく粒子が使用される。該 S 値は、J. Phys. Chem, 60(1956), 955-957 において Iler & Dalton により記載されたとおりに測定され及び計算されうる。該 S 値は、凝集又はマイクロゲル形成の程度を示し、及び、より低い S 値は凝集のより高い程度の指標となる。

30

【0030】

スメクタイトタイプの適当な陰イオン性粘土の例は、その表面で負の電荷を有するそれらを包含し、モンモリロナイト／ベントナイト、ヘクトライト、バイデライト、ノントロナイト、サポナイト、ラポナイトを包含し、好ましくはベントナイトを包含する。適当な陰イオン性ベントナイト粘土の例は、米国特許第 4, 753, 710 号、第 5, 071, 552 号及び第 5, 607, 552 号明細書において開示されたとそれらを包含し、これらは引用により本明細書に組み込まれる。

【0031】

陽イオン性凝集剤（アニオントラッシュ捕捉剤及び固定剤ともいわれる）ももちろん、本発明に従う方法において用いられうる。適当な陽イオン性凝集剤の例は、水溶性有機ポリマー凝集剤を包含する。該陽イオン性凝集剤は、単独で又は一緒に用いられてもよく、すなわちポリマー凝集剤が無機凝集剤との組合せにおいて用いられうる。適当な水溶性有機ポリマー陽イオン性凝集剤の例は、陽イオン性のポリアミン、ポリアミドアミン、ポリエチレンジアミン、ジシアンジアミド縮合ポリマー及び水溶性エチレン不飽和モノマー（ethylenically unsaturated monomer）又はモノマー混合物（50 ~ 100 モル % の陽イオン性モノマー及び 0 ~ 50 モル % の他のモノマーから形成される）のポリマーを包含する。陽イオン性モノマーの量は通常は、少なくとも 80 モル %、適当には 100 % である。適当なエチレン不飽和陽イオン性モノマーの例は、好ましくは四級化の形態の、ジアルキルアミノアルキル（メタ）- アクリレート及び - アクリルアミド、及びジアリルジアルキルアンモニウムクロリド、例えばジアリルジメチルアンモニウムクロリド（DADMAC）など、好ましくは DADMAC のホモポリマー及びコポリマーを包含する。該有機ポリ

40

50

マー陽イオン性凝集剤は通常は、1, 000 ~ 3, 000, 000、適当には5, 000 ~ 700, 000、及び好ましくは10, 000 ~ 500, 000の範囲の重量平均分子量を有する。

【0032】

該ろ水及び歩留り助剤は、慣用の様式で及び任意の順序で、該薄い懸濁物に添加されうる。ケイ質材料を用いる場合、逆の添加順序が用いられうる場合であっても、該ケイ質材料を添加する前に、陽イオン性ポリマーを該薄い懸濁物に添加することが好ましい。排水、混合、洗浄などから選ばれうるせん断段階の前に陽イオン性ポリマーを添加すること及びそのせん断段階の後に該ケイ質材料を添加することがさらに好ましい。陽イオン性凝集剤を用いる場合に、それは、もし用いられるならば、好ましくは、陽イオン性ポリマー及びケイ質材料を導入するのに先立ち、該懸濁物に導入される。代替的に、該陽イオン性凝集剤及び陽イオン性ポリマーは、例えば米国特許第5, 858, 174号明細書（引用により本明細書に組み込まれる）に開示されたとおり、該懸濁物へ、本質的に同時に、別個に又は混合物で導入されうる。

