

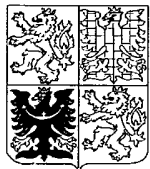
PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

1999 - 4464

(19)
ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **09.06.1998**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **12.06.1997 29.05.1998**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **1997/049457 1998/087037**

(33) Země priority: **US US**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **17.05.2000**
(Věstník č. 5/2000)

(86) PCT číslo: **PCT/US98/11943**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO98/56981**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl. ⁷:

D 21 C 9/00

D 21 H 11/20

(71) Přihlašovatel:

THE PROCTER & GAMBLE COMPANY,
Cincinnati, OH, US;

pevnost v tahu za sucha vláknité struktury vyrobené
z odpovídajících nemodifikovaných vláken.

(72) Původce:

Seger Geoffrey Eugene, Cincinnati, OH, US;
Mackey Larry Neil, Fairfield, OH, US;
Trokhan Paul Dennis, Hamilton, OH, US;

(74) Zástupce:

PATENTSERVIS PRAHA a.s., Jivenská 1, Praha 4,
140 00;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Modifikovaná celulósová vlákna a vláknité
pásky papíru obsahující tato vlákna**

(57) Anotace:

Modifikovaná celulósová vlákna, která mají podstatně menší ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulósových vláken. Vlákna se sníženou pevností v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek mohou poskytnout vláknité struktury, které mají zlepšenou jakost papíru na omak ve srovnání s vlákny vyrobenými z nemodifikovaných vláken. Tato modifikovaná vlákna konkrétně poskytují vláknité struktury se zvýšenou ohebností, která je vnímána jako zvýšená měkkost. Snížené pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek je s výhodou dosaženo reakcí vláken s jedním nebo více celusovými enzymy a jednou nebo více látkami odstraňujícími vazby. Vlákniťá struktura, která nemá hustotu větší než 0,4 g/cm³, kde vláknitá struktura obsahuje modifikovaná celulósová vlákna s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, který je alespoň o 15 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulósových vláken a kde vláknitá struktura má ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha, který je alespoň o 30 % menší, než ohybový modul na jednotkovou

Modifikovaná celulózová vlákna a vláknité pásy papíru obsahující tato vlákna

Oblast techniky

Předložený vynález se vztahuje k vláknitým strukturám využitelným pro výrobky na jedno použití, jako jsou papírové ručníky, papíry na stírání obličejových krémů, tenký toaletní papír a podobně. Tyto vláknité struktury poskytují zvýšenou jakost papíru na omak/měkkost, bez toho, aby byla obětována pevnost v tahu za mokra/sucha. Tato přihláška nárokuje přínos předběžné přihlášky patentu USA číslo 60/049 457, zaprotokolované 12. června 1997.

Dosavadní stav techniky

Celulózové vláknité struktury, jako je papír, jsou v oboru dobře známy. Tyto vláknité struktury se dnes běžně používají pro papírové ručníky, tenký toaletní papír, papíry na stírání obličejových krémů a podobně. Aby tyto vláknité struktury vyhověly požadavkům zákazníka, musejí udržet v rovnováze několik konkurujících si vlivů. Vláknitá struktura musí například mít dostatečnou pevnost v tahu, aby bylo zabráněno trhání nebo rozvlákňování vláknité struktury během normálního použití nebo když jsou použity relativně malé tažné síly. Celulózová vláknitá struktura musí také absorbovat, takže kapaliny mohou být rychle absorbovány a plně zadrženy celulózovou vláknitou strukturou. Celulózová vláknitá struktura by také měla vykazovat dostatečnou měkkost, aby byla na dotyk příjemná a během použití nepůsobila drsně. Naproti těmto konkurujícím si požadavkům musí být vláknitá struktura ekonomicky přijatelná, aby ji bylo možno vyrobit a prodat se ziskem a přitom aby si ji ještě spotřebitel mohl dovolit.

Pevnost v tahu, jedna ze zmíněných vlastností v předešlém textu, je schopnost vláknité struktury udržet si během použití fyzickou celistvost. Jak diskutuje D.H. Page, v práci A Theory for the Tensile Strength of Paper, TAPPI, svazek 52(4), strany 674 až 682 (1969), pevnost v tahu je určována dvěma primárními faktory: pevností vlákna v tahu při nulové vzdálenosti svorek a vazbami mezi vlákny (ovlivněnými např. pevností vlákna ve stříhu, relativní vázanou plochou, délkou vlákna, plochou příčného řezu vlákna a průměrným obvodem příčného řezu vlákna). U tenkých papírových a ručníkových výrobků a podobně jsou pevnosti vláken v tahu při nulové vzdálenosti svorek obecně řádově alespoň 10krát větší, než celková pevnost archu v tahu. Toto na druhou stranu indikuje, že faktory, které ovlivňují vazby mezi vlákny (to je mezivláknité



vazby), regulují pevnost pásu papíru v tahu a že pevnost vlákna při nulové vzdálenosti svorek (to jest vnitřní pevnost vlákna) může být snížena bez nepříznivého ovlivnění celkové pevnosti výrobku.

Měkkost je schopnost vláknité struktury dodat zvláště žádaný hmatový vjem na kůži uživatele. Obecně je měkkost nepřímo úměrná schopnosti vláknité struktury odolávat deformaci v kolmém směru na plochu struktury. Měkkost je ovlivněna objemovou hmotností, povrchovou vzhledovou strukturou (krepovou četností, velikostí různých partií a hladkostí), koeficientem smykového-povrchového tření a deformační pevností nebo splývavostí (také odkazovanou jako jakost na omak). Jedna nebo více z těchto vlastností může být ovlivněna ohebností vlákna, morfologií vlákna, hustotou vazeb, volnou délkou vlákna a podobně.

Není překvapující, že značné úsilí bylo vynaloženo na zvýšení pevnosti vláknitých substrátů v tahu (za mokra a/nebo za sucha), kteréžto úsilí se odráží v patentové literatuře. Příklady předchozích děl v oboru pro zvýšení pevnosti v tahu jsou přidávání chemických zpevňovacích činidel na mokré a suché cestě, pojících vláken jako jsou dvousložková vlákna, latexová pojidla a podobně. Podobně bylo vynaloženo značné úsilí k získání substrátů se zvýšenou jakostí na omak nebo měkkostí. Příklady zahrnují přidání chemických změkčovadel, činidla modifikujícího povrch, činidel odstraňujících vazby a podobně. Další příklady zahrnují mechanické opracování, jako krepování, působení Clupak®, Micrex®, mikrosmršťování na mokré cestě a podobně.

Obecně je přijímáno, že pevnost vláknitého substrátu (typicky měřená jako pevnost v tahu za mokra a/nebo za sucha) a měkkost substrátu jsou navzájem závislé, alespoň do určitého stupně. To znamená, že výsledkem snah namířených ke zvýšení měkkosti substrátu je typicky snížení pevnosti substrátu. Skutečně mnoho předchozích pokusů o zlepšení měkkosti substrátu bylo směřováno k modifikování (snížení počtu) vazeb mezi vlákny pomocí chemických a/nebo mechanických zpracování, jako je krepování. I když je dosaženo zvýšení měkkosti, snížení počtu vazeb mezi vlákny vede ke snížení pevnosti substrátu v tahu a zvýšené tvorbě vláknitého prachu výrobku. Stále tak existuje neustálá potřeba prostředků, které tlumí vztah mezi měkkostí a pevností substrátu. Konkrétně existuje potřeba vláknitých výrobků se zvýšenou jakostí na omak, bez obětování pevnosti pásu papíru.

