



**(19) 대한민국특허청(KR)**  
**(12) 공개특허공보(A)**

(11) 공개번호 10-2017-0141237  
(43) 공개일자 2017년12월22일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)  
 D21H 11/02 (2006.01) D21C 9/18 (2006.01)  
 D21H 11/08 (2006.01) D21H 11/10 (2006.01)  
 D21H 15/06 (2006.01) D21H 27/02 (2015.01)  
 D21H 27/10 (2006.01)
- (52) CPC특허분류  
 D21H 11/02 (2013.01)  
 D21C 9/18 (2013.01)
- (21) 출원번호 10-2017-7034514
- (22) 출원일자(국제) 2016년04월25일  
 심사청구일자 없음
- (85) 번역문제출일자 2017년11월29일
- (86) 국제출원번호 PCT/CA2016/050475
- (87) 국제공개번호 WO 2016/176759  
 국제공개일자 2016년11월10일
- (30) 우선권주장  
 62/155,583 2015년05월01일 미국(US)

- (71) 출원인  
**에프피이노베이션스**  
 캐나다 퀘벡 에이치9알 3제이9 뽀앵 끌레르 세인  
 트 장 블러바드 570
- (72) 발명자  
**벤, 유시아**  
 캐나다 퀘벡 에이치9에이치 5이3, 컬크랜드 챔버  
 탄 27
- 도리스, 질레스**  
 캐나다 퀘벡 에이치7케이 1알5, 비몬트 라발, 바  
 이론 206  
*(뒷면에 계속)*
- (74) 대리인  
**한라특허법인(유한)**

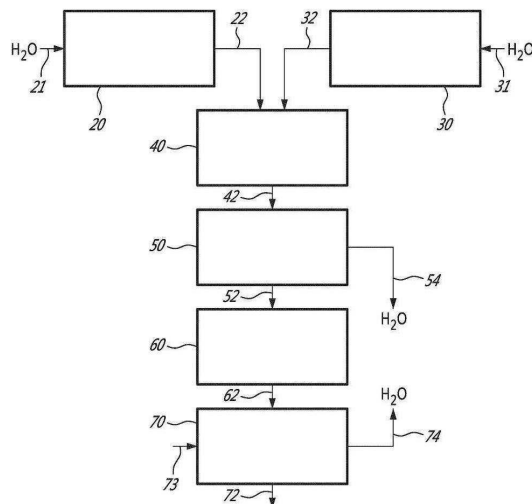
전체 청구항 수 : 총 18 항

(54) 발명의 명칭 **건조 혼합된 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어 제품 및 이의 제조 방법**

**(57) 요약**

본 발명의 설명은 셀룰로스 필라멘트(CF) 및 캐리어 섬유를 포함하는 건조 혼합된 제품의 제조 방법, 그리고 CF가 이용되는 가구, 복합 재료 또는 기타 재료의 초지 시에 있어서 CF가 수중 그의 분산성, 따라서 우수한 강화 능력을 유지하도록 허용하는 재분산성 셀룰로스 필라멘트 및 캐리어 섬유의 건조 혼합된 제품에 관한 것이다. 이 방법은 결코-건조되지 않은 CF의 수 현탁액을 셀룰로스 섬유 펄프 캐리어와 혼합하고 나서 적절한 농도로 농후화시키는 것을 포함하므로, 펄프 기계 또는 플래시 건조기일 수 있는 건조기와 같은 통상의 장치에서 더욱 가공처리되고 건조될 수 있다.

**대표도 - 도4**



(52) CPC특허분류

*D21H 11/08* (2013.01)

*D21H 11/10* (2013.01)

*D21H 15/06* (2013.01)

*D21H 27/02* (2013.01)

*D21H 27/10* (2013.01)

(72) 발명자

**카이, 씨아오린**

캐나다 퀘벡 에이치9제이 3더블유3, 방돔 10 뒤 드

**후아, 쉘쥔**

캐나다 퀘벡 에이치9에이치 5이3, 컬크랜드 챔버턴  
27

**유안, 지이룬**

캐나다 퀘벡 에이치9알 4에이4, 뽕앵 끌래르, 델마  
르 애비뉴 454

**놀트, 패트릭**

캐나다 퀘벡 제이7엑스 1에이2, 레 코또, 락 199  
뒤 드

## 명세서

### 청구범위

#### 청구항 1

건조 혼합된 제품(dry mixed product)으로서,

목재 또는 식물 섬유(wood pulp)의 재분산성 셀룰로스 필라멘트 및

캐리어 섬유(carrier fibre)를 포함하되,

상기 건조 혼합된 제품은 약 1/99 내지 약 99/1의 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어 섬유 중량비,

30 중량% 미만의 습도를 포함하고, 그리고

200 $\mu$ m 내지 2mm의 평균 길이, 30nm 내지 500nm의 평균 폭 및 200 내지 5000의 평균 에스펙트비를 가진 상기 재분산성 셀룰로스 필라멘트는 상기 캐리어 섬유와 물리적으로 부착되고 가역적으로 일체화되어, 수성 상에서 상기 재분산성 셀룰로스 필라멘트의 재분산을 허용하는, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 2

제1항에 있어서, 상기 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어의 상기 중량비는 1/99 내지 50/50인, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 3

제1항에 있어서, 상기 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어의 상기 중량비는 10/90 내지 30/70인, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 수분 함량은 20 중량% 미만인, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 5

제1항 내지 제4항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 캐리어 섬유는 기계적 펄프 또는 화학적 펄프로부터 선택되는, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 6

제5항에 있어서, 상기 기계적 펄프는 열기계적 펄프, 화학-열기계적 펄프, 쇄목 펄프 또는 표백된 화학-열기계적 펄프인, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 7

제5항에 있어서, 상기 화학적 펄프는 표백된 연목재(softwood) 또는 견목재(hardwood) 크라프트 펄프, 미-표백된(un-bleached) 크라프트 펄프 및/또는 아황산염 펄프인, 건조 혼합된 제품.

#### 청구항 8

재분산성 셀룰로스 필라멘트 및 캐리어 섬유를 포함하는 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법으로서,

셀룰로스 필라멘트를 제공하는 단계;

캐리어 섬유를 제공하는 단계;

상기 셀룰로스 필라멘트, 상기 캐리어 및 물을 혼합하여 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 현탁액을 생성시키는 단계;

상기 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 현탁액을 농후화시켜 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프를 생성시키는

는 농후화 단계;

상기 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프를 플러핑(fluffing)하여 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 플러프를 생성시키는 단계;

상기 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 플러프를 통상의 펄프 건조 공정으로 건조시켜, 건조 혼합된 제품을 생성시키는 단계를 포함하되,

상기 셀룰로스 필라멘트 대 상기 캐리어 섬유는 1/99 내지 99/1의 중량비이고, 상기 건조 혼합된 제품은 30 중량% 미만의 수분 함량을 지니는, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 9**

제8항에 있어서, 상기 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프는 상기 농후화 단계 후에 20 내지 50 중량% 고체의 점조도를 지니는, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 10**

제8항 또는 제9항에 있어서, 상기 셀룰로스 필라멘트 대 상기 캐리어의 중량비는 1/99 내지 50/50인, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 11**

제8항 또는 제9항에 있어서, 상기 셀룰로스 필라멘트 대 상기 캐리어의 중량비는 10/90 내지 30/70인, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 12**

제8항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 통상의 펄프 건조기는 플래시 건조기(flash dryer), 분무 건조기 및 증기 건조기로 이루어진 군으로부터 선택되는, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 13**

제12항에 있어서, 상기 통상의 펄프 건조기는 플래시 건조기인, 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법.

**청구항 14**

강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 제조하는 방법으로서,

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항의 건조 혼합된 제품을 제공하는 단계;

제지용 펄프를 제공하는 단계;

수중에 상기 건조 혼합된 제품으로부터의 셀룰로스 필라멘트를 재분산시켜 혼합된 제품 현탁액을 생성시키는 단계;

상기 제지용 펄프를 물로 재-펄프화시켜 펄프 현탁액을 생성시키는 단계;

상기 혼합된 제품 현탁액을 펄프 현탁액과 배합하여 강화 종이 슬러리를 생성시키는 단계; 및

상기 강화 종이 슬러리를 침착시켜 상기 강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 생성시키는 단계를 포함하는, 강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 제조하는 방법.

**청구항 15**

제14항에 있어서, 상기 혼합된 제품 현탁액과 상기 펄프 현탁액은 1/99 내지 99/1의 고체 중량비로 배합되는, 강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 제조하는 방법.

**청구항 16**

강화 제품(reinforced product)을 제조하는 방법으로서,

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항의 건조 혼합된 제품을 제공하는 단계, 및

상기 건조 혼합된 제품을 상기 강화 제품의 출발 재료와 혼합하는 단계를 포함하는, 강화 제품을 제조하는 방법.

**청구항 17**

제16항에 있어서, 상기 강화 제품은 복합 재료; 석고; 시멘트; 콘크리트 제품; 섬유판; 도료; 및 코팅제로 이루어진 군으로부터 선택되는, 강화 제품을 제조하는 방법.

**청구항 18**

제16항 또는 제17항에 있어서, 상기 혼합된 제품은 1/99 내지 99/1의 고체 중량비로 배합되고 상기 출발 재료를 지닌 현탁액 중에 있는, 강화 제품을 제조하는 방법.

**발명의 설명**

**기술 분야**

[0001] 본 발명은 캐리어와 물리적으로 연관된 재분산성(re-dispersible) 셀룰로스 필라멘트를 가진 신규한 건조 혼합된 제품(dry mixed product) 및 이 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법에 관한 것이다. 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법은 셀룰로스 필라멘트 및 습윤 캐리어(wet carrier), 예컨대, 목재 또는 기타 식물 펄프 내로의/상로의 셀룰로스 필라멘트의 혼입으로 시작된다. 놀랍게도, 습식 혼합된 셀룰로스 필라멘트/펄프 제품은 재분산성 특성을 상실하는 셀룰로스 필라멘트 없이도 통상의 건조 장비에서 건조될 수 있다.