10

【0033】

とりわけ、添加物の種類及び数、セルロース懸濁物の種類、塩含有量、塩の種類、填料含有量、填料の種類、添加の時点、白水閉鎖の程度などに依存して広い範囲で変化しうる量で脱水されるべき該薄い懸濁物に、該ろ水及び歩留り助剤は添加されうる。一般に、該ろ水及び歩留り助剤は、該添加物を用いない場合に得られるものよりも良いろ水及び/又は歩留りを与える量で添加される。該陽イオン性ポリマーは通常、乾燥セルロース懸濁物に基づき、少なくとも約0.001重量%、しばしば少なくとも約0.005重量%の量で添加され、及びその上限は通常は約3重量%及び適当には約1.5重量%である。陽イオン性ポリマーの一般に適用される添加量は、約0.01重量%から最大で約0.5重量%である。陰イオン性材料、例えばケイ材料、すなわちシリカに基づく陰イオン性粒子及びスメクタイトタイプの陰イオン性粘土、及び陰イオン性有機ポリマーは通常は、乾燥セルロース懸濁物に基づき、少なくとも約0.001重量%、しばしば少なくとも約0.005重量%の量で添加され、そしてその上限は通常は約1.0重量%及び適当には約0.6重量%である。

20

【0034】

陽イオン性凝集剤を該方法において用いる場合に、それは、乾燥セルロース懸濁物に対する乾燥凝集剤として計算される、少なくとも約0.001重量%の量で添加されうる。適当には、その量は、約0.05から最大で約3.0%の範囲にあり、好ましくは約0.1から最大で約2.0%の範囲にある。

30

【0035】

該方法において、他の成分ももちろん、該セルロース懸濁物に導入されうる。そのような成分の例は、慣用の填料、蛍光増白剤（optical brightening agent）、サイズ剤、乾燥強度増強剤（dry strength agent）、湿潤強度増強剤（wet strength agent）等を包含する。適当な慣用の填料の例は、カオリン、チャイナクレー、二酸化チタン、石膏、タルク、天然及び合成の炭酸カルシウム、例えばチョーク、粉にした大理石（ground marble）及び沈降炭酸カルシウム、水素化酸化アルミニウム（アルミニウムトリハイドロキシド）、硫酸カルシウム、硫酸バリウム、シュウ酸カルシウム等を包含する。適当なサイズ剤の例は、非セルロース反応性サイズ剤、例えばロジンベースのせっけんのようなロジンベースのサイズ剤、ロジンベースのエマルジョン/分散物、及びセルロース反応性サイズ剤、例えばアルケニルコハク酸無水物（ASA）、アルケニル及びアルキルケテンダイマー（AKD）及びマルチマーのような酸無水物のエマルジョン/分散物など、を包含する。適当な湿潤強度増強剤の例は、ポリアミン及びポリアミノアミドを包含する。

40

【0036】

本発明はさらに、白水が広範に再利用され、又は再循環される、すなわち白水閉鎖の高い程度を有するところの、例えば製造される乾燥紙1トン当たり0 ~ 30トンの新鮮な水が用いられ、通常は紙の1トン当たり20トン未満、好ましくは15トン未満、より好まし

50

くは10トン未満、及びとりわけ5トン未満の新鮮な水が用いられるところの、製紙方法を包含する。新鮮な水は、該方法においていずれの段階で導入されてよく；例えば新鮮な水は、セルロース懸濁物を形成する為にセルロース系繊維と混合されてよく、及び新鮮な水は薄いセルロース懸濁物を形成するために、濃厚セルロース懸濁物を希釈する為に該濃厚セルロース懸濁物と混合されうる。

【0037】

本発明に従う方法は、セルロース系製品及び好ましくは紙の製造の為に用いられる。語「紙」は、本明細書において用いられるときに、紙及びその製品だけでなく、他のウェブ様製品（web-like product）、例えば板（board）及び板紙、及びその製品も包含する。該方法は、上で定義されたとおりの、種々の種類のセルロース系繊維の懸濁物からの紙の製造において用いられてよく、該懸濁物は好ましくは、乾燥物質に基づき、少なくとも25重量%、及びより好ましくは少なくとも50重量%のそのような繊維を含むべきである。