Proto je předmětem předloženého vynálezu poskytnout vláknité pásy papíru, které obsahují vlákna na bázi celulózy a které vykazují zvýšenou měkkost, bez do určitého stupně negativního ovlivnění pevnosti. Toho je dosaženo přípravou pásů papíru s použitím



modifikovaných celulóзовých vláken, která mají sníženou pevnost v tahu při nulové vzdálenosti svorek (to jest sníženou vnitřní pevnost vlákna), v protikladu ke snížení úrovně vázání mezi vlákny (to jest mezivláknité pevnosti) pásu papíru. Konkrétněji přihlašovatelé objevili, že měřitelné snížení pevnosti vláken v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek typicky poskytuje vláknitou strukturu, která vykazuje zvýšenou ohebnost (měřenou jako snížení ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha). Zatímco snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek ne vždy poskytne zvýšení ohebnosti struktury, toto snížení je nezbytné pro získání ohebnějších struktur podle předloženého vynálezu.

Dalším předmětem předloženého vynálezu je poskytnout výše popsaná modifikovaná celulóзова vlákna, stejně jako způsob získávání modifikovaných celulóзовých vláken.

Podstata vynálezu

Předložený vynález se v jednom aspektu vztahuje k modifikovaným celulóзовým vláknům, která mají takový ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, který je o alespoň 35 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (také zde dále odkazovaného jako DZST) pro odpovídající nemodifikovaná celulóзова vlákna.

V jiném aspektu se vynález vztahuje k vláknité struktuře, která nemá hustotu větší, než $0,4 \text{ g/cm}^3$, kde vláknitá struktura obsahuje taková modifikovaná celulóзова vlákna s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, který je o alespoň 15 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek u odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken a kde vláknitá struktura má ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha, který je o alespoň 30 % menší, než ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha vláknité struktury vyrobené z odpovídajících nemodifikovaných vláken. Modifikovaná vlákna, která tvoří tuto vláknitou strukturu, jsou-li vytvářována do zkušebních archů sestávajících pouze z těchto nemodifikovaných vláken, budou mít s výhodou ukazatel pevnosti v tahu za sucha (také zde dále odkazovaný jako DT), který je alespoň tak velký, jako ukazatel pevnosti v tahu za sucha zkušebního archu vyrobeného z odpovídajících nemodifikovaných vláken.

Termíny ukazatel pevnosti v tahu za sucha, ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek a ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha a způsoby



stanovování těchto parametrů jsou detailně popsány níže. V krátkosti odpovídá ukazatel pevnosti vláknitého pásu papíru v tahu za sucha pevnosti kompozitního materiálu. Naproti tomu ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, ačkoliv je měřen na vláknitém substrátu, je srovnávacím měřítkem vnitřní pevnosti jednotlivých vláken, která vytvářejí tento suchý pás papíru. Ačkoliv pevnost v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek je obecně považována za měřítko vnitřní pevnosti vlákna, přihlašovatelé jsou přesvědčeni, že hodnota pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek lépe předpovídá relativní ohebnost vlákna a pásu papíru, a proto i měkkost substrátu vytvořeného z těchto vláken. Ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha je měřítkem tuhosti na jednotkovou tloušťku a pevnost v tahu dotýčné vláknité struktury.

Jak je výše diskutováno, předchozí pokusy o zvýšení měkkosti pásu papíru vedly typicky ke snížené pevnosti pásu papíru v tahu, a to v důsledku sníženého počtu vazeb mezi vlákny. Naproti tomu vláknité struktury předloženého vynálezu zahrnují vlákna, která jsou vnitřně dostatečně slabá, aby poskytla ohebnost a měkkost, když jsou zpracována do suchých pásů papíru, ale podrží si takovou úroveň vázání mezi vlákny, aby byla získána stejná nebo větší celková pevnost pásu papíru v tahu.

V dalším aspektu se předložený vynález vztahuje ke způsobu výroby modifikovaných celulóзовých vláken, ke způsobu zahrnujícímu kombinování jednoho nebo více celulasových enzymů a celulóзовých vláken a ponechání této sestavy reagovat po dostatečnou dobu, aby se snížila pevnost vláken v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 15 % ve srovnání s pevností v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných vláken. V jednom zvýhodněném provedení se při zpracování modifikovaných vláken použije činidlo odstraňující vazby nebo chemické změkčovadlo.

I. Definice

Termín "ukazatel pevnosti v tahu za sucha", jak se zde používá, znamená pevnost vláknité struktury v tahu, jak je měřen podle TAPPI standardů T220 om-88 a T494 om-88 při použití elektronického zkušebního přístroje popsaného v testových způsobech, dělená plošnou hmotností vzorku (hmotnost vzorku na jednotkovou plochu).

Termín "ukazatel pevnosti v tahu při nulové vzdálenosti svorek", jak se zde používá, znamená pevnost v tahu jednotlivých suchých vláken, která tvoří vláknitou strukturu, jak je měřen při použití kombinovaného elektronického/na stlačený vzduch testovacího přístroje



popsaného v oddílu testových způsobů, dělená plošnou hmotností vzorku (hmotnost vzorku na jednotkovou plochu). Zatímco měření ukazatele pevnosti v tahu při nulové vzdálenosti svorek používá jako testový vzorek vláknitý substrát, je výsledný ukazatel pevnosti v tahu chápán jako relativní měřítko vnitřní pevnosti vlákna. Toho je dosaženo zajištěním v podstatě nulové mezery mezi čelistmi zkušebního přístroje, ve srovnání s mezerou 4 palců při testu pevnosti v tahu za sucha.

Termín "ukazatel pevnosti v tahu za mokra", jak se zde používá, má význam vnitřní pevnosti mokrých vláken, která tvoří vláknitou strukturu, jak je měřen při použití kombinovaného elektronického/na stlačený vzduch testovacího přístroje, jak je popsáno v oddílu testových způsobů.

Termín "poměr ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha", jak se zde používá, se vztahuje k tuhosti vláknité struktury na jednotkovou pevnost v tahu, jak je popsáno v oddílu testových způsobů.

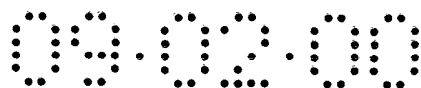
Měření ukazatele pevnosti v tahu za sucha a mokra při nulové vzdálenosti svorek, stejně jako ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha, se provedou s nízkohustotními zkušebními archovými strukturami vyrobenými v souladu s popisem, definovaným dále v oddílu testových způsobů.

Termín "modifikovaná vlákna", jak se zde používá, má význam vláken, která byla modifikována podle předloženého vynálezu tak, že ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek je snížen o uvedená procenta (např. o alespoň 15 %, o alespoň 35 % atd.) ve vztahu k výchozím vláknům. Termín "nemodifikovaná vlákna", jak se zde používá, se vztahuje k vláknům, na která mohlo být působeno jedním nebo více procesy běžně praktikovanými v průmyslu, jako rozvlákňováním, bělením, rafinací, frotováním a podobně, ale která nebyla modifikována podle návodů předložené specifikace.

Termín "měkké dřevo", jak se zde používá, má význam dřeva pocházejícího z jehličnatých stromů.