**배경 기술**

[0002] Shatkin 등(Tappi Journal, 13(5):9-16 및 13(6):57-69 (2014))에 의해 기재된 바와 같이 광범위한 응용분야 및 시장에서 다양한 전체적으로 새로운 제품을 설계하고 개발하기 위하여 또는 기존의 재료를 개선시키기 위하여 목재, 식물, 해양 동물, 조류(algae) 및 박테리아 공급원으로부터 셀룰로스-기반 나노- 또는 준나노 수프라구조(suprastructure)를 단리시키고 상업화하기 위하여 세계적으로 많은 연구 및 개발 활동이 있다. 본 명세서에서 정의되고 셀룰로스 필라멘트(cellulose filament: CF)라고도 지칭되는, Hua 등(CA 2,799,123)에 의해 개시된 셀룰로스 나노필라멘트(cellulose nanofilament: CNF)는, 바람직한 실시형태에서 100 $\mu$ m를 넘는 길이와 서브마이크론 범위의 폭을 갖는다. CF는 미국 특허 출원 제20130017394호(참고로 본 명세서에 편입됨)에서 Hua 등에 의해 기재된 바와 같이 목재 또는 식물 섬유, 예컨대, 표백된 연목재 크라프트 펄프(softwood kraft pulp)의 다회-통과 고점조도 리파이닝(multi-pass high consistency refining)에 의해 제조될 수 있다. CF는, 모 섬유로부터 그리고 서로 물리적으로 탈착된 고-에스펙트비 셀룰로스 피브릴을 포함하는 한편 MFC 또는 NFC가 피브릴 번들 또는 짧은 피브릴, 전형적으로 1마이크로미터 미만이라는 점에서, 다른 셀룰로스 피브릴, 예컨대, 마이크로피브릴화된 셀룰로스(microfibrillated cellulose: MFC), 나노피브릴화된 셀룰로스(naofibrillated cellulose: NFC), 또는 나노셀룰로스와는 구조적으로 상이하다. CF는 다른 기계적 방법을 이용해서 제조된 마이크로피브릴화된 또는 나노피브릴화된 셀룰로스, 또는 셀룰로스 나노피브릴보다 훨씬 더 높은 1000을 초과할 수 있는 높은 에스펙트비로 인해 이례적인 강화 특성을 나타낸다(Turbak 등 1983, 미국 특허 제4374702; Matsuda 등 2001, 미국 특허 제6183596; Choi 등 2010, EP 1 859 082 B1; Laukkanen 등 2013, 미국 특허 출원 제 2013/0345416 A1). CF는 일반적으로 물의 첨가로 20% 초과, 바람직하게는 30 내지 45%의 점조도로 섬유 현탁액을 만든다(미국 특허 제2013/0017394). MFC/NFC를 제조하는 대부분의 다른 방법은 전형적으로 10% 미만, 바람직하게는 1 내지 6%의 범위의 섬유 점조도에서 수성 현탁액 중에 수행된다(Matsuda 등 2001, 미국 특허 제 6183596; 미국 특허 제6214163; Li et al 2012, CN 2012-10282759; Bras 등 2014, WO 2014/001699 A1; Saito et al 2006 Biomacromolecules, 7:1687-1691; 2007 Biomacromolecules, 8:2485-2491; 2009 Biomacromolecules, 10:1992-1996; Da Sil Va Perez et al 2010 TAPPI Nano 2). 저점조도에서 제조되는 MFC/NFC의 얻어지는 최종 제품은 겔-형상 구조를 갖는 한편(Turbak 등 1983, 미국 특허 제4374702호), 20%를 넘는 점조도로 만들어진 CF는 반건조 목재 펄프-형상 외관을 갖지만 제조 후에 실질적인 잔류수를 여전히 함유한다.

[0003] 이상적으로는, 상업적 나노셀룰로스 또는 준나노 셀룰로스 재료는 운송 비용을 저감시키고 긴 제품 저장 수명을 제공하기 위하여 완전 건조 형태로 최종-사용자의 개소로 수송되어야 한다. 그러나, 수성 매질에서 분산성을 저감시키는 일 없이 건조 제품을 제조하는 곤란성은 이의 성공적인 상업화에 심각한 방해로 나타낸다. 모든 셀룰로스 마이크로피브릴 및 나노피브릴에 의해 공유되는 이 건조 쟁점은 일반적으로 Diniz 등(Wood Sc. Tehcnol,

37:489-494, 2004)에 의해 논의된 바와 같은 기계적 특성을 손상시키는 소위 각질화 현상(hornification phenomenon)의 탓이다. 목재 펄프 제조 분야에서, 각질화는 목재 펄프 섬유가 처음에 건조된 후의 섬유 형태의 변화를 기술한다. 각질화는 비가역적 수소 결합(H-결합)의 형성 및/또는 락톤 가교의 형성을 포함하는 많은 인자에 기인한다. 각질화는 자체-조립을 통해서 피브릴의 응집을 유발하고 따라서 이들 재료가 통상의 낮은 및 중간 점도도 펄퍼(pulper)를 이용해서 물에 재혼합될 경우 결코-건조되지 않은(never-dried) 셀룰로스 피브릴의 준- 또는 진정한 나노미터 치수의 회복에 대한 장애를 나타낸다. 참으로, 건조 피브릴의 치밀한 조립체는 구조를 함께 유지하는 수소 결합의 파괴 및 물 침투를 방해한다.

- [0004] 마이크로피브릴화된 셀룰로스(MFC) 또는 나노피브릴화된 셀룰로스(NFC)의 각질화를 회피하기 위하여, 하기와 같은 수개의 물리화학적 접근법이 사용될 수 있다: (1) 초임계 건조, 분무 건조 또는 냉동 건조, (2) 수소 결합을 방지하거나 저감시키는 첨가제의 사용, (3) 화학적 개질을 통해서 MFC/NFC에 더욱 소수성을 부여, 또는 (4) 초지기(paper machine) 상에서 얇은 웹(web)의 형성.
- [0005] 첫 번째 카테고리에서, Turbak 등은 마이크로피브릴화된 셀룰로스를 제조하는 방법을 개시하되, 여기서 마이크로피브릴화된 셀룰로스는 이산화탄소 임계점 건조에 의해 건조되었다(미국 특허 제4,374,702호 및 미국 특허 제4,378,381호). 초임계 건조 공정은 용매 교체에 의해 복잡화되고, 비용은 높으며, 규모 확대는 실행 불가능한 것으로 여겨졌다.
- [0006] 오븐 건조, 냉동 건조, 초임계 건조, 및 분무 건조 방법은 마이크로피브릴화된 또는 나노피브릴화된 셀룰로스 현탁액을 건조시키는 데 사용되었다(Vartiainen et al, 2011, Cellulose, 18:775-786 및 Peng et al, 2012, Cellulose 19(1): 91-102). MFC 또는 NFC의 각질화로 인해, MFC 또는 NFC의 미세하고 조대한 응집물이 이들 건조 과정 동안 형성되었다. 그러나, 수중 MFC 또는 NFC의 건조된 응집체의 재분산성이 매우 불량하였다.
- [0007] 첨가제의 범주에서, Herrick(미국 특허 제4481076호)은 셀룰로스 피브릴들 간의 수소 결합을 실질적으로 억제할 수 있는 첨가제를 사용해서 재분산성 마이크로피브릴화된 셀룰로스를 제조하는 방법을 개시한다. 첨가제는 수크로스, 글리세린, 에틸렌 글리콜 및 프로필렌 글리콜, 당 유도체, 전분, 무기염, 예컨대, 인산염 또는 붕산염의 알칼리 금속염일 수 있다. 각 첨가제는 높은 양으로, 일반적으로 MFC의 건조 중량의 50 내지 100%로 사용되어야 한다. 이들 화합물은 일단 물에 되돌리면 용해되어 피브릴을 방출하게 되는 수용성 코팅제의 두꺼운 층으로 피복함으로써 물 제거 동안 피브릴 유착을 악화시킨다. 결코-건조되지 않은 MFC 유사 점도의 특성은 부분적으로는 이 접근법으로 회복될 수 있지만, 필요로 되는 첨가제의 양은 실행 불가능하게 높고, 마이크로피브릴화된 셀룰로스 제품에 대해서 상당히 가외의 비용을 부가시킨다.
- [0008] Nuopponen 등(미국 특허 제0000855 A1호)은 셀룰로스 피브릴들 간의 수소 결합을 억제하기 위하여 나노피브릴화된 셀룰로스 펄프의 제조 방법에서 광증백제(OBA), 예컨대, 스틸벤, 쿠마린 및 피라졸린 화합물을 첨가하며, 이것은 또한 건조 공정 동안 일어나는 섬유-물 및 섬유-섬유 결합을 저감시킴으로써 분산 효과를 생성시킬 수 있다. 광증백제를 함유하는 건조된 나노피브릴화된 셀룰로스 펄프는 광증백제 없는 것보다 더 양호하게 분산되지만 광증백제를 함유하는 건조된 나노피브릴화된 셀룰로스 펄프의 분산성의 정도는 명확하지 않은 것으로 제시되어 있었다. 또한, 광증백제는 매우 값비싼 첨가제였다.
- [0009] 화학적 개질을 통해서 MFC/NFC에 더 소수성을 부여하는 접근법에서, Gardner 등(미국 특허 제8,372,320 B2호)은 셀룰로스 나노피브릴의 수성 현탁액을 분무화하고, 건조 장치의 건조실 내로 분무화된 수성 현탁액을 도입하는 것을 포함하는 건조된 셀룰로스 나노피브릴을 제조하는 건조 방법을 개시한다. 수성 현탁액은 표면 개질제, 예컨대, 규산나트륨, 플루오로실란 또는 에탄올을 포함할 수 있으며, 이는 표면 장력을 저감시킴으로써 셀룰로스 나노피브릴의 응집을 방지한다.
- [0010] Laukkanen 등(WO2012/107642 A1 및 미국 특허 제2013/0345416 A1호)은 유기 용매 교환에 의해 건조된 나노피브릴 셀룰로스를 제조하고 물을 제거하고 나서, 건조 공정을 수행하는 방법을 기재한다. 대량의 유기 용매가 요구되기 때문에, 건조 나노피브릴 셀룰로스를 얻는 이 방법은 환경보호적이지도 않고 경제적으로 실행가능하지도 않다.
- [0011] 또한, Bras 등(WO 2014/001699 A1)은 수성 매질에 분산되기에 적합한 피브릴화된 셀룰로스 분말을 제조하는 방법을 기재한다. 이 방법에서, 염화나트륨, 염화칼륨 및 염화리튬의 군으로부터의 1가 염(5 내지 20mmol/l)이 피브릴화된 셀룰로스 현탁액에 첨가되고 나서 동결건조 단계가 수행되었다. 피브릴화된 셀룰로스 현탁액은 효소 또는 화학물질, 예컨대, 카복시메틸화에 전처리되었다.
- [0012] Eycholzer 등(Cellulose, 17:19-30, 2010) 및 Cash 등(미국 특허 제6,602,994 B1호)은 카복실기를 포함하는 다

양한 기의 도입으로 마이크로피브릴화된 또는 나노피브릴화된 셀룰로스를 유도체화하는 방법을 개시한다. 그러나, 유도체화는 다량의 시약의 사용을 필요로 하고, 유도체화된 MFC가 건조 후 물에 재분산될 수 있는 것은 확립되어 있지 않았다.

[0013] 첨가제 또는 셀룰로스의 유도체화의 필요 없이 건조 및 재분산성 CF를 제조하는 방법은 (Dorris 등, WO2014/071523 A1)(참고로 본 명세서에 편입됨)에 개시되어 있다. 이것은 신속 초지기 상에서 얇은 웹의 형성 및 건조를 포함한다. 이 방법은 매우 값비싼 장비인 초지기를 필요로 한다. 많은 이러한 기계는 가동되지 않고 이 목적을 위하여 이용 가능하지만, 많은 이러한 초지기는 궁극적으로 해체될 것이다. 게다가, 이 웹을 형성하기 위하여 생성물을 재회석시킬 필요성은 건조 비용을 부가하는 가외의 단계이다.