10

【0038】

好ましくは、本発明は、中質紙（wood-containing paper）及び再利用繊維に基づく紙、例えばSC、LWC及び種々の種類の本及び新聞用紙などを製造する抄紙機に、及び上質印刷及び筆記用紙（wood-free printing and writing papers）を製造する機械に適用され、語「上質」は約15%未満の木材含有繊維（wood-containing fiber）を意味する。本発明の好ましい適用の例は、少なくとも50重量%のメカニカル繊維（mechanical fiber）及び/又は再利用繊維を含むセルロース懸濁物からの紙及び多層紙の層の製造を含む。好ましくは、本発明は、300～3000m/分の速度、及びより好ましくは500～2500m/分の速度で作動する抄紙機について適用される。

20

【0039】

本発明はさらに、以下の実施例において説明されるが、これら実施例は同じものに限定することを意図されていない。部及び%は夫々、他に述べられない限り、重量部及び重量%に関する。

【実施例1】

【0040】

本発明により達成されるる水能が、動的ろ水分析器（Dynamic Drainage Analyser）（DDA）（Akribi Kemikonserter AB、スウェーデン、から入手可能である）により評価された。該分析器は、プラグを取り及び減圧（0.35bar）を該セルロース懸濁物が存在する面と反対のワイヤーの面に適用した場合に、該ワイヤーを通じてセルロース系繊維含有水性懸濁物の規定体積を排水する時間を測定する。最初の通過の歩留りが、比濁計によって、該懸濁物の排水により得られたろ過物（白水）の濁度を測定することにより評価された。該濁度は、NTU（比濁計濁度単位）において測定された。NTUが高ければ高いほど、該材料がより少なく保持される。

30

【0041】

用いられた該セルロース懸濁物は、サーモメカニカルパルプ（TMP）（70%）及び碎木パルプ（SGW：stone groundwood pulp）（30%）の混合物（これは過酸化水素/ケイ酸ナトリウム漂白されたものであった）から得られた。該懸濁物は水により4%繊維濃度に希釈され、及び、重量比35：1.87のミョウバン及び硫酸マグネシウム塩を含む混合物により処理された。該処理後、pHが、硫酸（H₂SO₄）の添加により約5に下げられ、そして、40で30分間維持された。次に、該懸濁物は、1重量%の繊維濃度へ水により希釈され、そして、pHは、DDA試験を行う前に、追加の硫酸により5で維持された。

40

【0042】

該試料が、バッフルDDAジャー（baffled DDA jar）中に置かれた。該ろ水及び歩留り助剤が以下のとおりに添加された：

i) 該懸濁物の排水の15秒前、陽イオン性ポリアクリルアミド（Eka PL 1510）の種々の量。

ii) 該懸濁物の排水の5秒前、0.5kg/トンのシリカに基づく陰イオン性粒子（Eka

50

a N P 3 2 0)。

【 0 0 4 3 】

全ての試料において、該量は該セルロース懸濁物の乾燥重量に基づき、そして、トンメートルをいう。試験番号 1 ~ 3、5 ~ 7、9、10 及び 12 ~ 18 は比較の為に用いられ、及び試験番号 4、8 及び 11 が本発明に従う処理により得られた結果を示す。

【 0 0 4 4 】

表 1

試験番号	ミョウバンの添加 [kg/トン]	混合物の添加 (ミョウバン:MgSO ₄) [kg/トン]	陽イオン性 ポリマーの 添加 [kg/トン]	排水時間 [s]	濁度 [NTU]
1	0	0	0.5	19.3	214
2	15	0	0.5	17.9	214
3	35	0	0.5	15.0	196
4	0	35:1.87	0.5	12.0	176
5	0	0	1.0	15.3	205
6	15	0	1.0	15.3	197
7	35	0	1.0	11.9	172
8	0	35:1.87	1.0	9.3	124
9	15	0	1.25	14.7	190
10	35	0	1.25	10.5	148
11	0	35:1.87	1.25	7.1	101
12	0	0	1.5	14.4	165
13	15	0	1.5	14.0	190
14	35	0	1.5	9.2	126
15	0	0	2.0	12.2	146
16	15	0	2.0	10.5	164
17	0	0	3.0	9.6	121
18	15	0	3.0	8.2	137