II. Modifikovaná vlákna a vláknité struktury

V jednom aspektu se předložený vynález vztahuje k modifikovaným celulóзовým vláknům, která mají ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek alespoň o 35 % menší, s výhodou o alespoň 40 % menší, ještě výhodněji o alespoň 45 % menší, ještě výhodněji o alespoň 50 % menší, ještě výhodněji o alespoň 55 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za



sucha při nulové vzdálenosti svorek u odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken. Ukazatel DZST nemodifikovaných vláken bude typicky o 35 až 65 % menší, než DZST odpovídajících nemodifikovaných vláken. V jiném aspektu se vynález vztahuje k modifikovaným celulóзовým vláknům majícím ukazatel pevnosti v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek (také dále odkazovaného jako WZST), který je o alespoň 70 % menší, s výhodou o alespoň 75 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken. V ještě jiném aspektu se vynález vztahuje k modifikovaným celulóзовým vláknům, která mají poměr ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek k ukazateli pevnosti v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek 1,5 až 3, typicky 1,7 až 3, typičtěji 2 až 3. V ještě jiném aspektu se předložený vynález vztahuje k vláknité struktuře, která nemá hustotu větší než $0,4 \text{ g/cm}^3$, s výhodou $0,04 \text{ až } 0,4 \text{ g/cm}^3$, výhodněji $0,05 \text{ až } 0,3 \text{ g/cm}^3$, kde vláknitá struktura obsahuje modifikovaná celulóзовá vlákna s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, který je o alespoň 15 % nižší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek pro odpovídající nemodifikovaná vlákna a kde vláknitá struktura má ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha, který je o alespoň 30 %, s výhodou o alespoň 35 %, výhodněji o alespoň 40 % menší, než ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha pro vláknitou strukturu vyrobenou z odpovídajících nemodifikovaných vláken. Pro účely předloženého vynálezu se hustota měří na suché vláknité struktuře a počítá se jako na vzduchu vysušená plošná hmotnost struktury dělená silou nebo tloušťkou struktury. Plošná hmotnost a tloušťka na vzduchu vysušené struktury se měří v klimatizované místnosti, kde je teplota $73^\circ\text{F} \pm 4^\circ\text{F}$ ($22,8^\circ\text{C} \pm 2,2^\circ\text{C}$) a relativní vlhkost je $50\% \pm 10\%$. Tloušťka struktury se měří podle TAPPI testové metody T 411 om-89, s tou modifikací, že testové rameno posuvného měřítka vyvíjí tlak 0,2 psi (psi = libra na čtverečný palec). Vláknitá struktura s výhodou obsahuje modifikovaná celulóзовá vlákna, která mají ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, který je o alespoň 20 % menší, výhodněji o alespoň 25 % menší, ještě výhodněji o alespoň 30 % menší, ještě výhodněji o alespoň 35 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek pro odpovídající nemodifikovaná celulóзовá vlákna.

Rozumí se, že zde popsaná rozmezí hustoty se vztahují k hustotě vláknité struktury v její konečné podobě (to jest v to zahrnující jakákoliv pojidla, zpevňovací činidla, aditiva, změkčovadla, činidlo modifikující povrch, činidla odstraňující vazby a podobně, stejně jako mechanická opracování jako krepování za mokra a za sucha, mikrosmršťování za mokra a za



sucha a podobně). Naproti tomu měření ukazatele pevnosti v tahu při nulové vzdálenosti svorek, ukazatele pevnosti v tahu za sucha a ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha se všechny dělají s nízkohustotními zkušebními archy obsahujícími pouze vlákna (modifikovaná nebo nemodifikovaná), jak je níže popsáno v oddílu testových metod.

Pokud jde o vláknité struktury, tyto struktury budou s výhodou obsahovat modifikovaná vlákna, která, když jsou zformována do zkušebního archu obsahujícího pouze vlákna (to jest bez aditiv, atd.), mají takový ukazatel pevnosti v tahu za sucha (také zde dále odkazovaný jako DT), který je alespoň stejně velký jako ukazatel pevnosti v tahu za sucha pro zkušební arch vyrobený z odpovídajících nemodifikovaných vláken. Termín "alespoň stejně velký", jak se zde používá, má ten význam, že zkušební arch obsahující modifikovaná vlákna má ukazatel pevnosti v tahu za sucha, který je alespoň 90 % z ukazatele pevnosti v tahu za sucha podobného (ve smyslu hustoty, plošné hmotnosti, atd.) zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných vláken. Výhodnější dokonce je, kde zkušební arch vytvořený z modifikovaných vláken má ukazatel pevnosti v tahu za sucha, který je větší, než pro zkušební arch vyrobený z odpovídajících nemodifikovaných vláken, například o alespoň 5 %, výhodněji o alespoň 15 % větší ve smyslu ukazatele pevnosti v tahu za sucha.

Přihlašovatelé objevili, že měřitelné snížení pevnosti vláken v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek typicky poskytuje vláknitou strukturu, která vykazuje zlepšenou ohebnost (měřenou jako snížení ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha) a měkkost. Zatímco snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek neposkytuje vždy zlepšení ohebnosti struktury, podle předloženého vynálezu je k dosažení ohebnějších struktur toto snížení nutné. Přihlašovatelé konkrétně objevili, že enzymatické působení na vlákna poskytuje morfologie vlákna, která mají za následek zvýšenou ohebnost. Bez vázání se na teorii se tato zvýšená ohebnost vlákna považuje za související se sníženými hodnotami pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek. Navíc protože schopnost modifikovaných vláken vázat se jedno k druhému nebyla významně snížena, pevnost v tahu u pásů papíru vytvořených z těchto vláken není v očekávané míře nepříznivě ovlivněna. Přihlašovatelé skutečně zjistili, že pevnost pásu papíru v tahu se ve vztahu k pásům papíru vytvořeným z odpovídajících nemodifikovaných vláken může ve skutečnosti zvýšit. Kromě výše diskutovaných vlastností pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek a ohybového modulu tak ve zvýhodněném provedení předloženého vynálezu budou mít vláknité substráty vyrobené z těchto nemodifikovaných vláken stejný nebo



větší ukazatel pevnosti v tahu za sucha než ukazatel pevnosti v tahu za sucha u pásu papíru vyrobeného z odpovídajících nemodifikovaných vláken.