[0014] 따라서, 가구, 복합 재료 또는 기타 재료의 초지 시에 있어서 수중 분산성, 따라서 우수한 강화 능력을 상실하는 일 없이 셀룰로스 나노필라멘트 또는 셀룰로스 필라멘트(CF)를 건조시키는 비용 효율적인 방법을 개발할 필요가 있다.

**발명의 내용**

**과제의 해결 수단**

[0015] 본 개시내용은 화학적 첨가제 없이 그리고 유도체화 없이 제조된, 천연 섬유에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성(water re-dispersible) 피브릴화된, 셀룰로스 필라멘트를 기재한다.

[0016] 본 명세서에 기재된 일 양상에 따르면, 재분산성 셀룰로스 필라멘트 및 캐리어 섬유를 포함하는 건조 혼합된 제품이 제공되되, 건조 혼합된 제품은 약 1/99 내지 약 99/1의 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어 섬유 중량비, 30 중량% 미만의 습도를 포함하고, 재분산성 셀룰로스 필라멘트는 캐리어 섬유와 물리적으로 부착되어 가역적으로 일체화되어, 수성 상에서 재분산성 셀룰로스 필라멘트의 재분산을 허용한다.

[0017] 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품이 제공되되, 여기서 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어의 중량비는 약 1/99 내지 약 50/50이다.

[0018] 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품이 제공되되, 여기서 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어의 중량비는 약 10/90 내지 약 30/70이다.

[0019] 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품이 제공되되, 여기서 습도는 20 중량% 미만이다.

[0020] 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품이 제공되되, 여기서 섬유는 기계적 펄프, 예컨대, 열계적 펄프, 화학-열기계적 펄프, 쇄목 펄프 또는 표백된 화학-열기계적 펄프 또는 화학적 펄프, 예컨대, 표백된 연목재 크라프트 펄프, 견목재 크라프트 펄프(hardwood kraft pulp), 비-표백된(non-bleached) 크라프트 펄프 및/또는 아황산염 펄프로부터 선택된다.

[0021] 본 명세서에 기재된 다른 양상에 따르면, 재분산성 셀룰로스 필라멘트 및 캐리어 섬유를 포함하는 건조 혼합된 제품을 제조하는 방법이 제공되되, 해당 방법은 셀룰로스 필라멘트를 제공하는 단계; 셀룰로스 필라멘트, 캐리어 및 물을 혼합하여 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 현탁액을 생성시키는 단계; 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 현탁액을 농후화시켜 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프를 생성시키는 단계; 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프를 플러핑(fluffing)하여 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 플러프(fluff)를 생성시키는 단계; 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 플러프를 통상의 펄프 건조 공정으로 건조시켜, 건조 혼합된 제품을 생성시키는 단계를 포함하되, 여기서 셀룰로스 필라멘트 대 캐리어는 약 1/99 내지 약 99/1의 중량비이고, 건조 혼합된 제품은 30 중량% 미만의 습도를 지닌다.

[0022] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 혼합된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프는 농후화 단계 후에 20 내지 50 중량% 고체의 점조도를 지닌다.

[0023] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 셀룰로스 필라멘트 대 캐리어의 중량비는 약 1/99 내지 약 50/50이다.

[0024] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 셀룰로스 필라멘트 대 상기 캐리어의 중량비는 약 10/90 내지 약 30/70이다.

[0025] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 통상의 펄프 건조기는 플래시 건조기(flash dryer), 분무 건조

기 및 증기 건조기로 이루어진 군으로부터 선택된다.

- [0026] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 통상의 펄프 건조기는 플래시 건조기이다.
- [0027] 본 명세서에 기재된 다른 양상에 따르면, 강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 제조하는 방법이 제공되며, 해당 방법은 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품을 제공하는 단계; 제지용 펄프를 제공하는 단계; 수중에 건조 혼합된 제품으로부터의 셀룰로스 필라멘트를 재분산시켜 혼합된 제품 현탁액을 생성시키는 단계; 제지용 펄프를 물로 재펄프화시켜 재펄프(repulp) 현탁액을 생성시키는 단계; 혼합된 제품 현탁액을 재펄프 현탁액과 배합하여 강화 종이 슬러리를 생성시키는 단계; 및 강화 종이 슬러리를 침착시켜 강화 종이, 티슈 및/또는 포장 제품을 생성시키는 단계를 포함한다.
- [0028] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 혼합된 제품 현탁액과 재펄프 현탁액은 1/99 내지 99/1의 고체 중량비로 배합된다.
- [0029] 강화 제품(reinforced product)을 제조하는 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 건조 혼합된 제품을 제공하는 단계 및 건조 혼합된 제품을 강화 제품의 출발 재료와 혼합하는 단계를 포함한다.
- [0030] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 강화 제품은 복합 재료; 석고; 시멘트; 콘크리트 제품; 섬유판; 도료; 및 코팅제로 이루어진 군으로부터 선택된다.
- [0031] 본 명세서에 기재된 방법의 다른 양상에 따르면, 혼합된 제품은 1/99 내지 99/1의 고체의 중량비로 배합되고 출발 재료를 가진 현탁액 중에 있다.
- [0032] 놀랍게도, 캐리어 펄프 중의 건조 셀룰로스 필라멘트는 온화한 기계식 교반 시 수중 그의 분산성을 상실하지 않는데, 그 이유는 셀룰로스 필라멘트의 액체 분산액 중의 캐리어 펄프가 건조 공정 동안 셀룰로스 필라멘트들 간에 비가역적 수소 결합의 형성을 억제하기 때문이다.
- [0033] 또한 예기치 않게, 개시된 방법으로부터 제조된 재분산성 셀룰로스 필라멘트/캐리어의 건조된 혼합된 제품은 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트와 유사한 특성을 지니며, CF가 적용되는 가구, 복합 재료, 또는 기타 재료의 초지 시에 있어서 동일 또는 우수한 강화 능력을 지닌다.
- [0034] 본 명세서에 기재된 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트는 천연 섬유를 함유하고, 이는 화학적 및 기계적 펄프화 방법과 같은 임의의 방법에 의해 생성된 모든 목재 및 식물 섬유를 포함한다. 셀룰로스 필라멘트 대 천연 섬유의 비는 약 1/99 내지 약 99/1의 범위, 바람직하게는 약 1/99 내지 약 50/50의 범위, 가장 바람직하게는 약 10/90 내지 약 30/70의 범위였다. 캐리어 천연 섬유 중의 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트에는 다른 첨가제가 없고 유도체화가 없다.
- [0035] 본 명세서에 기재된 원료 재료는 목재 또는 식물 섬유, 예컨대, 표백된 연목재 크라프트 펄프의 다회-통과, 고 점조도 리파이닝에 의해 Hua 등의 미국 특허 출원 공개 제20130017394호에 기재된 방법에 의해 제조된 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트이다.
- [0036] 건조 및 수 재분산성 피브릴화된, 셀룰로스 필라멘트는 약 200 $\mu$ m 내지 약 2mm의 평균 길이, 30nm 내지 약 500nm의 평균 폭 및 약 200 내지 약 5000의 평균 에스펙트비를 갖는다.
- [0037] 건조 및 수 재분산성 CF를 제조하는 방법은, 결코-건조되지 않은 CF의 수 현탁액을 셀룰로스 섬유 펄프와 혼합하고 나서, 건조기, 예컨대, 펄프 기계 또는 플래시 건조기와 같은 장치에서 추가로 가공되고 건조될 수 있도록 적합한 농도로 농후화시키는 것을 포함한다.

**도면의 간단한 설명**

- [0038] 도 1은, 소정의 저장 시간 기간 후에 보이는 어둡게 착색된 진균을 비롯하여, 2 내지 8개월 저장 후의 (습식) 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트(살생물제 무함유)의 사진(중래 기술).
- 도 2는 건조 시 필라멘트들 간의 강력한 결합으로 인해 통상의 분산 및 펄프화 장비로 완전하게 재분산되기 어려운 통상의 건조 방법 동안 형성된 셀룰로스 필라멘트의 건조된 클럼프의 사진(중래 기술).
- 도 3a는, 재분산되기 매우 어렵고 내부에서 강화 특성을 상실한, 통상의 건조 공정 동안 형성된 셀룰로스 필라멘트의 번들의 사진(중래 기술).
- 도 3b는, 재분산되기 매우 어렵고 내부에서 강화 특성을 상실한, 통상의 건조 공정 동안 형성된 셀룰로스 필라

멘트의 번들의 추가의 사진(종래 기술).

도 3c는 보다 확대된 도 3a의 셀룰로스 필라멘트(종래 기술).

도 3d는 보다 확대된 도 3b의 셀룰로스 필라멘트(종래 기술).

도 4는 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 공정 블록도.

도 5a는 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유 혼합물의 작은 건조된 입자가 수계에 용이하게 재분산될 수 있는, 셀룰로스 필라멘트와 천연 캐리어 섬유 CF/BCTMP(10/90)의 플래시 건조된 제품의 사진.

도 5b는 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유 혼합물의 작은 건조된 입자가 수계에 용이하게 재분산될 수 있는, 셀룰로스 필라멘트와 천연 캐리어 섬유 CF/BCTMP(30/70)의 플래시 건조된 제품의 사진.

도 5c는 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유 혼합물의 작은 건조된 입자가 수계에 용이하게 재분산될 수 있는, 셀룰로스 필라멘트와 천연 캐리어 섬유 CF/BCTMP(50/50)의 플래시 건조된 제품의 사진.

도 6a는 셀룰로스 필라멘트와 천연 캐리어 섬유의 플래시 건조된 혼합물의 사진.

도 6b는 실험실 저점조도 리파이너의 플레이트들의 사진.

도 6c는 재분산된 셀룰로스 필라멘트 및 천연 섬유 슬러리(CF 비가 30% 초과인 경우).

도 7a는, 평활한 표면을 가진, 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 NBSK(100%)로 제조된 핸드시트(handsheet)의 표면을 나타낸 도면.

도 7b는, 평활한 표면을 가진, 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 50/50의 비를 가진 CF/NBSK로 제조된 핸드시트의 표면을 나타낸 도면.

도 7c는, 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따른 플래시 건조 후 70/30의 중량비를 가진 CF/NBSK로 제조된 핸드시트의 표면을 예시한 도면으로, 여기서 CF 번들이 핸드시트의 표면 상에서 관찰됨.

도 8은 다수의 CF 클럼프가 존재하는 건조된 CF(30%)와 건조된 NBSK(70%)의 혼합물로 제조된 핸드시트의 사진.