【 0 0 4 5 】

表 1 に表された結果から見られるとおり、本発明に従いミョウバン及び硫酸マグネシウムにより処理された懸濁物は、ミョウバンだけにより処理された懸濁物及び処理を全くされていない懸濁物よりも、良いろ水及び歩留り性能を結果した。

【 実施例 2 】

【 0 0 4 6 】

この実施例において、ろ水及び歩留り性能が、陽イオン性凝集剤も用いられたことを除き、実施例 1 の基本手順に従い評価された。該陽イオン性凝集剤及び歩留り及びろ水助剤は以下のとおりに添加された：

i) 該懸濁物の排水の 30 秒前、陽イオン性ポリアクリルアミド凝集剤 (E k a A T C 5 4 3 9) の種々の量；

ii) 該懸濁物の排水の 15 秒前、0.5 kg/トンの陽イオン性ポリアクリルアミドろ水及び歩留り助剤 (Eka PL 1510)

iii) 該懸濁物の排水の 5 秒前、0.5 kg/トンの乾燥パルプのシリカにも基づく陰イオン性粒子 (Eka NP 320)。

【0047】

試験番号 19 ~ 21、24 ~ 26、28 ~ 30 及び 32 ~ 34 は比較の為に用いられ、及び、試験番号 22、23、27 及び 31 は本発明に従う処理を示す。

【0048】

表 2

試験 番号	ミョウバンの 添加 [kg/t]	混合物の添加 (ミョウバン:MgSO ₄) [kg/トン]	陽イオン性 凝集剤の 添加 [kg/トン]	排水時間 [s]	濁度 [NTU]
19	0	0	0	19.3	214
20	15	0	0	15	214
21	35	0	0	17.9	196
22	0	35:1.87	0	12	176
23	0	35:1.87	0.25	11	130
24	0	0	0.5	16.1	200
25	15	0	0.5	11.3	202
26	35	0	0.5	15.3	160
27	0	35:1.87	0.5	8.8	99
28	0	0	0.75	15.7	178
29	15	0	0.75	9.9	200
30	35	0	0.75	14.9	129
31	0	35:1.87	0.75	7.3	85
32	0	0	1.0	14.2	171
33	15	0	1.0	8.5	178
34	35	0	1.0	13.8	103

【0049】

表 2 に表された結果から見られるとおり、本発明に従いミョウバン及び硫酸マグネシウムにより処理された懸濁物は、ミョウバンだけにより処理された懸濁物及び全く処理されていない懸濁物よりも、良いろ水及び歩留り性能を結果した。

【実施例 3】

【0050】

この実施例において、ミョウバン及び硫酸マグネシウムを含む本発明に従う組成物を用いた場合の該方法の収率が評価された。

【0051】

大きなバッチの過酸化水素/ケイ酸ナトリウム漂白された TMP / SGW が、水により 4 % の繊維濃度に希釈された。このバッチはよく混合され、そして、4 つの等しい量に分割された。該得られた懸濁物は異なる方法で処理された。しかしながら、全ての懸濁物が、

一定の様式で希釈され、そして、紙の坪量における変化が評価された。該懸濁物の処理は表 3 に表される。

【 0 0 5 2 】

表 3

試験 番号	処理
1	処理なし。pHは硫酸の添加により5に下げられ、そして40℃で30分間維持された。次に、該懸濁物の濃度が規定体積を有する1%に減少された。1%にいたる該規定体積が全ての試験で用いられた。
2	ミョウバンによる4%パルプ濃度での処理。35kg/トンのミョウバンが添加され、そして、pHが、硫酸の添加により5に調節された。これは次に40℃で30分間維持され、そして次に試験番号1に従い希釈された。
3	ミョウバン及び硫酸マグネシウムを含む混合物による4%パルプ濃度での処理。該混合物は、有効用量が35kg/トンのミョウバン及び1.87kg/トンの硫酸マグネシウムであるような比で混合され、そして、pHが、硫酸の添加により5に調節された。これは次に、40℃で30分間維持され、そして次に試験番号1に従い希釈された。
4	ミョウバン及び硫酸マグネシウムを含む混合物による1%パルプ濃度での処理。該混合物は、有効用量が35kg/トンのミョウバン及び1.87kg/トンの硫酸マグネシウムであるような比で混合され、そして、pHは硫酸の添加により5に調節された。これは次に40℃で30分間維持された。