A. Vlákná pro modifikaci

Pro vynález jsou použitelná vlákna různého přírodního původu, pokud reagují na enzymatické působení. Lze použít vyvařená celulózová vlákna z měkkého dřeva (pocházejícího z jehličnatých stromů), z tvrdého dřeva (pocházejícího ze stromů s každoročně opadávajícím listím), z bavlny nebo z bavlněného lntu. Jako surový materiál lze ve vynálezu použít vlákna z kavyly přepevného, řepných řízků, konopí, lnu a jiných dřevnatých a celulózových zdrojů celulózového vlákna. Nejlepší zdroj výchozích vláken bude záviset na konkrétním předpokládaném koncovém použití. Obecně se použije dřevná buničina. Zde výhodná dřevná buničina zahrnuje jak sulfitovou, tak sulfátovou buničinu, stejně jako buničiny zpracované mechanicky, tepelně-mechanicky a chemicko-tepelně-mechanicky, které pocházejí z přírodních nebo recyklovaných zdrojů vláken, přičemž všechny jsou dobře známy odborníkům v oboru výroby papíru. Zvýhodněné dřevné buničiny zahrnují chemickou buničinu jako je sulfátová buničina ze severních, jižních a tropických měkkých dřev (to jest sulfátovou), sulfátová buničina ze severních, jižních a tropických tvrdých dřev, v to zahrnujíc blahovičník (jako je Eucalyptus grandis, Eucalyptus saligna, Eucalyptus urophilia, Eucalyptus globulus), sulfitové buničiny (v to zahrnujíc ze severních, jižních a tropických tvrdých dřev a měkkých dřev) a podobně. Použitelná jsou zcela vybělená, částečně vybělená a nebělená vlákna. Často může být žádáno použít vybělenou buničinu pro její vynikající jasnost a přitažlivost pro spotřebitele. Vhodná vlákna pro předložený vynález jsou také vlákna pocházející z recyklovaného papíru, který může obsahovat jakoukoliv nebo všechny látky z výše uvedených skupin, stejně jako další nevláknité látky jako jsou plnidla a lepicí prostředky usnadňující výrobu originálního papíru.

Papírové výrobky vzniklé z modifikovaných vláken předloženého vynálezu mohou také obsahovat necelulózové vláknité materiály, například skleněná vlákna a syntetická polymerní vlákna. Zde použitelná syntetická polymerní vlákna zahrnují polyolefiny, zvláště polyethyleny, polypropylen a kopolymery mající alespoň jednu olefinickou složku. Jako vláknité polymerní materiály mohou být vhodné také jiné materiály jako polyester, nylony, jejich kopolymery a kombinace kterýchkoliv z předcházejících vláken. Lze použít směsi kterýchkoliv z předcházejících vláken.



B. Enzymy

Při čtení specifikace přihlašovatelů je zjevné, že k provedení předloženého vynálezu lze použít jakéhokoli ze známých celulasových enzymů a/nebo přípravků celulasových enzymů (které mohou obsahovat jiné enzymy, jako jsou hemicelulasy, pektinasy, amylasy atd.). Podle předloženého vynálezu může být kromě celulas nebo v kombinaci s nimi použito i několika známých endoglukanas a exoglukanas. Enzymy by měly být aktivní a stabilní za podmínek zvláště pH a teploty, které převažují během procesů zpracování buničiny. Reprezentativní příklady vhodných enzymů jsou ty, které pocházejí z mikroorganismů uvedených v seznamu v tabulce A a tabulce B.

Tabulka A: Příklady hub, které produkují celulasy

Agaricus bisporus

Ascoboulus furfuraceus

Aspergillus aculeatus, *A. fumigatus*, *A. niger*, *A. phoenicis*, *A. terreus* a *A. wentii*

Botryodiplodia theobromae

Chaetomium cellulolyticum, *C. globosum* a *C. thermophile*

Chrysosporium lignorum

Cladosporium cladosporioides

Coriolus versicolor

Dichomitus squalens

Eupenicillium javanicum

Fomes famentarium

Fusarium moniliforme, *F. solani* a *Fusarium spp.*

Humicola grisea a *H. insolens*

Hypocapra merdaria

Irpex lacteus

Lenzites trabea

Mycellophthora thermophila

Myriococcum albomyces

Myrothecium verrucaria

Neocallimastix frontalis

Neurospora crassa

09.02.00

Paecilomyces fusisporus a *P. variotly*
Papulaspora thermophila
Pellicularia filamentosa
Penicillium chrysogenum, *P. citrioviride*, *P. funicolosum*, *P. notatum*, *P. pinophilum*, *P. variabile*
a *P. verruculosum*
Pestalotiopsis versicolor
Phanerochaete chrysosporium
Phialophora malorum
Phoma hibernica
Physarum polycephalum
Pleurotus ostreatus a *P. sajor-eaju*
Podospora decipiens
Polyporus schweinitzii a *P. versicolor*
Poria placenta
Poronia punctata
Pyricularia oryzae
Saccobolus truncatus
Schizophyllum commune
Sclerotinia libertiana
Sclerotium rolfsii
Scytalidium lignicola
Sordaria fimicola
Sporotrichum pulverulentum a *S. thermophile*
Stereum sanguinolentum
Talaromyces emersonii
Thermoascus aurantiacus
Thrausiotheca clavata
Torula thermophile
Trichoderma koningii, *T. pseudokoningii* a *T. reesei*
Trichurus spiralis
Verticillium albo-atrum
Volvarella volvacea

Tabulka B: Příklady bakterií¹, které produkují celulasu

Cellulomonas flavigena, *C. biazotea*, *C. cellasea*, *C. fimi*, *C. gelida*, *C. curtae*, *C. uda* a *C. turbata*

Bacillus brevis, *B. firmus*, *B. lichenformis*, *B. pumilus*, *B. subtilis*, *B. polymyxa* a *B. cereus*

Serratia marcescens

'*Pseudomonas fluorescens* var. *cellulosa*'

'*Cellvibrio viridus*, *C. flavescens*, *C. ochraceus*, *C. fulvus*, *C. vulgaris* a *C. gilvus*'

Cytophaga hutchinsonii, *C. aurantiaca*, *C. rubra*, *C. tenuissima*, *C. winogradskii* a *C.*

krzemienlewskoe

Herpetosiphon geysericolus

Sporocytophaga myxococcoides

Streptomyces flavogriseus

'*Thermoactinomyces* sp.'

Thermomonospora curvata

¹ Bakterie mezi čárkami nejsou právoplatně klasifikovány.

Houby a bakterie uvedené v seznamu výše jsou uvedeny pouze jako příklady. V současné době jsou považovány mikroorganismy kmenů *Humicola* (např. *H. insolens*) a *Trichoderma* (např. *T. reesii*) za zvláště vhodné pro výrobu zde výhodných enzymů, ale rámec předloženého vynálezu není omezen na použití vyjmenovaných mikroorganismů. Je velmi pravděpodobné, že již existují jiné, enzymy produkující mikroorganismy, které jsou vhodné pro předložený vynález nebo že budou vyvinuty při použití mutací a selekci nebo metod genetického inženýrství. Je také pravděpodobné, že pomocí genetického inženýrství mohou být dále zvýšeny schopnosti existujícího mikroorganismu produkovat enzym.

Zde užitečný zvýhodněný celulasový enzym je Celluclast®, enzym prodáváný firmou Enzyme Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Bagsvaerd, Dánsko. Celluclast® pochází z houby *Trichoderma reesii*. Celluclast® 1.5 L je kapalný celulasový přípravek s aktivitou 1500 NCU/g. Aktivita je určena na bázi Celulasových Jednotek firmy Novo (nebo NCU). Jedna NCU je množství enzymu, které rozloží karboxymethylcelulosu na redukující cukry s redukční silou odpovídající 1×10^{-6} mol glukosy za minutu při standardních podmínkách



40 °C, pH 4,8 a reakční době 20 minut. Detailnější popis měření aktivity je rozepsán v analytické metodě číslo AF 187.2 firmy Novo Nordisk (k dispozici od firmy Novo Nordisk).