**발명을 실시하기 위한 구체적인 내용**

- [0039] 본 개시내용 이전에, 천연 섬유가 건조 공정 동안 매크로피브릴화된 셀룰로스, 나노피브릴화된 셀룰로스 또는 피브릴화된 셀룰로스 재료용의 첨가제로서 사용된 적은 없었다. 천연 섬유에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성 피브릴화된, 셀룰로스 재료가 보고된 적도 없었다.
- [0040] 결코-건조되지 않은(습식) 셀룰로스 필라멘트는, 도 1에 도시된 바와 같이, 소정의 저장 시간 기간 후에, 어두운 색의 진균을 발생시킬 수 있고 물리적 강도를 상실할 수 있다.
- [0041] 공기 건조, 플래시 건조, 분무 건조, 회전 공기 건조를 포함하지만, 이들로 제한되는 것은 아닌 통상의 펄스 건조 방법은 모두 벌크 고점조도 셀룰로스 필라멘트를 건조시키기 위하여 강력한 단점을 지닌다. 이들 건조 방법으로부터 제조된 건조된 CF는, 수계에 단지 부분적으로 재분산성인 도 2 내지 도 3에 도시된 바와 같은 CF 클럼프를 형성한다. 따라서, 통상의 건조 접근법을 이용하여 건조된 셀룰로스 필라멘트의 강화 파워는 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트의 것보다 훨씬 더 낮다.
- [0042] 건조 셀룰로스 필라멘트 재료는 많은 잠재적인 응용분야에서 요구된다. Hua 등의 방법(미국 특허 출원 제 20130017394호)으로부터 제조된 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트와 비교해서, 건조 셀룰로스 필라멘트는 더 긴 저장 수명 및 더 낮은 수송 비용을 갖는다.
- [0043] 도 4는 본 발명의 방법의 일 실시형태의 공정 유체 다이어그램을 예시한다. 셀룰로스 필라멘트(20)는 Hua 등의 방법에 따라서 제조된다. 온수(21) 및 기계식 교반은 일반적으로 셀룰로스 필라멘트의 현탁액(22)을 만드는데 요구된다.
- [0044] 일반적으로 천연 섬유 또는 펄프인 캐리어(30)는 또한 건조 또는 현탁된 형태로 제공된다. 일반적으로 캐리어 현탁액(32)이 제조된다. 셀룰로스 필라멘트 현탁액(22)과 캐리어 현탁액(32)이 혼합된다. 습식 셀룰로스 필라멘

트/캐리어 현탁액(42)은 이어서 당해 현탁액으로부터 일부 물(54)이 제거되면서 농후화된다. 농후화된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 펄프(52)는 플러핑된다(60). 플러핑된 셀룰로스 필라멘트/캐리어(62)는 이어서 임의의 통상의 펄프 건조기에서 건조되고(70), 이에 따라서 건조된 셀룰로스 필라멘트/캐리어 제품(72)을 생성한다.

- [0045] 기재된 본 개시내용에서, 천연 섬유에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성 피브릴화된, 셀룰로스 필라멘트가 제조되고 화학적 첨가제가 없으며 유도체화가 없다.
- [0046] 놀랍게도, 개시된 방법으로부터 제조된 캐리어 펄프 내의 건조 셀룰로스 필라멘트는 온화한 기계식 교반 시 수중 이의 분산성을 상실하지 않는 것이 발견되었는데, 이는 셀룰로스 필라멘트의 액체 분산액 중의 천연 섬유가 건조 공정 동안 셀룰로스 필라멘트들 간에 비가역적 수소 결합(각질화)의 형성을 억제하기 때문이다.
- [0047] 또한 예기치 않게, 개시된 방법으로부터 제조된 건조된 셀룰로스 필라멘트는 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트와 유사하고, CF가 적용되는 가구, 복합 재료, 또는 기타 재료의 초지 시에 있어서 그들의 우수한 강화 능력을 상실하지 않는다.
- [0048] 본 방법으로부터 제조된 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트는 소정량의 천연 섬유를 함유한다. 임의의 유형의 천연 섬유, 예컨대, 목재 및 식물 섬유는, 건조 공정 동안 셀룰로스 필라멘트들 간에 비가역적 수소 결합의 형성을 억제하는데 이용될 수 있다. 셀룰로스 필라멘트 대 천연 섬유의 비는 1/99 내지 99/1의 범위, 바람직하게는 약 1/99 내지 약 50/50의 범위, 가장 바람직하게는 약 10/90 내지 약 30/70의 범위였다. 캐리어 천연 섬유 중의 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트에는 다른 첨가제가 없다.
- [0049] 본 명세서에서 이용되는 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트는 약 200 $\mu$ m 내지 약 2mm의 평균 길이, 30nm 내지 약 500nm의 평균 폭 및 약 200 내지 약 5000의 평균 애스펙트비를 갖고, 그리고 미국 특허 출원 제 20130017394호에서와 같이 표백된 연목재 크라프트 펄프와 같은 목재 또는 식물 섬유의 다회-통과, 고점조도 리파이닝에 의해 제조된다. 여기서 CF는 종래 기술에 기재된 다른 방법을 이용해서 마이크로피브릴화된 셀룰로스(MFC) 또는 나노피브릴화된 셀룰로스(NFC)와 같은 다른 셀룰로스 피브릴과는 구조적으로 매우 상이하다. 예를 들어, 셀룰로스 필라멘트의 길이 및 애스펙트비는 종래 기술(미국 특허 제8,372,320 B2호, 미국 특허 제4,378,381호)에 기재된 다른 방법을 이용해서 제조된 MFC 및 NFC의 것들보다 훨씬 더 높다. 피브릴화된 셀룰로스 재료의 제조에서 기계적 수단을 이용해서 제조된 다른 피브릴화된 셀룰로스 재료와 같은 셀룰로스 필라멘트는 하나의 단일 치수값을 가진 균질한 재료가 아니지만 치수값의 분포를 포함하는 것이 이해된다.
- [0050] 본 명세서에 기재된 일 양상에 따르면, 건조 셀룰로스 필라멘트는 종이 제품, 복합 재료, 시멘트, 도료 및 코팅제의 강화를 위한 등과 같은 많은 응용 분야에서 사용되도록 수용액/현탁액에 용이하게 재분산될 수 있다.
- [0051] 본 명세서에 기재된 또 다른 양상에 따르면, 셀룰로스 필라멘트들 간의 비가역적 수소 결합을 억제하는데 사용되는 천연 섬유는 화학적 및 기계적 펄프화 방법과 같은 공지의 방법에 의해 제조된 모든 목재 및 식물 섬유를 포함한다.
- [0052] 본 명세서에 기재된 또 다른 양상에 따르면, 화학적 첨가제가 없고 그리고 유도체화가 없는 건조 셀룰로스 필라멘트가 제조된다.
- [0053] 본 명세서에 기재된 일 실시형태에 따르면, 건조 재분산성 셀룰로스 필라멘트(CF)/캐리어 혼합된 제품을 제조하는 방법이 제공되되, 여기서 CF는 CF가 적용되는 가구, 복합 재료 또는 기타 재료의 초지 시에 있어서 수중 분산성, 따라서 우수한 강화 능력을 유지한다.
- [0054] 방법은 (i) 보다 낮은 점조도에서 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트를 분분시키는 단계, (ii) 소정량의 천연 펄프 섬유를 분산시키고, 분산된 펄프 섬유를 분산된 셀룰로스 필라멘트 현탁액과 혼합하거나, 또는 건조 천연 섬유를 분산된 셀룰로스 필라멘트 현탁액에 첨가하고, 그리고 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물을 더욱 분산시키는 단계, (iii) 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 슬러리의 혼합물을 약 20 내지 50%의 점조도로 프레스/농후화시키는 단계, (iv) 소정량의 농후화된 셀룰로스 필라멘트 및 천연 섬유 혼합물을 플러핑하는 단계, (v) 소정량의 플러프 셀룰로스 필라멘트 및 천연 섬유 혼합물을 건조시키는 단계를 포함한다.
- [0055] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되되, 여기서 셀룰로스 필라멘트 대 천연 섬유의 비가 1/99 내지 99/1의 범위, 바람직하게는 약 1/99 내지 약 50/50의 범위, 가장 바람직하게는 약 10/90 내지 약 30/70의 범위이다.
- [0056] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되되, 해당 방법은 소정량의 플러프 셀룰로스 필라멘트 및 천연 섬유 혼합물을 임의의 상업적 펄프 건조 공정으로, 바람직하게는 플래시 건조기, 분무 건조기 또는

증기 건조기에 의해, 가장 바람직하게는 플래시 건조기에 의해 건조시키는 단계를 더 포함한다.

- [0057] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 건조 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유 혼합물 중의 건조된 셀룰로스 필라멘트는, 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물 중의 건조 셀룰로스 필라멘트의 비에 따라서, 실험실 및 상업적 규모 분산, 펄프화 및/또는 리파이닝 장비, 예컨대, 실험실 브리티시 분쇄기(British disintegrator), 나선형 펄퍼, 하이드로펄퍼, 파워릿 및 공업적 펄퍼, 리파이닝에 의해 수성 현탁액 중에 용이하게 재분산될 수 있다.
- [0058] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 건조 전 및 후에 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 재분산된 혼합물로 제조된 핸드시트가 제조된다.
- [0059] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물 중의 건조 셀룰로스 필라멘트는 약한 펄프를 위한 강화제로서 사용되었다.
- [0060] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 건조 전 및 후에 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 재분산된 혼합물뿐만 아니라 다른 약한 펄프로 제조된 핸드시트가 제조되었다.
- [0061] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 제조된 핸드시트의 물리적 강도가, 건조 전 후 둘 다에서 측정되어 비교되었다.
- [0062] 다른 실시형태에 따르면, 본 명세서에 기재된 방법이 제공되며, 여기서 그 결과는 건조 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물 중의 건조 셀룰로스 필라멘트의 강화 파워가 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트와 견줄 만한 것을 나타낸다.
- [0063] 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 천연 섬유에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트는 CF 재료의 수송, 저장 또는 후속의 이용을 위하여 이점을 갖는다.
- [0064] 또 다른 양상에 따르면, 본 명세서에 기재된 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 건조 및 수 재분산성 혼합물은, 수성 매질에서 재분산 시에, 복합재를 제조하고 포장하고 기타 응용분야를 위하여 셀룰로스 섬유 제품, 예컨대, 종이, 티슈 및 판지를 보강하기 위한 첨가제로서 이용된다. 이들은 또한 수성 매질에서 재분산 시에, 다른 소비자 자 또는 공업적 제품을 보강하기 위한 첨가제로서 사용될 수 있다.
- [0065] 달리 표시되지 않는 한, 이것 및 기타 부문에서 기재된 정의 및 실시형태는, 당업자가 이해하는 바와 같이 적합하게 되는 본 명세서에 기재된 본 개시내용의 모든 실시형태 및 양상에 적용 가능하도록 의도된다.
- [0066] 본 개시내용에서 사용되는 바와 같이, 단수 형태는 문맥이 명확하게 다르게 기술하지 않는 한 복수의 지시 대상을 포함한다.
- [0067] "추가" 또는 "제2" 성분을 포함하는 실시형태에서, 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 제2 성분은 다른 성분 또는 제1 성분과는 상이하다. "제3" 성분은 다른, 제1, 및 제2 성분과는 상이하며, 그리고 추가로 나열되거나, "추가" 성분이 마찬가지로 상이하다.
- [0068] 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 "약" 및 "대략"과 같은 정도의 용어는 최종 결과가 상당히 변화되지 않도록 하는 수정된 용어의 합리적인 양의 편차를 의미한다. 이러한 정도의 용어는, 이 편차가 단어의 의미를 수정시키는 것을 무시한다면 수정된 용어의 적어도  $\pm 5\%$  또는 적어도  $\pm 10\%$ 의 편차를 포함하는 것으로 해석되어야 한다.
- [0069] 본 명세서에서 이용되는 바와 같은 용어 "셀룰로스 필라멘트" 또는 "CF" 등은, 높은 에스펙트비, 예를 들어, 적어도 약 200의 평균 에스펙트비, 예를 들어, 약 200 내지 약 5000의 평균 에스펙트비, 나노미터 범위의 평균 폭, 예를 들어, 약 30nm 내지 약 500nm의 평균 폭 및 마이크로미터 범위 또는 이상의 평균 길이, 예를 들어, 약 10 $\mu$ m 초과인 평균 길이, 예를 들어 약 200 $\mu$ m 내지 약 2mm의 평균 길이를 가진 셀룰로스 섬유로부터 얻어진 필라멘트를 지칭한다. 이러한 셀룰로스 필라멘트는, 예를 들어, 기계적 수단만을 이용하는 방법, 예를 들어, 미국 특허 출원 제2013/0017394호에 개시된 방법으로부터 얻어질 수 있다. 예를 들어, 이러한 방법은, 적어도 약 20 중량%의 고체 농도(또는 점조도)에서 작동되는 통상의 고점조도 리파이너를 이용해서 화학적 첨가제가 없을 수 있고 유도체가 없을 수 있는 셀룰로스 필라멘트를 제조한다. 이들 강력한 셀룰로스 필라멘트는, 예를 들어, 적절한 혼합 조건 하에, 수성 매체 중에서 재분산성이다. 예를 들어, 셀룰로스 필라멘트가 얻어지는 셀룰로스 섬유는 노던 표백된 연목재 크라프트(Northern Bleached Softwood Kraft: NBSK)와 같은 크라프트 섬유일 수 있지만, 이것으로 제한되지 않고, 기타 종류의 적합한 섬유가 또한 적용 가능하며, 이의 선택은 당업자에 의해 이루어질 수 있다.