10

20

30

【 0 0 5 3 】

全ての4つの試料が同じ規定の希釈を有し、そして、固体変化について埋め合わせされなかった。手すき紙(handsheet)が、SCAN-CN 64:00において記載された方法に従い調製され、そして、5kg/トンの陽イオン性デンプンがろ水及び歩留り助剤として用いられた。25の紙が、白水の再循環により製造された。10の最後の紙は、得られた収率の評価の為に用いられた。無機の収率の増加が、該アッシュ含有量における増加として評価された。該アッシュ含有量は、ISO 2144-1977に従う方法により

40

【 0 0 5 4 】

表 4

試験番号	坪量 [g/m ²]	収率増加 [%]		
		無機	有機	合計
1	69.37	-	-	-
2	70.47	0.30	1.29	1.59
3	72.07	0.50	3.40	3.90
4	71.01	0.62	1.75	2.36

10

【 0 0 5 5 】

表 4 において表された結果からみられるとおり、ミョウバン及び硫酸マグネシウムが本発明に従い用いられる製紙方法（試験番号 3）は、該方法の増加した収率を結果した。

【 0 0 5 6 】

この実施例では、紙品質が、坪量、アッシュ含有量、厚さ、密度、バルク、引張指標、引裂指標、透気度（air permeability）、白色度（brightness）、不透明度（opacity）、光散乱及び光吸収の点で評価された。漂白されていない及び漂白されたパルプの両方から得られた水性パルプ懸濁物から調製された紙シートの間と比較が行われた。該パルプ懸濁物は種々の方法で処理された。該懸濁物は T M P / S G W（7 0 / 3 0）及び代わりに過酸化水素 / ケイ酸ナトリウム漂白された T M P / S G W（7 0 / 3 0）から得られた。該試験における該懸濁物は、全く処理されず、焼成粘土により処理され、又は、ミョウバン、硫酸マグネシウム及び酸により処理された。さらなる比較が、陽イオン性デンプンが該懸濁物に水及び歩留り助剤として添加された場合において、同様の様式でなされた。紙は、標準方法 S C A N - C M 6 4 : 0 0 を用いて調製された。該懸濁物の処理が表 5 に表される。

20

【 0 0 5 7 】

表5

試験 番号	処理
1	漂白されていないTMP/SGW
2	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP / SGW
3	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、該懸濁物の乾燥重量に基づき、2.5重量%の量での焼成粘土の、1重量%の繊維濃度を有する希釈されたセルロース懸濁物への添加。
4	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、該懸濁物の乾燥重量に基づき、5.0重量%の量での焼成粘土の、1重量%の繊維濃度を有する希釈されたセルロース懸濁物への添加。
5	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、ミョウバン及び硫酸マグネシウムを含む混合物による4%パルプ濃度での処理。 該混合物は、有効用量が35kg／トンのミョウバン及び1.87kg／トンの硫酸マグネシウムであるような比で用いられ、そしてpHは硫酸の添加により5に調節された。これは次に40℃で30分間維持され、そして次に1重量%の繊維濃度に希釈された。
6	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、排水の20秒前に添加された5kg／tの陽イオン性デンプン。
7	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、該懸濁物の乾燥重量に基づき、2.5重量%の量での焼成粘土の、1重量%の繊維濃度を有する希釈されたセルロース懸濁物への添加、排水の20秒前に添加された5kg／トンの陽イオン性デンプン。
8	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、該懸濁物の乾燥重量に基づき、5.0重量%の量での焼成粘土の、約1重量%の繊維濃度を有する希釈されたセルロース懸濁物への添加、排水の20秒前に添加された5kg／トンの陽イオン性デンプン。
9	過酸化水素／ケイ酸ナトリウム漂白されたTMP／SGW、ミョウバン及び硫酸ナトリウムを含む混合物による4%パルプ濃度での処理。 該混合物は、有効用量が35kg／トンのミョウバン及び1.87kg／トンの硫酸マグネシウムであるような比で混合され、そしてpHは硫酸の添加により5へ調節された。 これは次に40℃で30分間維持され、1重量%の繊維濃度に希釈され、そして次に、排水の20秒前に5kg／トンの陽イオン性デンプンが添加された。