Jiným zvýhodněným, zde užitečným celulasovým přípravkem je Celluzyme®, který je prodáván firmou Enzyme Process Division, Bioindustrial Group, Novo Nordisk A/S, Bagsvaerd, Dánsko. Celluzyme® 0.7T je granulovaný celulasový přípravek, který má enzymovou aktivitu přibližně 700 CEVU/g a pochází z *Humicola insolens*. Aktivita je určena na základě Celulasových Viskozitních Jednotek (CEVU) podle konkrétních podmínek rozepsaných v publikaci světového patentu č. WO 91/17243, publikovaného 14. listopadu 1991, autor Rasmussen et al (jehož popis je zde zahrnut v odkaze) a analytické metodě č. AF 253 firmy Novo Nordisk (k dispozici od firmy Novo Nordisk).

Ještě jiným zvýhodněným, zde užitečným celulasovým přípravkem je Pergolase®, který je prodáván firmou Ciba, Greensboro, NC. Používaný přípravek Pergolase® A40 je kapalný celulasový přípravek, který má obsah aktivní bílkoviny přibližně 140 g/l, jak je změřen Lowreyho metodou a pochází z *Trichoderma reesei*. Pergolase® A40 je směsí endo- a exocelulas, xylanas a mannanas.

Ještě jinou zvýhodněnou celulasou zvolenou z ekonomických důvodů je výrobek prodáváný pod obchodní značkou Carezyme® firmou Novo Nordisk A/S. Carezyme® 5.0 L je kapalný celulasový přípravek, který má aktivitu enzymu přibližně 5000 CEVU/g. Aktivita je určena na základě Celulasových Viskozitních Jednotek (CEVU) podle konkrétních podmínek rozepsaných v publikaci světového patentu č. WO 91/17243, publikovaného 14. listopadu 1991, autor Rasmussen et al a analytické metodě č. AF 253 firmy Novo Nordisk. Carezyme® se primárně skládá z třídy 45 endoglukanasy, EG V (~43 000 kDa molekulová hmotnost) nebo jejich homologů pocházejících z *Humicola insolens*, jak je popsáno ve WO 91/17243. Varianty třídy 45 endoglukanasy nalézané v Carezyme® jsou také popsány v publikaci světového patentu č. WO 94/07998, publikovaného 14. dubna 1994, autor M. Schulein et al (jehož popis je zde zahrnut v odkaze) a o nichž se předpokládá, že jsou užitečné v modifikování vláken podle předloženého vynálezu. Enzym "třídy 45", jak se zde používá, je enzymem popsáným v publikaci Henrissat B. et al, *Biochem. J.* 293, strany 781 až 788 (1993), jehož popis je zde zahrnut v odkaze.

Obecně je známo, že endoglukanasa z přípravku Carezyme® neštěpí vysoce krystalickou celulózu, ale štěpí amorfni celulózu především na cellobiosu, cellotriosu a cellotetrosu.



Celluclast®, Celluzyme® a Pergolase® jsou na druhé straně kombinací endo- a exoglukanas a/nebo hemicelulas. Jak je ukázáno v níže uvedených příkladech, se všemi enzymovými přípravky jsou dosahována přijatelná snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, což napovídá, že ke snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek podle předloženého vynálezu lze použít širokou škálu aktivit exo/endo působících enzymů rozkládajících celulózu.

Bude ukázáno, že přidavek enzymu k vláknům může být proveden pomocí samostatného enzymového přípravku. Nebo lze přímo zkombinovat mikroorganismy, které obsahují nebo produkují celulasu nebo celulózu štěpící enzymy, přímo s vlákny určenými k modifikaci.

C. Příprava modifikovaných vláken a odpovídajících vláknitých struktur

i. Modifikovaná vlákna

Obecně se působení enzymu na vlákna pro získání modifikovaných vláken předloženého vynálezu provede přidáním enzymatického přípravku obsahujícího celulasu k vodné řídké kaši vláken a mícháním směsi po dostatečnou dobu, aby byl umožněn účinek enzymu pro modifikaci morfologie vláken. Po smíchání vláken a enzymatického přípravku se směs s výhodou, ačkoliv ne nezbytně, spojí s činidlem odstraňujícím vazby nebo chemickým změkčovadlem (zde společně odkazovanými jako činidlo odstraňující vazby), která, jak se předpokládá, zachovají modifikace v morfologii vlákna, které jsou výsledkem enzymatického působení. Pro získání vláknitých struktur majících vhodné vlastnosti pro žádaná koncová použití jako papírové ručníky, měkké papíry na stírání obličejových krémů a toaletní papíry a podobně je zvýhodněné, aby délka vlákna nebyla během modifikačního procesu významně snížena.

Zkušený odborník v oboru si je vědom, že podmínky působení na vlákno se mohou lišit v závislosti například na povaze vlákna, na které je působeno, na použitém enzymu (enzymech) a podobně. Následující popis jako takový může být podle toho modifikován v závislosti na konkrétních používaných materiálech.

Obecně se rozmělněná buničina žádaných vláken zředí vodou, aby před smísením s enzymem vznikla řídká kaše vláken. Tato řídká kaše má s výhodou koncentraci buničiny alespoň 0,5 %, výhodněji alespoň 1 %, ještě výhodněji alespoň 2 %. "Koncentrace buničiny", jak se zde používá, je hmotnost suchých vláken dělená celkovou hmotností kaše. Koncentrace buničiny z kaše nebude s výhodou větší než 40 %, aby se urychlilo smíchání enzymu a kaše. Při provádění předloženého vynálezu lze použít samozřejmě i vyšších koncentrací vláknin. Samostatný



enzymatický roztok se obecně připraví před smícháním s vlákny. Koncentrace roztoku enzymu se může značně různit a bude určena relativní aktivitou použitého enzymu, vlákny, na která se působí, stupněm požadovaného snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, době a teplotě reakce a jinými souvisejícími podmínkami.

Hodnota pH směsi kaše vláken/enzymu se, je-li to nutné, nastaví na vhodnou úroveň pro použitý enzym. Je-li to nutné, úpravu pH lze provést před, během nebo po smíchání enzymu a kaše vláken. Hodnotu pH výsledné směsi lze kontrolovat použitím různých pufrů nebo různých kyselin nebo bází. Ve zvláště zvýhodněném provedení vynálezu je při použití přípravků Carezyme® a/nebo Celluzyme® zvýhodněné pH 5 až 9. Pro jiné enzymy jako je Celluclast® a Pergolase® bylo zjištěno, že je výhodnější pH 4 až 6. Po smísení kaše vláken, enzymu a jakékoliv zvolené úpravě pH se směs ponechá reagovat, s výhodou za míchání, po dostatečnou dobu, aby se podle předloženého vynálezu snížila vnitřní pevnost vlákna. Teplota směsi je s výhodou regulována mezi 80 až 160 °F, výhodněji mezi 100 až 140 °F, ještě výhodněji mezi 120 až 140 °F. Typicky se směs ponechá reagovat po dobu alespoň 0,25 hodiny, typičtěji alespoň 0,5 hodiny, ještě typičtěji alespoň 1 hodinu. Směs typicky nereaguje déle než 4 hodiny, typičtěji ne déle než 3 hodiny.

Zkušený odborník v oboru je si opět vědom, že pro dosažení žádané modifikace vlákna mohou být vyžadovány jiné reakční podmínky, koncentrace, atd., v závislosti na zpracovávaných vláknech, použitém enzymu (enzymech), teplotě reakce, době reakce, požadovaného snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, typu použitého míchání a podobně. Určení, jak lze nastavit tyto proměnné, je opravdu věcí úrovně zkušeného odborníka v oboru.