- [0070] "결코-건조되지 않은" CF는, 셀룰로스 필라멘트가 결코 건조되지 않았고 Hua 등의 방법(미국 특허 출원 제 20130017394호)으로 목재 또는 식물 섬유로부터 이의 제조 후 최대 60중량%까지의 고체인 채로 습윤 단계에서 유지된 것으로 정의되고, 단, 적절한 처리에 의해 건식 재분산 셀룰로스 필라멘트로 될 수 있음에 주목한다.
- [0071] 용어 "캐리어"는 일반적으로 천연형인 섬유, 그리고 바람직한 실시형태에서는 펄프 섬유를 지칭한다. 펄프는 목재 또는 다른 식물로부터 유래될 수 있고, 그리고 기계적 펄프, 예컨대, CTMP, TMP 또는 BCTMP 또는 화학적 펄프, 예컨대, NBSK일 수 있다.
- [0072] 용어 "물리적으로 부착된"은 재분산성 셀룰로스 필라멘트와 캐리어 간의 결합과 관련하여 본 명세서에서 이용된다.
- [0073] 용어 "가역적으로 일체화된"은, 온화한 교반을 포함하는, 셀룰로스 필라멘트와 캐리어 간의 "물리적 부착" 또는 "일체화"로서 본 명세서에서 정의된다.
- [0074] 본 명세서에서 기재된 필라멘트와 관련하여 본 명세서에서 정의된 바와 같은 용어 "건조"는 고체가 70중량% 이상이거나 수분 함량이 30중량% 이하인 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물의 고체 함량을 지칭한다. 특히 바람직한 실시형태에서, 셀룰로스 필라멘트와 천연 섬유의 혼합물의 고체 함량은 80중량% 이상의 고체이거나, 또는 수분 함량이 20중량% 이하이다.
- [0075] 본 명세서에서 정의된 바와 같은 용어 "수 재분산성"은 주위 또는 상승된 온도에서 수성 매질 중에서 기계식 교반 시 안정적인 수 분산액을 형성하는 건조된 셀룰로스 필라멘트의 능력을 지칭한다.
- [0076] 표현 "와 유사한 강화 파워 및/또는 강도 특성"은, 본 명세서에서 기재된 CF의 상기 강화 파워 및/또는 강도 특성의 85% 이상이 동일량의 결코-건조되지 않은 CF와 비교할 때 종이에서 얻어지는 것을 나타내는 비교 표현인 것으로 본 명세서에서 정의된다.
- [0077] 용어 "첨가제 없는"은, 각질화를 저감시키기 위하여 첨가제로 처리되지 않은 CF를 기재하기 위하여 본 명세서에서 이용된다. 다른 셀룰로스 피브릴과 사용되는 첨가제는 수크로스, 글리세린, 에틸렌 글리콜, 텍스트린, 카복시메틸 셀룰로스 또는 전분(미국 특허 제4481076호)을 포함한다.
- [0078] 용어 "점조도"는 물과 식물 섬유 또는 셀룰로스 필라멘트(CF)의 혼합물에서 식물 섬유 또는 셀룰로스 필라멘트(CF)의 중량 백분율로서 본 명세서에서 정의된다.
- [0079] 용어 "기준 중량"은 펄프 섬유의 시트 및 상기 시트의 제곱미터(m<sup>2</sup>)당 CF의 그램(g) 단위의 중량으로서 본 명세서에서 정의된다.
- [0080] 오븐-건조된(od) 기준인 중량은 물의 중량을 배제한 중량을 지칭한다. CF와 같은 습윤 재료에 대해서, 이것은 점조도로부터 계산된 재료의 물-무함유 중량이다.
- [0081] 본 방법은 이하의 일반적 절차에 의해 예시되지만 이것으로 제한되는 것은 아니다:
- [0082] 일반적 절차 A: 결코-건조되지 않은 CF의 분산
- [0083] 옵션 1 - 실험실에서의 결코-건조되지 않은 CF의 분산
- [0084] 달리 명시되지 않는 한, 결코-건조되지 않은 CF를 PAPTAC 표준 C.4 및 C.5에 기초한 표준 펄브 분쇄기를 이용해서 실험실에서 분산시켰다. 표백된 연목재 크라프트 펄프의 다회-통과, 고점조도 리파이닝으로부터 제조된 약 200 $\mu$ m 내지 약 2mm의 평균 길이, 30nm 내지 약 500nm의 평균 폭 및 약 200 내지 약 5000의 평균 에스펙트비와 20 내지 60%의 점조도를 가진 24g의 오븐-건조된(od 기준) CF를 기지의 양의 탈이온수(DI H<sub>2</sub>O)로 80 $^{\circ}$ C까지 상승된 온도에서 브리티시 분쇄기(British Disintegrator)에서 1.2% 점조도로 희석시켰다. CF 슬러리를 15분 동안 3000 rpm에서 혼합하여 분산액을 얻었고, 이것을 이어서 분쇄기로부터 제거하였다. 분산된 CF를 이어서 목적하는 점조도로 희석시켰다.
- [0085] 옵션 2 - 파일럿 펄퍼에서의 결코-건조되지 않은 CF의 분산
- [0086] 달리 명시되지 않는 한, 일반적 절차 A, 옵션 1에 기재된 최대 120kg(od 기준)까지의 CF를 파일럿 초지기인 프레스 브록 펄퍼(Press Broke Pulper)(Beloit Vertical Tri-Dyne Pulper, 모델 번호 5201, 일련 번호 BC-1100) 또는 건조-목적 펄퍼(Dry-end Pulper)에서 기지의 양의 탭(tap) H<sub>2</sub>O(즉, 수돗물)로 대략 50 $^{\circ}$ C로 상승된 온도에서 3.0 내지 6.0% 점조도로 희석시켰다. CF 슬러리를 15분 동안 480 rpm에서 혼합하여 분산액을 얻었고, 이것을

펄퍼로부터 제거하여 저장 탱크에 저장하였다.

- [0087] 일반적 절차 B: 펄프 분쇄
- [0088] 옵션 1 - 실험실에서의 펄브 캐리어 분산
- [0089] 달리 명시되지 않는 한, 펄프는 PAPTAC 표준 C.4 및 C.5에 기초하여 표준 펄프 분쇄기를 이용해서 실험실에서 분산시켰다. 24g의 오븐-건조된(od 기준) 펄프를 분쇄 전에 먼저 적어도 4시간의 기간 동안 물에 담그고 나서 기지의 양의 탈이온수(DI H<sub>2</sub>O)로 브리티시 분쇄기에서 1.2% 점조도로 희석시켰다. 펄프에 섬유 번들이 없을 때까지 분쇄기를 3000 rpm에서 기동시켰다. 통상적으로, 분쇄 시간은 25분을 초과하지 않는다.
- [0090] 분산된 펄프 캐리어 현탁액을 이어서 CF/펄프 캐리어 비에 따라서 앞서 분산된 CF 현탁액과 혼합하였다. CF/펄프 캐리어 비는 0/100, 10/90, 20/80, 30/70, 40/60, 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10, 100/0로 변화되었다.
- [0091] 옵션 2A -파일럿 펄퍼에서 펄프 캐리어 분산
- [0092] 달리 명시되지 않는 한, 최대 120kg(od 기준)까지의 펄프를 파일럿 초지기인 프레스 브룩 펄퍼(Beloit Vertical Tri-Dyne Pulper, 모델 번호 5201, 일련 번호 BC-1100) 또는 건조-목적 펄퍼에서 기지의 양의 탭 H<sub>2</sub>O로 대략 50 °C로 상승된 온도에서 4.0 내지 10.0%의 점조도로 희석시켰다. 펄프 슬러리를 480rpm에서 15분 동안 혼합하여 분산액을 얻었으며, 이것을 펄퍼로부터 제거하여 저장 탱크에서 저장하였다.
- [0093] 이어서 분산된 펄프 캐리어를 CF/펄프 비에 따라서 앞서 분산된 CF 현탁액과 혼합하였다. CF/펄프 캐리어의 비는 0/100, 10/90, 20/80, 30/70, 40/60, 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, 90/10, 100/0로 변화되었다.
- [0094] 옵션 2B에 대해서 - 기지의 양의 물을 가진 소정량의 건조-랩(dry-lap)의 펄프(CF/BCTMP 비를 기준으로 계산됨)를 파일럿 초지기인 프레스 브룩 펄퍼 또는 건조-목적 펄퍼에서 CF/펄프 비에 기초하여 재분산된 CF 현탁액에 첨가하고, 또한 펄퍼에 분산시켰다.
- [0095] 일반적 절차 C: CF/펄프 혼합물의 농후화
- [0096] 옵션 1 - 실험실에서의 CF/펄프 혼합물의 농후화
- [0097] 달리 명시되지 않는 한, CF/펄프 혼합물은 실험실 수직 펄프 프레스를 이용해서 농후화/프레스시켰다. 기지의 양의 습식 CF/펄프는 실험실 천 가방 속에 넣고 목적하는 압력에서 프레스시켰다. 여과액 부피는 프레스된 펄프 매트와 점조도를 계산하기 위하여 프레스 동안 모니터링하였다. 프레스는 일단 목적하는 점조도(30 내지 35%)가 얻어지면 중단한다.
- [0098] 옵션 2 - 파일럿-규모 스크류 프레스에서 CF/펄프 혼합물의 농후화
- [0099] 달리 명시되지 않는 한, 파일럿 플랜트 스크류 프레스는 잘 혼합된 CF/펄프 슬러리를 약 4%에서부터 약 20 내지 50%까지의 점조도로 농축시키는데 사용되었다. 농후화 공정은 높은 보수도(water retention value)의 셀룰로스 필라멘트로 인해 CF/펄프 혼합물 중의 CF의 비에 의해 고도로 영향받았다. CF/펄프 혼합물을 농후화시키기 위한 작동 조건 및 생산 비율은 각 CF/펄프비에 대해서 조정되었다. CF/펄프 혼합물의 펄프 매트는 20 내지 50%의 점조도로 스크류 프레스의 유출구로부터 얻어졌다.
- [0100] 일반적 절차 D: 건조 전에 CF/펄프 매트의 플러핑
- [0101] 달리 명시되지 않는 한, 프레스 후의 CF/펄프 혼합물의 습식 매트는, 임의의 상업적 펄프 섬유 건조기를 이용해서 건조시키기 위한 플러프 CF/펄프 혼합물을 얻기 위하여 파일럿-규모 플러퍼에 공급되었다.
- [0102] 일반적 절차 E: CF/펄프 혼합물의 건조
- [0103] 옵션 1 - 실험실에서의 CF/펄프 혼합물의 건조
- [0104] 달리 명시되지 않는 한, 플러핑된 CF/펄프 혼합물은 중간 혼합 속도에서 상부로부터 따뜻한 공기가 취입되고 핫 플레이트 상에 놓인 호바트 믹서(Hobart mixer)에서 건조시켰다. 이 건조 방법은 CF-함유 펄프의 건조 미세 입자를 생성하였고, 이것은 플래시 건조기와 같은 공업적 펄프 건조기로 제조된 건조 제품과 매우 유사하였다.
- [0105] 옵션 2 - 파일럿 플래시 건조기에서의 CF/펄프 혼합물의 건조
- [0106] 달리 명시되지 않는 한, 플러핑된 CF/펄프 혼합물은 구성이 건조 분말 제품에 적합화될 수 있는 GEA의 파일럿