10

20

30

40

50

坪量は、標準 ISO 536 : 1995 に従い評価され、アッシュ含有量は、ISO 2144 - 1977 に従い評価され、厚さ、バルク及び密度は、ISO 534 : 1988 に従い評価され、引張指標は SCAN - P 67 : 93 kN/kg に従い評価され、引裂指標は ISO 1974 : 1990 に従い評価され、及び透気度は ISO 5636 - 5 : 2003 に従い評価された。

【 0 0 5 9 】

表 6

試験 番号	坪量 [g/m ²]	アッシュ 含有量 [%]	厚さ [μm]	密度 [kg/dm ³]	バルク [dm ³ /kg]	引張指標 [kN/kg]	引裂指標 [mNm ² /g]	透気度 [s]
1	59,38	0,43	169	351	2,85	18,4	2,97	9,0
2	62,35	1,01	175	356	2,81	21,0	3,74	31,4
3	59,14	1,51	174	349	2,87	21,0	3,48	22,0
4	60,67	2,12	172	344	2,91	19,2	3,69	22,3
5	58,64	2,85	175	335	2,98	17,2	3,35	13,6
6	64,83	1,24	178	364	2,75	20,9	3,48	23,0
7	63,93	3,01	174	371	2,70	20,1	3,35	26,9
8	64,49	4,78	173	370	2,71	20,4	3,53	22,5
9	62,84	3,41	177	355	2,82	20,9	3,43	12,1

10

20

30

【 0 0 6 0 】

紙品質も、白色度、不透明度、光散乱及び光吸収の点で評価された。その測定は、装置 Technidyne、Colour Touch により、そして、白色度については標準 ISO 2470 に従い、不透明度については ISO 2471 に従い、及び光拡散及び光吸収については ISO 9416 に従い、なされた。

【 0 0 6 1 】

表7

試験 番号	白色度 [%]	不透明度 [%]	光散乱 [m ² /kg]	光吸収 [m ² /kg]
1	58,97	93,40	55,15	2,64
2	75,31	86,23	54,21	0,49
3	75,37	86,94	57,16	0,58
4	75,71	86,80	58,48	0,61
5	76,12	86,04	56,96	0,52
6	75,00	88,24	57,22	0,62
7	75,90	89,24	61,86	0,62
8	77,26	90,09	67,86	0,63
9	75,84	88,07	58,70	0,64

10

【 0 0 6 2 】

20

表 6 及び表 7 において表される結果から見られるとおり、紙が本発明に従う方法により調製された試験番号 9 は、添加物として焼成粘土を用いた製紙方法により調製された紙とほとんど同じか又はより良い紙特徴さえを示した。

【国際調査報告】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/SE2007/051032

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. D21H17/65 D21H17/66 D21H17/67 D21H21/10		
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) D21H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the International search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	WO 01/44573 A (HERCULES INC [US]) 21 June 2001 (2001-06-21) page 17, line 8 - line 23 claim 1	1,2,23, 30
Y	examples	3-22, 24-29, 31,32
Y	US 5 127 994 A (JOHANSSON HANS E [SE]) 7 July 1992 (1992-07-07) cited in the application column 2, line 48 - line 59 claim 1	1-32
Y	US 5 755 930 A (SATTERFIELD BRIAN FREDERIC [US] ET AL) 26 May 1998 (1998-05-26) column 4, line 55 - line 68	1-32
-/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> 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 document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubt 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 19 March 2008		Date of mailing of the international search report 04/04/2008
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Naeslund, Per