Přihlašovatelé zjistili, že zatímco přínosné vnitřní oslabení vlákna lze měřit na mokřích vláknech po enzymatické reakci (to jest snížená pevnost v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek), jistá část snížené pevnosti vlákna se ztrácí při sušení vláken (to jest pevnost v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek). (Viz níže uvedené tabulky 1 až 9.) Avšak přidáním činidla odstraňujícího vazby k mokřím, enzymaticky modifikovaným vláknům, může být dosaženo dalšího snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek vzhledem k vláknům, na která bylo působeno pouze enzymem. Přihlašovatelé také zjistili, že přestože určitá činidla odstraňující vazby neposkytnou významné snížení DZTS vláken, poskytnou vláknitým strukturám zvýšenou ohebnost bez negativního ovlivnění pevnosti struktury v tahu za sucha. Jako takové se ve zvláště zvýhodněném provedení vynálezu po nezbytné době reakce kaše buničiny a roztoku enzymu přidá ke směsi činidlo odstraňující vazby a ponechá se reagovat za stálého míchání,



typicky alespoň 30 sekund a s výhodou alespoň 5 minut a výhodněji alespoň 30 minut až 60 minut. Bude ukázáno, že činidlo odstraňující vazby lze přidat k vláknům před nebo během smíchání s enzymem tak, aby činidlo odstraňující vazby neinterferovalo s aktivitou použitého enzymu.

V tomto zvýhodněném provedení vynálezu lze použít jakékoliv činidlo odstraňující vazby (nebo změkčovadlo) známé v oboru. Příklady výhodných činidel jsou terciární aminy a jejich deriváty, aminosy, kvartérní aminy, sloučeniny na bázi silikonu, nasycené a nenasycené mastné kyseliny a soli mastných kyselin, anhydridy alkenylsubstituovaných jantarových kyselin, alkenylsubstituované jantarové kyseliny a odpovídající alkenylsubstituované jantary, sorbitolové mono-, di- a triestery, v to zahrnujíc, ale nelimitujíc na sorbitolové estery jako je stearat, palmitat, oleat, myristat a behenat a částicová činidla odstraňující vazby jako je jíl a silikátová plnidla. Výhodná činidla odstraňující vazby jsou popsána například v US patentu č. 3 395 708 (vydaném 6. srpna 1968, Hervey et al), US patentu č. 3 554 862 (vydaném 12. ledna 1971, Hervey et al), US patentu č. 3 554 863 (vydaném 12. ledna 1971, Hervey et al), US patentu č. 3 775 220 (vydaném 28. srpna 1973, Freimark et al), US patentu č. 3 844 880 (vydaném 29. října 1974, Meisel et al), US patentu č. 3 916 058 (vydaném 28. října 1975, Vossos et al), US patentu č. 4 028 172 (vydaném 7. června 1977, Mazzarella et al), US patentu č. 4 069 159 (vydaném 17. ledna 1978, Hayek), US patentu č. 4 144 122 (vydaném 13. března 1979, Emanuelsson et al), US patentu č. 4 158 594 (vydaném 19. června 1979, Becker et al), US patentu č. 4 255 294 (vydaném 10. března 1981, Rudy et al), US patentu č. 4 314 001 (vydaném 2. února 1982), US patentu č. 4 377 543 (vydaném 22. března 1983, Strohbeen et al), US patentu č. 4 432 833 (vydaném 21. února 1984, Breese et al), US patentu č. 4 776 965 (vydaném 11. října 1988, Nuesslein et al), US patentu č. 4 795 530 (vydaném 3. ledna 1989, Soerens et al), US patentu č. 4 937 008 (vydaném 26. června 1990, Yamamura et al), US patentu č. 4 950 545 (vydaném 21. srpna 1990, Walter et al), US patentu č. 5 026 489 (vydaném 25. června 1991, Snow et al), US patentu č. 5 051 196 (vydaném 24. září 1991, Blumenkopf et al), US patentu č. 5 529 665 (vydaném 25. června 1996, Kaun et al), US patentu č. 5 552 020 (vydaném 3. září 1996, Smith et al), US patentu č. 5 558 873 (vydaném 24. září 1996, Funk et al), US patentu č. 5 580 566 (vydaném 3. prosince 1996, Syverson et al), PCT publikací s čísly WO 97/01470 (publikoval Kryzysik, 6. února 1997), WO 97/04171 (publikoval W. Schroeder et al, 6. února 1997) a WO 96/04424 (publikoval Vinson, 15. února 1996), přičemž popis každé publikace je zde zahrnut v odkazech. Pro použití zde jsou zvýhodněnými činidly odstraňujícími vazby



kationtové látky, jako jsou kvartérní amoniové sloučeniny, imidazoliniové sloučeniny a další takové sloučeniny s alifatickými, nasycenými nebo nenasycenými uhlíkovými řetězci. Uhlíkové řetězce mohou být nesubstituované nebo jeden nebo více řetězců může být substituovaných, např. hydroxylovými skupinami. Nelimitující příklady zde vhodných kvartérních amoniových činidel odstraňujících vazby zahrnují N,N,N,N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid, tetraethylamoniumbromid, lauryltrimethylamoniumchlorid a dihydrogenovaný dimethylamoniummethylsulfat z loje. Další, zde zvýhodněná činidla odstraňující vazby pro použití ke zlepšení ohebnosti vláknité struktury, jsou alkenylsubstituované deriváty jantarové kyseliny a jejich odpovídající alkenylsubstituované jantarany. Nelimitujícími příklady alkenylsubstituovaných sloučenin jantarové kyseliny jsou n-oktadecenyljantarová kyselina a n-dodecenyljantarová kyselina a jejich odpovídající jantanové soli. Iontové párování alkenylsubstituovaných jantanů s vícevaznými kovovými solemi nebo kationtovými činidly odstraňujícími vazby je zvláště výhodné pro další snížení ohybového modulu na jednotkovou pevnost vláknité struktury v tahu za sucha. Bez vázání se na teorii se předpokládá, že činidlo odstraňující vazby zachovává "poškození" vlákna, které bylo způsobeno enzymatickým atakem vlákna. Čili po tom, co enzym změnil morfologii vlákna, činidlo odstraňující vazby brání alespoň do určitého stupně "opravě" vlákna, která by jinak možná nastala při sušení. To na druhou stranu zvyšuje ohebnost výsledného vláknitého pásu papíru při udržení nebo zvýšení vázání mezi vlákny. V tomto ohledu mohou být pro prohloubení snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek a zlepšení ohebnosti užity i jiné materiály, které mají stejnou funkci. Činidlo odstraňující vazby se s výhodou přidá na hladině alespoň 0,1 %, s výhodou alespoň 0,2 %, výhodněji alespoň 0,3 % ze základu suchého vlákna. Typicky se činidlo odstraňující vazby přidá na hladině 0,1 až 6 %, typičtěji 0,2 až 3 % aktivní hmoty ze základu suchého vlákna. Uvedená procenta pro množství činidla odstraňujícího vazby jsou uvedena jako množství přidané k vláknům a ne jako množství skutečně zachycené vlákny.