플래시 건조기를 이용해서 건조시켰다. GEA 캐나다사의 자회사인 바-로빈(Barr-Rosin)의 플래시 건조기용의 기계의 표준 구성의 상세한 설명은 보고서["Drying Systems and Energy Integration" by Barr-Rosin, division of GEA Canada Inc. (May 12, 2012)]에 제시되어 있다.

- [0107] 달리 명시되지 않는 한, CF/펄프의 공급 속도는 100 kg/h이고 공급물의 수분 함량은 50 내지 75%였다. 제품 비율은 공급물 CF/펄프의 초기 수분 함량에 따라서 30 내지 40 kg/h였다. 유입구 온도는 170 내지 191°C였고, 배출 온도는 최종 수분 목표에 도달하도록 필요에 따라서 조정되었다.
- [0108] 일반적 절차 F: 천연 섬유에 의해 담지된 건조 셀룰로스 필라멘트의 재분산
- [0109] 옵션 1 - 통상의 재분산 절차
- [0110] 천연 섬유에 의해 담지된 건조 셀룰로스 필라멘트는 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트의 분산액에 대해서 일반적 절차 A를 따라서 통상적으로 분산시켰다.
- [0111] 옵션 2 - 리파이닝에 의해 천연 섬유에 의해 담지된 건조 CF의 재분산
- [0112] 높은 비의 셀룰로스 필라멘트를 함유하는 건조 CF/펄프일반적 절차 A에 의해 완전히 분산될 수 없는 경우에, 저 점조도 리파이너(Escher Wyss R1L Laboratory refiner)는 건조 CF/펄프를 분산시키는데 사용되었다. 예서 위스 R1L 라보라도리 리파이너(Escher Wyss R1L Laboratory refiner)는 조단 리파이너(Jordan refiner)에 기초하여 페루프 원추형 리파이너이다. 건조된 CF/펄프 캐리어 제품은 저 점조도 리파이닝 전에 최소 4시간 동안 담가두었다. 리파이닝 점조도는 3%였고 분산 시간은 15 내지 30초였다. 모든 리파이닝은 20 내지 23°C의 실온에서 수행되었고, 목표 특이적 에지 로드(specific edge load)(SEL, J/m)는 0.3J/m이다.
- [0113] 일반적 절차 G: HWK의 CF 강화뿐만 아니라 펄프 섬유(건조 전 및 후)에 의해 담지된 건조된 CF로부터의 핸드시트의 제조
- [0114] 달리 명시되지 않는 한, 건조-랩 형태의 견목재 크라프트 펄프(HWKP)를 먼저 탈이온수(DI수)와 배합하고 나선형 펄퍼에서 10% 점조도, 800 rpm 및 50°C에서 15분 동안 재펄프화/분쇄시켰다. 이어서, 재펄프화된 HWKP를 일반적 절차 A, 옵션 1에 따라서 제조된 CF 분산액의 샘플과 5/95(CF/HWKP)의 중량(od 기준) 비에서 또는 재분산된 건조된 CF/펄프 현탁액의 샘플과 그리고 DI H2O와 배합하여 0.33% 점조도의 슬러리를 제공하였다. 핸드시트(60g/m<sup>2</sup>)를 PAPTAC 시험법, 표준 C.4에 따라서 제조하였다. 인장, TEA 및 인열 강도는 PAPTAC 시험법, 표준 D. 34에 따라 결정되었다. 별도의 실험에서, 100% HWKP로부터 핸드시트(60g/m<sup>2</sup>)를 또한 제조하고, 이의 인장 강도, TEA 및 인열 강도를 측정하였다.
- [0115] **실시예**
- [0116] 이하의 실시예는 본 발명을 기술하고 천연 섬유에 의해 담지된 상기 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트를 제조하기 위한 방법을 수행하기 위하여 제시된다. 이들 샘플은 예시로서 취해져야 하고 제한적인 것을 의미하지 않는다.
- [0117] 실시예 1. 파일럿 규모에서 BCTMP에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트의 제조
- [0118] 통상의 펄스 건조 방법을 이용해서 건조된 셀룰로스 필라멘트는, 결코-건조되지 않은 셀룰로스 필라멘트와 비교할 때, 수계 중 단지 부분적으로 재분산성이고 따라서 이의 강화 파워를 상실한다.
- [0119] BCTMP 펄프 섬유는, 셀룰로스 필라멘트의 각질화를 방지하기 위하여 건조 공정 동안 CF 캐리어로서 사용되었으며, 이는 또한 수퍼 BCTMP 마켓 펄프를 제조할 수 있다.
- [0120] 이 목적은 상이한 비율의 CF를 함유하는 BCTMP가 통상의 펄프 플래시 건조기에 의해 건조될 수 있는지를 평가하고, 플래시 건조된 CF/BCTMP의 재분산성을 평가하며, 결코-건조되지 않은 CF에 의한 건조 CF/BCTMP 중의 CF의 성능을 비교하기 위한 것이다.
- [0121] 셀룰로스 필라멘트(CF)는 미국 특허 출원 제20130017394호에 이미 기재된 방법을 이용해서 펄프의 총 리파이닝 비에너지(total specific refining energy) 8000 내지 대략 8500 킬로와트 시간/톤(kWh/t)으로 다회-통과, 고 점조도(30 내지 35%) 리파이닝에 의해 표백된 연목재 크라프트 펄프로부터 제조된 약 200 $\mu$ m 내지 약 2mm의 평균 길이, 30nm 내지 약 500nm의 평균 폭 및 약 200 내지 약 5000의 평균 애스펙트비를 갖도록 제조되었다. 30 내지 35%의 점조도에서 제조된 CF는 결코-건조되지 않은 CF라 지칭된다.
- [0122] 결코-건조되지 않은 CF의 샘플(최대 120kg까지 od 기준)은 기재된 일반적 절차 A 내지 E, 옵션 2에 따라서 건조

CF/BCTMP를 제조하는데 사용되었다.

- [0123] 결코-건조되지 않은 CF의 샘플(24g od 기준)은 기재된 일반적 절차 A, 옵션 1에 따라서 DI수에 분산되었다. CF의 안정적인 현탁액은 분산된 결코-건조되지 않은 CF라 지칭된다.
- [0124] 플래시 건조 전에 CF/BCTMP의 샘플(24g od 기준)은 기재된 일반적 절차 A, 옵션 1에 따라서 DI수에 분산되었다. CF/BCTMP의 안정적인 현탁액은 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP라 지칭된다.
- [0125] 플래시 건조된 CF/BCTMP의 샘플(24g od 기준)은 기재된 일반적 절차 A, 옵션 1에 따라서 DI수에 분산되었다. CF/BCTMP 슬러리는 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP라 지칭된다.
- [0126] 건목재 크라프트 펄프(HWK)의 샘플(24g od 기준)은 기재된 일반적 절차 B, 옵션 1에 따라서 DI수에 분산되었다. 4%의 분산된 결코-건조되지 않은 CF, 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP 및 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP는 각각 HWK에 첨가되어 건조된 CF/BCTMP 중 CF 대 결코-건조되지 않은 CF의 강화 파워를 비교하였다.
- [0127] HWK에 대해서 강화제로서 CF를 이용할 뿐만 아니라 CF/BCTMP(건조 전 및 후)로부터의 핸드시트는 일반적 절차 G에 따라서 제조되었다. 인장 및 인열 강도뿐만 아니라 TEA 지수는 PAPTAC 시험법, 표준 D. 34에 따라서 결정되었다. 별도의 실험에서, 100% HWKP로부터의 핸드시트(60g/m<sup>2</sup>)가 또한 제조되었고, 이의 인장, TEA 및 인열 강도가 측정되었다.
- [0128] CF/BCTMP의 중량비는 0/100, 10/90, 30/70, 50/50, 70/30, 80/20, 90/10, 100/0로 변화되었다. 이들 샘플 중에서, 100% BCTMP의 건조는 약 15%의 목적하는 수분 함량을 달성하기 위하여 최저 에너지를 필요로 하였다. 건조 CF/BCTMP(90/10)에 요구되는 에너지량은 100% BCTMP를 건조시키는데 필요로 되던 것보다 약 1.4배 많았다. 도 5는 당해 도면에 나타낸 바와 같이 10/90, 30/70 및 50/50의 CF/BCTMP 비를 가진 플래시 건조된 CF/BCTMP의 사진을 나타낸다.
- [0129] 표 1은 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP(플래시 건조 전) 및 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP(플래시 건조 후)로부터 제조된 핸드시트의 인장 강도를 제시한다. 결과는, CF 비가 30%를 초과할 경우, 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP의 인장 강도가 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP의 것과 유사한 것을 나타낸다. 다른 한편, CF 비가 30%를 초과할 경우, 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP의 인장 강도는 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP의 것보다 훨씬 더 낮았다. 분산된 결코-건조되지 않은 것과 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP 간의 인장 강도의 차이는 CF 비가 증가함에 따라서 증가하였다. 또한, 비분산성 CF 번들은 CF 비가 70% 이상인 경우 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP에서 관찰되었다. CF 비가 너무 높은(70% 초과인) 경우, 건조 동안 셀룰로스 필라멘트들 간의 비가역적 수소 결합의 형성을 억제하기에 충분한 섬유가 있지 않았고, 이는 CF 번들의 형성을 초래한다.