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/SE2007/051032

G(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 4 388 150 A (SUNDEN OLOF [FR] ET AL) 14 June 1983 (1983-06-14) cited in the application the whole document	1-32
A	US 4 961 825 A (ANDERSSON KJELL R [CA] ET AL) 9 October 1990 (1990-10-09) cited in the application the whole document	1-32
A	US 4 927 498 A (RUSHMERE JOHN D [US]) 22 May 1990 (1990-05-22) cited in the application the whole document	1-32
A	WO 01/40577 A (KEMIRA CHEMICALS OY [FI]; AHLGREN JONNI [FI]; STRENGELL KIMMO [FI]) 7 June 2001 (2001-06-07) the whole document	1-32
A	EP 0 348 366 A2 (EKA NOBEL AB [SE] EKA CHEMICALS AB [SE]) 27 December 1989 (1989-12-27)	
A	WO 93/14263 A (KEMIRA OY [FI]) 22 July 1993 (1993-07-22)	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/SE2007/051032

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 0144573	A	21-06-2001	AR 026956 A1	05-03-2003
			AU 771731 B2	01-04-2004
			AU 2265101 A	25-06-2001
			BR 0016330 A	27-08-2002
			CA 2392699 A1	21-06-2001
			CN 1408038 A	02-04-2003
			EP 1280960 A1	05-02-2003
			JP 2003517118 T	20-05-2003
			MX PA02005853 A	23-10-2002
			PL 356457 A1	28-06-2004
			TW 523563 B	11-03-2003
			US 6379501 B1	30-04-2002
			ZA 200205636 A	15-10-2003
US 5127994	A	07-07-1992	AU 598416 B2	21-06-1990
			AU 3497089 A	30-11-1989
			BR 8902336 A	09-01-1990
			CA 1334325 C	14-02-1995
			CN 1038678 A	10-01-1990
			DE 68908972 D1	14-10-1993
			DE 68908972 T2	10-02-1994
			DK 254889 A	26-11-1989
			EP 0348366 A2	27-12-1989
			ES 2043107 T3	16-12-1993
			FI 892475 A	26-11-1989
			JP 1887533 C	22-11-1994
			JP 2019593 A	23-01-1990
			JP 6011957 B	16-02-1994
			MX 170284 B	13-08-1993
			NO 892091 A	27-11-1989
			NZ 229227 A	26-02-1991
			PT 90654 A	30-11-1989
			SE 461156 B	15-01-1990
			SU 1828474 A3	15-07-1993
			ZA 8903871 A	28-02-1990
US 5755930	A	26-05-1998	AT 174981 T	15-01-1999
			AU 701663 B2	04-02-1999
			AU 1583195 A	21-08-1995
			BR 9505772 A	27-02-1996
			CA 2159593 A1	10-08-1995
			DE 69506799 D1	04-02-1999
			DE 69506799 T2	20-05-1999
			DK 693146 T3	23-08-1999
			EP 0693146 A1	24-01-1996
			ES 2125597 T3	01-03-1999
			FI 954677 A	02-10-1995
			WO 9521296 A1	10-08-1995
			GR 3029339 T3	28-05-1999
			JP 3681070 B2	10-08-2005
			JP 8508796 T	17-09-1996
			NO 953936 A	03-10-1995
			NZ 279258 A	27-04-1998
			PL 310979 A1	22-01-1996
			US 5538596 A	23-07-1996
			ZA 9500924 A	06-02-1996
US 4388150	A	14-06-1983	CA 1154563 A1	04-10-1983