Přihlašovatelé zjistili, že úroveň míchání během působení na vlákna podle předloženého vynálezu je také důležitá proměnná, která ovlivňuje stupeň snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek. Zatímco míchání není podle předloženého vynálezu nezbytně vyžadováno, obecně však míchání prohlubuje snížení pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, i při totožných ostatních podmínkách. Skutečně, jak je ukázáno v příkladu 1 a konkrétně vzorcích 1O a 1P, kde působení na kaši papíroviny s 10 až 13,3 % koncentrací provedené použitím vysoce účinného laboratorního mixéru, poskytuje vlákna s nižší pevností v

tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek než u těch, která se získají s použitím málo intenzivního míchadlového míchání (vzorek 1E) kaše o nižší koncentraci, přičemž všechny ostatní proměnné byly stejné. Vysoce účinný laboratorní mixér použitý v příkladu 1 je obecně považován za reprezentanta pro intenzity míchání odpovídající pumpám pro střední koncentrace a mixerů pro vysoká napětí ve stříhu, které se užívají v průmyslové praxi. Zkušený odborník v oboru si je vědom, že parametry ovlivňující stupeň míchání zahrnují, ale nejsou limitovány na, koncentraci směsi, rychlost míchání a velikost a geometrii reakční nádoby a míchací přístroj.

ii. Vlákenné struktury

Po působení enzymem a zvýhodněným činidlem odstraňujícím vazby se modifikovaná vlákna zformují do vláknité struktury použitím jakéhokoli ze známých způsobů pro výrobu pásu papíru. Tyto vláknité struktury mohou zahrnovat jakýkoliv běžně tvarovaný arch nebo pás, který má vhodnou plošnou hmotnost, tloušťku (sílu), absorpční vlastnosti a charakteristiky pevnosti vhodné pro zamýšlené koncové použití. Vlákenná struktura předloženého vynálezu může být obecně definována jako vázaný vláknitý výrobek, ve kterém jsou enzymaticky modifikovaná vlákna distribuována náhodně jako v určitých "suchých" nebo "mokrých" procesech nebo se stupněm orientace jako v určitých "mokrých" nebo "mykacích" procesech. Vlákna mohou být výhodně svázána navzájem pomocí polymerních pojivových pryskyřic.

Vláknité struktury předloženého vynálezu se běžně vyrobí mokrymi postupy. V těchto postupech se pás papíru vyrobí zformováním materiálu na výrobu papíru, který obsahuje částečně nebo zcela enzymem modifikovaná vlákna předloženého vynálezu, usazením tohoto materiálu na perforovaný povrch, jako je podélné síto papírenského stroje a poté odstraněním vody z materiálu, například gravitačně, sušením za sníženého tlaku a/nebo odpařením za lisování nebo bez lisování za vytvoření vláknité struktury o žádané koncentraci vlákna. V mnoha případech se papírenský stroj nastaví tak, aby se vlákna v kaši zanášky na výrobu papíru při probíhajícím odvodňování přeskupila, aby vznikly pásy papíru se zvláště žádanou pevností, omakem, objemovou hmotností, vzhledem, nasákavostí atd.

Zanáška na výrobu papíru, který se použije k tvorbě zvýhodněných vláknitých struktur v podstatě obsahuje vodnou kaši modifikovaných vláken předloženého vynálezu a může volitelně obsahovat širokou škálu chemikálií jako jsou pryskyřice zvyšující pevnost za mokra, povrchově aktivní látky, činidla kontrolující pH, změkčovadla, činidla odstraňující vazby a podobně.

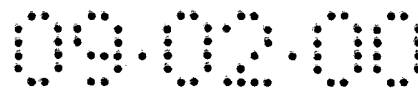


Byla vyvinuta řada způsobů výroby papíru, které užívají papírenské zařízení, které vytváří pásy papíru se zvláště užitečnými nebo žádanými prostorovými uspořádáními vláken. Tato prostorová uspořádání mohou sloužit k dodání takových charakteristik pásu papíru jako zvýšení objemové hmotnosti, nasákavosti a pevnosti. Jeden takový způsob používá při způsobu výroby papíru otiskování pletiva, které slouží k přenesení vzoru vystupujících vypouklín osnovy síta zón o jejich vysoké a nízké hustotě do výsledného pásu papíru. Způsob tohoto typu a papírenské zařízení pro provádění tohoto způsobu je detailněji popsáno v US patentu 3 301 746 (Sanford et al), vydaném 31. ledna 1967, který je zahrnut v odkazech.

Jiný způsob výroby papíru prováděný na speciálním papírenském zařízení je ten, který poskytuje pás papíru s charakteristickou, souvislou sítí oblastí tvořených množstvím vyboulenin, rozptýlených na substrátu po celé oblasti sítě. Tyto vybouleniny se tvoří stlačováním vytvářeného pásu papíru, jak vzniká během způsobu výroby papíru na perforovaném odkláněcím prvku, který má vzorovaný síťovaný povrch tvořený množstvím oddělených odkláněcích kanálků na povrchu odkláněcího prvku. Způsob tohoto typu a zařízení pro provádění tohoto způsobu je detailněji popsáno v US patentu 4 529 480 (Trokhan), vydaném 16. července 1985, US patentu 4 637 859 (Trokhan), vydaném 20. ledna 1987 a US patentu 5 073 235 (Trokhan), vydaném 17. prosince 1991, které jsou všechny zahrnuty v odkazech. Jiný typ papírenského způsobu a zařízení pro jeho provádění, které je vhodné pro vyrábění vrstvených kompozitních papírových substrátů je popsáno v US patentu 3 994 771 (Morgan et al), vydaném 30. listopadu 1976, který je zahrnut v odkazech.

Ještě další papírenský způsob, který může použít vlákna předloženého vynálezu je ten, který poskytuje pás papíru se souvislou sítí oblastí o vysoké plošné hmotnosti papíru obklopující jednotlivé oblasti s nízkou plošnou hmotností. Pásy papíru jsou tvořeny pomocí formovacího pásu se zónami o různých odporech vůči proudění, které jsou uspořádány v určitém poměru odporů vůči proudění. Obecně je plošná hmotnost určité oblasti nepřímo úměrná odporu vůči proudění odpovídající zóny formovacího pásu. Způsob tohoto typu a přístroj pro provádění takového způsobu je detailněji popsán v US patentu 5 245 025 (Trokhan et al), vydaném 14. září 1993, US patentu č. 5 503 715 (Trokhan et al), vydaném 2. dubna 1996 a US patentu č. 5 534 326 (Trokhan et al), vydaném 9. července 1996, přičemž popis každého z nich je zde zahrnut v odkazech.

Ještě jiný papírenský způsob, který může použít vlákna předloženého vynálezu je ten, který poskytuje vrstvený pás papíru mající hladký, sametový povrch. Pás papíru je tvořen



použitím relativně krátkých vláken, kde vnější povrch pásu je zpracován tak, že se přeruší vazby mezi vlákny, aby vznikly volné konce vláken, které zlepšují jakost na omak. Způsob tohoto typu je detailně popsán v US patentu č. 4 300 981 (Carstens), vydaném 17. listopadu 1981, jehož popis je zde zahrnut v odkazech.

Jiný papírenský způsob používá pletivo pro průběžné sušení, které má otiskovací kolínka vztyčená nad rovinou pletiva. Tato razidla tvoří výstupky v průběžně sušeném archu a poskytují archu natažitelnost křížem ke směru stroje. Způsob tohoto typu je popsán v evropské patentové publikaci č. 677 612A2, publikované 18. října 1995, G. Wendt et al, jejíž popis je zde zahrnut v referencích.