**표 1**

[0130]

분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP 및 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP로 제조된 핸드시트의 인장 강도.		
CF/BCTMP	인장 강도(N.m/g)	
	분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP	재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP
0/100	16.1	17.9
10/90	38.1	36.8
30/70	57.9	53.8
50/50	77.0	67.6
70/30	86.7	71.1
80/20	101.5	73.6
90/10	106.3	51.7

- [0131] 표 2는 10/90 및 30/70의 CF/BCTMP 비에서의 분산된 결코-건조되지 않은 CF, 분산된 결코-건조되지 않은 CF/BCTMP(플래시 건조 전) 및 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP(플래시 건조 후)에 의해 보장된 HWK로 제조된 핸드시트의 인장 및 인열 강도를 나열한다. 비교 목적을 위하여, CF 비는 4%에서 제어되었고, 다른 펄프 성분의 비는, 이 실시예에서 이용된 CF/BCTMP의 상이한 비로 인해, 표에 나타낸 바와 같이 변화되었다. 그 결과는, CF 비가 30%를 초과할 경우, 분산된 결코-건조되지 않은 CF에 의해 또는 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP에 의해 보장된 핸드시트의 인장 및 인열 강도가 매우 유사하다는 것을 나타낸다. 따라서, 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP 중 CF의 강화 파워는 분산된 결코-건조되지 않은 CF의 것과 유사하였다.

표 2

[0132]

10/90 및 30/70의 CF/BCTMP 비에서 분산된 결코-건조되지 않은 CF 및 재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP(플래시 건조 후)에 의해 보강된 HWK로 제조된 핸드시트의 인장 및 인열 강도.

핸드시트	인장 지수(N.m/g)		인열 지수(mN.m <sup>2</sup> /g)	
	분산된 결코-건조되지 않은 CF	재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP	분산된 결코-건조되지 않은 CF	재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP
4% CF 36% BCTMP 60% HWKP	30.3	30.9	6.7	7.4
4% CF 9.3% BCTMP 86.7% HWKP	34.2	34.0	8.4	8.1

[0133]

재슬러시화된 건조된 CF/BCTMP(90/10) 및 CF/BCTMP(100/0)가 비분산성 CF 번들을 함유한 것이 관찰되었다. 따라서, 건조된 CF/BCTMP(90/10) 및 CF/BCTMP(100/0)는 또한 기재된 일반적 절차 F, 옵션 2에 따라서, 각각 CF/BCTMP(90/10)에 대해서 120kWh/t 그리고 CF/BCTMP(100/0)에 대해서 200kWh/t에서 저점조도 리파이닝을 이용해서 리파이닝되었다. 플래시-건조된 CF/BCTMP, 저점조도 리파이닝 판 및 리파이닝 후의 CF/BCTMP가 도 6에 도시되어 있다.

[0134]

100% HWK, 95% HWK + 5% 분산된 결코-건조되지 않은 CF, 및 95% HWK + 5% 리파이닝된 건조된 CF(CF/BCTMP: 90/10 및 100/0)로 제조된 핸드시트의 TEA 및 인열 강도는 표 3에 제시되어 있다. 그 결과는, (CF/BCTMP(90/10)에 대해서 120 kWh/t 그리고 CF/BCTMP(100/0)에 대해서 200 kWh/t의 비에너지(specific energy)에서 재분산된) 5% 리파이닝된 건조된 CF에 의해 보강된 핸드시트의 TEA 및 인열 강도가 분산된 결코-건조되지 않은 CF에 의해 보강된 것과 유사한 것을 나타내었다. 따라서, 저점조도 리파이닝은 건조된 CF 또는 CF/BCTMP를 재분산시킬 수 있다.

표 3

[0135]

100% HWK, 95% HWK + 5% 분산된 결코-건조되지 않은 CF, 및 95% HWK + 건조된 CF/BCTMP 중 5% 리파이닝된 건조된 CF로 제조된 핸드시트의 TEA 및 인열 강도.

샘플	TEA 강도(mJ/g)	인열 강도(mNm <sup>2</sup> /g)
HWK	351.2	7.2
HWK + 5% 분산된 결코-건조되지 않은 CF	740.7	8.1
HWK + CF/BCTMP(90/10)로부터의 5% 리파이닝된 건조된 CF	766.0	7.9
HWK + CF/BCTMP(100/0)로부터의 5% 리파이닝된 건조된 CF	809.0	8.3

[0136]

실시에 2. 파일럿 규모에서 NBSK에 의해 담지된 건조 및 수 재분산성 셀룰로스 필라멘트의 제조

[0137]

NBSK 펄프 섬유는 셀룰로스 필라멘트의 각질화를 방지하기 위하여 건조 공정 동안 CF 캐리어로서 사용되었으며, 이는 또한 우수한 NBSK 마켓 펄프를 생성할 수 있다.

[0138]

이 목적은 상이한 비율의 CF를 함유하는 NBSK가 통상의 펄프 플래시 건조기에 의해 건조될 수 있는지를 평가하고, 플래시 건조된 CF/NBSK의 재분산성을 평가하고 그리고 건조 CF/NBSK 중의 CF의 성능을 결코-건조되지 않은 CF와 비교하기 위함이었다.

[0139]

이 실시예에 대해서 사용된 셀룰로스 필라멘트 및 건조 CF/NBSK를 제조하는 절차는 실시예 1에서와 같다.

[0140]

표 4는 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK(플래시 건조 전) 및 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK(플래시 건조 후)로 제조된 핸드시트의 인장 강도를 나타낸다. 그 결과는, CF 비가 30%를 초과할 경우, 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK의 인장 강도가 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK의 것과 유사한 것을 나타낸다. 다른 한편, CF 비가 30%를 초과할 경우, 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK의 인장 강도는 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK의 것보다 훨씬 더 낮았다. 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK와 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK 간의 인장 강도의 차이는 CF 비의 증가에 따라서 증가하였다. 또한, 비-분산성 CF 번들은, 도 7에 도시된 바와 같이, CF 비가 70% 이상인 경우 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK에서 관찰되었다. 도 7a 및 도 7b는 각각, 평활한 표면을 가진, 100% NBSK 및 50% CF/50% NBSK로 제조된 핸드시트를 예시한다. 도 7c는 핸드시트의 표면으로부터 돌출된 작은 결절처럼 보이

는 가시적인 CF 번들을 포함하는 덜 평활한 표면을 지닌 70% CF/30% NBSK를 이용한 핸드시트를 예시한다.

표 4

[0141]

분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK 및 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK로 제조된 핸드시트의 인장 강도.		
CF/NBSK	인장 강도(N.m/g)	
	분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK	재슬러시화된 건조된 CF/NBSK
0/100	30.71	29.34
10/90	47.36	44.80
30/70	71.30	60.34
50/50	79.78	71.23
70/30	91.25	76.11
80/20	102.00	78.66
90/10	110.87	81.93

[0142]

표 5는 각각 100% HWK, 10/90 및 30/70의 CF/NBSK 비에서 NBSK에 의해 또는 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK에 의해 보장된 HWK로 제조된 핸드시트의 인장 및 인열 강도를 나열한다. 그 결과는 건조된 CF/BCTMP 중 NBSK 또는 건조 CF에 의해 보장된 핸드시트의 인장 및 인열 강도가 CF 비에 따라서 증가된 것을 나타낸다.

표 5

[0143]

100% HWK, 25% NBSK에 의해 강화된 HWK 또는 10% 및 30%의 CF 비에서의 25% 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK로 제조된 핸드시트의 인장 및 인열 강도.		
핸드시트 유형	인장 지수(N.m/g)	인열 지수(mJ/g)
HWK 100%	14.28	1.66
HWK/NBSK 75/25	16.57	5.65
HWK/건조된 CF-NBSK 75/25(CF/NBSK: 10/90)	18.51	6.65
HWK/건조된 CF-NBSK 75/25(CF/NBSK: 30-70)	25.28	7.30

[0144]

통상의 분산 절차로 비분산성 CF 번들을 함유하는 플래시 건조된 CF/NBSK(90/10)는 기재된 일반적 절차 F, 옵션 2에 따라서 200kWh/t에서 저점조도 리파이너를 이용해서 재분산되었다.

[0145]

통상의 재분산 절차에 의한 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK, 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK 및 리파이닝된 건조된 CF/NBSK로 제조된 핸드시트의 TEA 및 인열 강도는 표 6에 제시되어 있다. 그 결과는 핸드시트의 인장 및 TEA 강도가 미분산된 CF 번들로 인해 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK(통상의 재분산 절차에 의해 재슬러시화됨)에 대해서 25%만큼 감소된 것을 나타내었다. 약 200 kWh/t의 리파이닝 비에너지에서 저점조도 리파이너를 이용하는 리파이닝은 건조된 CF/NBSK(90/10)를 완전히 재분산시켰으며, 따라서 핸드시트의 인장 및 TEA 강도를 분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK(90/10)와 동일한 수준으로 증가시켰다.

표 6

[0146]

분산된 결코-건조되지 않은 CF/NBSK(90/10), 통상의 재분산 절차에 의한 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK(90/10) 및 리파이닝된 건조된 CF/NBSK(90/10)로 제조된 핸드시트의 인장 및 TEA 강도.		
샘플	인장 강도(N.m/g)	TEA 강도(mJ/g)
분산된 결코 건조되지 않은 CF/NBSK(90/10)	110.9	4097
재슬러시화된 건조된 CF/NBSK(90/10)	81.9	2911
리파이닝된 건조된 CF/NBSK(90/10)	110.8	3896

[0147]

실시예 3. 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK와 건조된 CF와 건조된 NBSK의 혼합물과의 비교

[0148]

본 실시예는 플래시-건조된 CF/NBSK의 성능을 플래시-건조된 CF와 플래시-건조된 NBSK의 혼합물과 비교한다. 셀룰로스 필라멘트는 이 실시예에 대해서 사용되었고 실시예 1에서의 건조 CF/NBSK, 건조 CF 및 건조 NBSK의 제조

절차를 사용하였다.

[0149] 표 7은 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK(플래시 건조 후)로 그리고 건조된 CF와 건조된 NBSK의 혼합물로 제조된 핸드시트의 인장 강도를 제시한다. 그 결과는 재슬러시화된 건조된 CF/NBSK의 인장 강도가 건조된 CF와 건조된 NBSK의 혼합물의 것보다 훨씬 더 높은 것을 나타낸다. 도 8은, 다량의 비분산성 CF 번들을 포함하는 매우 거친 표면을 가진, 건조된 CF(30%)와 건조된 NBSK(70%)의 혼합물로 제조된 핸드시트를 예시한다.