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/SE2007/051032

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4388150	A	JP 1679274 C	13-07-1992
		JP 3041598 B	24-06-1991
		JP 62223395 A	01-10-1987
		JP 1713993 C	27-11-1992
		JP 57051900 A	26-03-1982
		JP 62031120 B	07-07-1987
		SE 432951 B	30-04-1984
		SE 8003948 A	29-11-1981
US 4961825	A 09-10-1990	AU 573360 B2	02-06-1988
		AU 4498585 A	10-01-1986
		BR 8506769 A	23-09-1986
		CA 1250703 A1	07-03-1989
		DE 3573282 D1	02-11-1989
		EP 0185068 A1	25-06-1986
		ES 8703954 A1	16-05-1987
		FI 860548 A	06-02-1986
		JP 2019238 B	01-05-1990
		JP 61502338 T	16-10-1986
		NQ 860422 A	06-02-1986
		NZ 212332 A	29-11-1988
		SE 8403062 A	08-12-1985
		WO 8600100 A1	03-01-1986
		ZA 8504263 A	29-01-1986
US 4927498	A 22-05-1990	AT 119958 T	15-04-1995
		AU 616027 B2	17-10-1991
		AU 3734589 A	11-08-1989
		CA 1324703 C	30-11-1993
		DE 68921731 D1	20-04-1995
		DE 68921731 T2	19-10-1995
		EP 0378605 A1	25-07-1990
		WO 8906638 A2	27-07-1989
WO 0140577	A 07-06-2001	AT 331839 T	15-07-2006
		AU 2374101 A	12-06-2001
		CA 2393242 A1	07-06-2001
		DE 60029141 T2	11-01-2007
		EP 1266092 A1	18-12-2002
		ES 2267597 T3	16-03-2007
		FI 992598 A	03-06-2001
		US 2003079848 A1	01-05-2003
EP 0348366	A2 27-12-1989	AU 598416 B2	21-06-1990
		AU 3497089 A	30-11-1989
		BR 8902336 A	09-01-1990
		CA 1334325 C	14-02-1995
		CN 1038678 A	10-01-1990
		DE 68908972 D1	14-10-1993
		DE 68908972 T2	10-02-1994
		DK 254889 A	26-11-1989
		ES 2043107 T3	16-12-1993
		FI 892475 A	26-11-1989
		JP 1887533 C	22-11-1994
		JP 2019593 A	23-01-1990
		JP 6011957 B	16-02-1994
		MX 170284 B	13-08-1993

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/SE2007/051032

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date		
EP 0348366	A2	NO	892091 A	27-11-1989	
		NZ	229227 A	26-02-1991	
		PT	90654 A	30-11-1989	
		SE	461156 B	15-01-1990	
		SU	1828474 A3	15-07-1993	
		US	5127994 A	07-07-1992	
		ZA	8903871 A	28-02-1990	
WO 9314263	A	22-07-1993	AT	191524 T	15-04-2000
		AU	3354193 A	03-08-1993	
		CA	2127992 A1	22-07-1993	
		DE	69328311 D1	11-05-2000	
		DE	69328311 T2	10-08-2000	
		EP	0700473 A1	13-03-1996	
		ES	2146609 T3	16-08-2000	
		JP	3138475 B2	26-02-2001	
		JP	7502791 T	23-03-1995	
		PT	700473 T	31-07-2000	

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, 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, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 サイモンソン, パトリク

スウェーデン国, 4 3 3 6 4 サヴェダレン, ランドヴァーゲン 6

(72)発明者 トカルツ, マレク

スウェーデン国, 4 4 2 3 9 クンガルヴ, ホーコンス ゲータ 4

(72)発明者 グトゥケ, カタリナ

スウェーデン国, 4 3 0 3 3 フジャロース, ソドラ ベルグサーテルヴァーゲン 8

Fターム(参考) 4L055 AC01 AD10 AF09 AG07 AG08 AG18 AH18 FA02