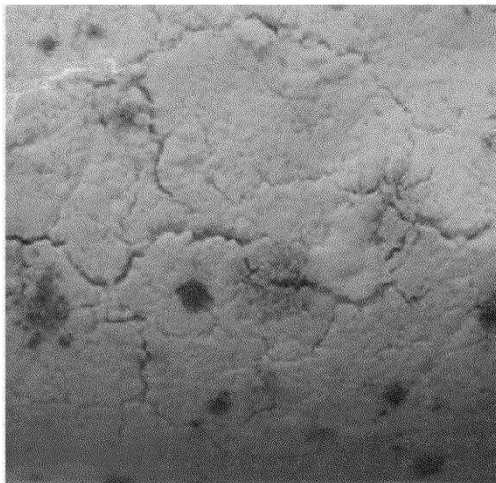
표 7

[0150]

재슬러시화된 건조된 CF/NBSK로 그리고 건조된 CF와 건조된 NBSK의 혼합물로 제조된 핸드시트의 인장 강도.		
CF/NBSK	인장 강도(N.m/g)	
	재슬러시화된 건조된 CF/NBSK	건조된 CF와 건조된 NBSK의 재슬러시화된 혼합물
10/90	44.80	11.68
30/70	60.34	10.22

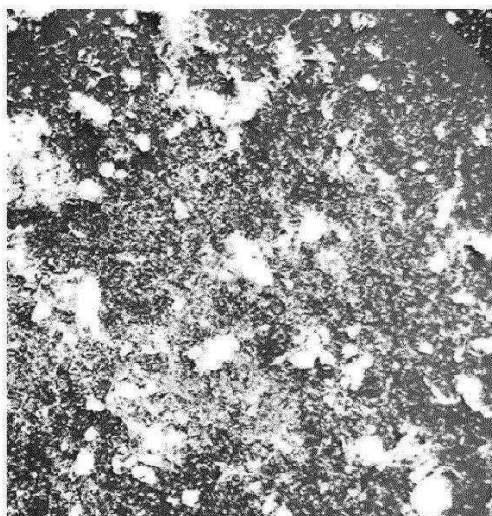
도면

도면1



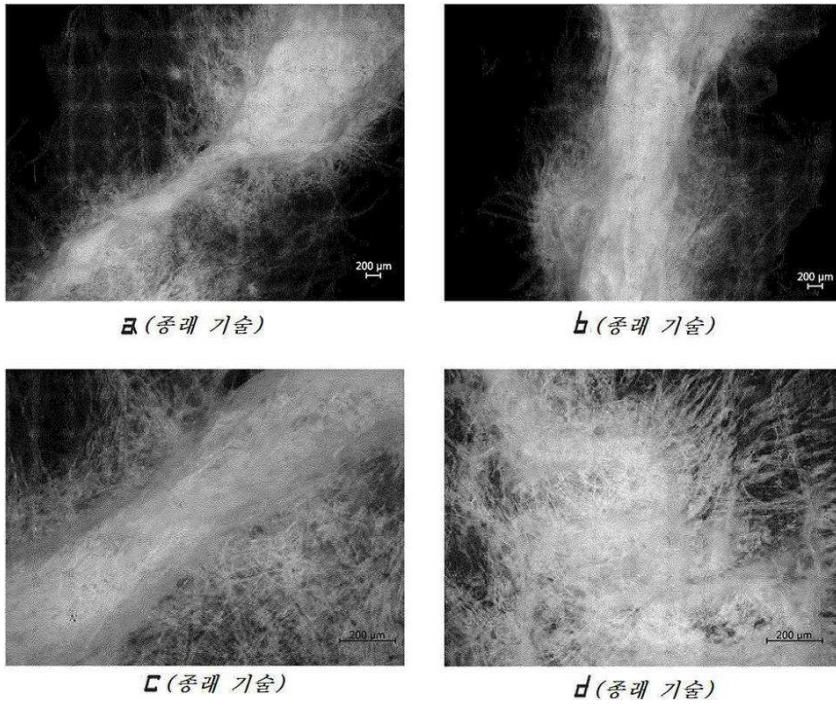
(종래 기술)

도면2

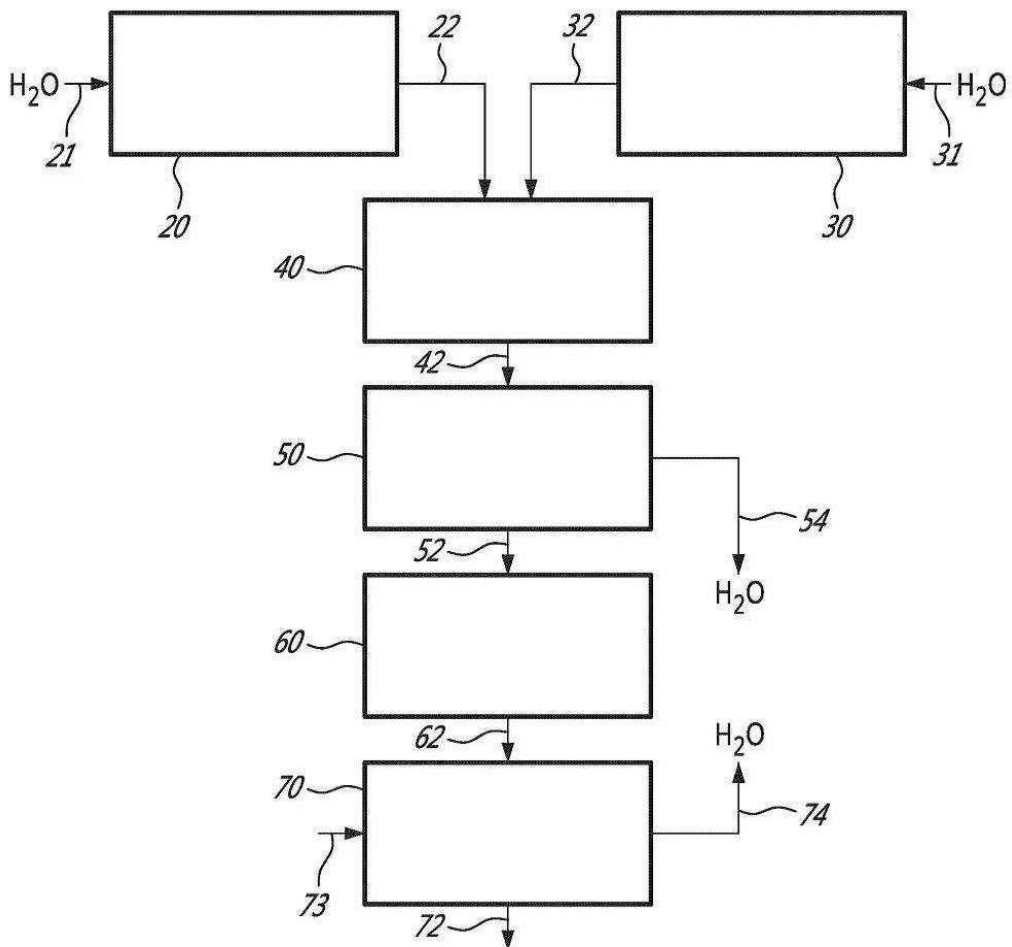


(종래 기술)

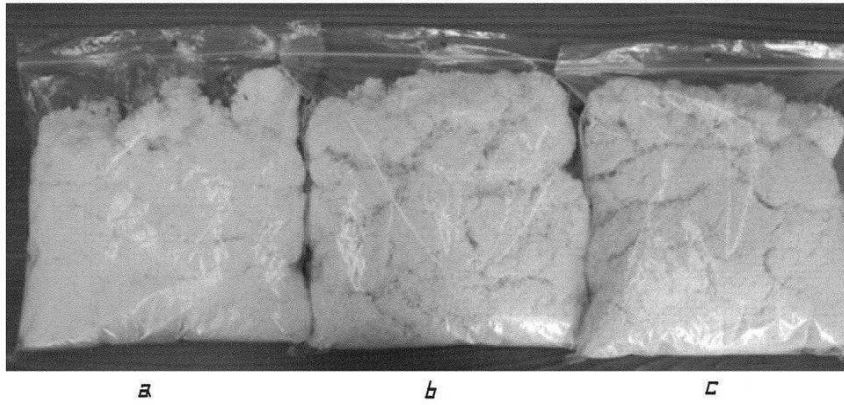
도면3



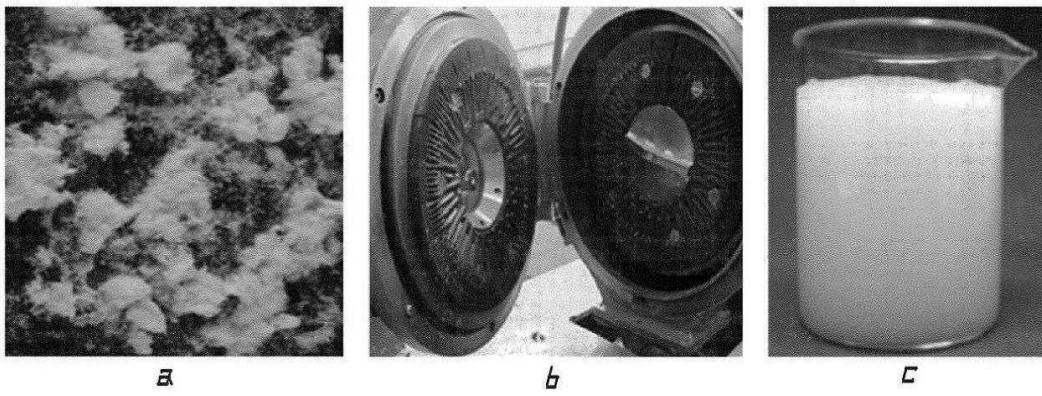
도면4



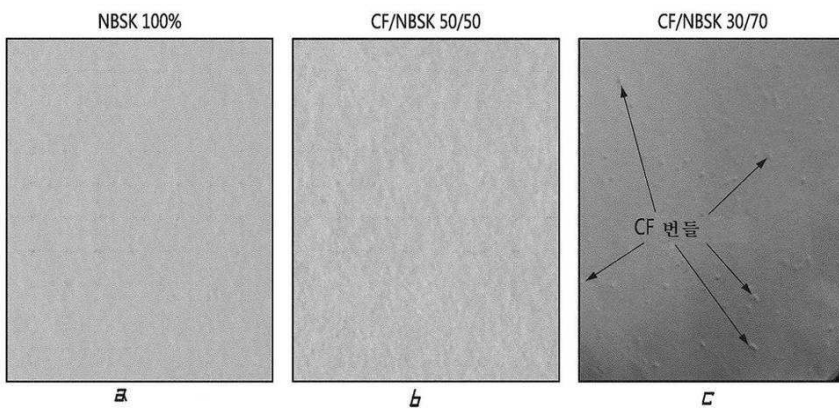
도면5



도면6



도면7



도면8