Zvýhodněné vláknité struktury mohou tvořit jednu ze dvou nebo více vrstev, které mohou být navzájem laminovány. Laminování a laminování prováděné v kombinaci s razícím způsobem za tvorby množství výčnělků v laminovaném výrobku je detailněji popsáno v US patentu 3 414 459 (Wells), vydaném 3. prosince 1968, který je zahrnut v referencích. Tyto papírové substráty mají s výhodou plošnou hmotnost mezi 10 až 65 g/m² a hustotu 0,6 g/cm³ nebo menší. Výhodněji bude plošná hmotnost 40 g/m² nebo menší a hustota bude 0,3 g/cm³ nebo menší. Nejvýhodněji bude hustota mezi 0,04 až 0,2 g/cm³. Pokud není uvedeno jinak, všechny hmotnosti a množství se vztahem k papírovým pásovým substrátům jsou uvedeny za sucha.

Kromě modifikovaných vláken předloženého vynálezu může zanáška na výrobu papíru, která je použita k výrobě vláknitých struktur, obsahovat jiné složky nebo materiály k němu přidané, jak je v oboru známo nebo později může být známo. Typy požadovaných aditiv budou záviset na zamýšleném konkrétním koncovém použití papírového archu. Například u výrobků jako je toaletní papír, papírové ručníky, papíry na stírání obličejových krémů, dětské utěrky a jiných podobných výrobků je žádoucí vlastností vysoká pevnost za mokra. Je proto často žádoucí přidat k zanášce na výrobu papíru chemické látky, v oboru známé jako pryskyřice zvyšující pevnost za mokra.

Obecné pojednání o typech pryskyřic zvyšujících pevnost za mokra a používaných v papírenství lze nalézt v TAPPI sérii monografií č. 29, Wet Strength in Paper and Paperboard, Technical Association of the Pulp and Paper Industry (New York, 1965). Nejvýhodnější pryskyřice zvyšující pevnost za mokra mají obecně kationický charakter. Pro vytvoření trvalé pevnosti za mokra to jsou polyamidové-epichlorhydrinové pryskyřice, o kterých bylo zjištěno, že to jsou kationtové pryskyřice zvyšující pevnost za mokra, které mají obzvláštní využitelnost. Vhodné typy těchto pryskyřic jsou popsány v US patentu č. 3 700 623 (Keim), vydaném 24. října

1972 a US patentu č. 3 772 076 (Keim), vydaném 13. listopadu 1973, které jsou oba zahrnuty v referencích. Jedním komerčním zdrojem vhodné polyamidové-epichlorhydrinové pryskyřice je firma Hercules, Inc. z Wilmingtonu, Delaware, která obchoduje tyto pryskyřice pod značkou Kymene® 557H.

O polyakrylamidových pryskyřicích bylo také zjištěno, že jsou užitečné jako pryskyřice zvyšující pevnost za mokra. Tyto pryskyřice jsou popsány v US patentech č. 3 556 932 (Coscia et al) vydaném 19. ledna 1971 a 3 556 933 (Williams et al), vydaném 19. ledna 1971, kteréžto jsou oba zahrnuty v referencích. Jedním komerčním zdrojem polyakrylamidových pryskyřic je firma American Cyanamid Co. ze Stamfordu, Connecticut, která prodává jednu takovou pryskyřici pod značkou Parex® 631 NC.

Ještě jiné, ve vodě rozpustné kationické pryskyřice, které nalézají využití jako pryskyřice zvyšující pevnost za mokra, jsou močovinoformaldehydové a melaminoformaldehydové pryskyřice. Běžnějšími funkčními skupinami těchto polyfunkčních pryskyřic jsou dusík obsahující skupiny jako aminoskupiny a hydroxymethylové skupiny vázané na dusík. Pryskyřice polyethyleniminového typu mohou také nalézt použití v předloženém vynálezu. Navíc mohou být v předloženém vynálezu použity pryskyřice zvyšující dočasnou pevnost za mokra jako jsou Caldas 10 (vyráběný firmou Japan Carlit), CoBond 1000 (vyráběný firmou National Starch and Chemical Company) a Parex 750 (vyráběný firmou American Cyanamid Co.). Je jasné, že přidání chemických sloučenin, jako jsou výše diskutované pryskyřice zvyšující pevnost za mokra a pryskyřice zvyšující dočasnou pevnost za mokra, k zanašce buničiny je volitelné a není nutné pro provedení předloženého vynálezu.

Navíc k aditivům zvyšujícím pevnost za mokra může být žádoucí zahrnout do vláken tvořících papír v oboru známá určitá aditiva pro zvýšení pevnosti za sucha a kontrolu pouštění vlasu. V tomto ohledu byla jako obzvláště vhodná nalezena škrobová pojiva. Navíc pro snížení pouštění vlasu vláknité struktury malá množství škrobových pojiv také přinášejí mírná zlepšení pevnosti v tahu za sucha, bez vnesení tuhosti, která může být výsledkem přidání velkých množství škrobu. Typicky je škrobové pojivo obsaženo v takovém množství, které se udržuje na hladině 0,01 až 2 hmotn. %, s výhodou 0,1 až 1 hmotn. % z papírového substrátu.

Obecně jsou vhodná škrobová pojiva pro tyto vláknité struktury charakterizována rozpustností ve vodě a hydrofilitou. Ačkoliv není záměrem omezovat škálu vhodných škrobových pojiv, reprezentativní škrobové materiály zahrnují kukuřičný škrob a bramborový škrob, s voskovitým kukuřičným škrobem průmyslově známým jako škrob amioca, který je zvláště

zvýhodněný. Škrob amioca se liší od běžného kukuřičného škrobu v tom, že je zcela tvořen amylopektinem, kdežto běžný kukuřičný škrob obsahuje jak amylopektin, tak amylosu. Různé jedinečné vlastnosti škrobu amioca jsou dále popsány v publikaci Amioca - The Starch From Waxy Corn, H. H. Schopmeyer, Food Industries, prosinec 1945, strany 106 až 108 (strany svazku 1476 až 1478).

Škrobové pojivo může být v granulované nebo dispersní formě, přičemž granulovaná forma je zvláště zvýhodněná. Škrobové pojivo se s výhodou dostatečně povaří, aby bylo indukováno bobtnání granulí. Výhodněji jsou škrobové granule vařením nabobtnány do bodu těsně předcházejícího rozpad škrobové granule. Tyto vysoce nabobtnané škrobové granule budou odkazovány jako "plně uvařené". Podmínky pro dispergování se mohou obecně lišit v závislosti na velikosti škrobových granulí, stupni krystalinity granulí a množství přítomné amylosy. Plně uvařený škrob amioca může být například připraven zahříváním vodné kaše se 4% koncentrací škrobových granulí při 190 °F (asi 88 °C) po dobu 30 až 40 minut. Jiné příklady škrobových pojiv, která mohou být použita, zahrnují modifikované kationtové škroby jako jsou ty, které jsou modifikované tak, že mají dusík obsahující skupiny, které zahrnují aminoskupiny a hydroxymethylové skupiny vázané k dusíku, které jsou k dispozici od firmy National Starch and Chemical Company, (Bridgewater, New Jersey), které byly dříve používány jako aditiva do zanášky buničiny pro zvýšení pevnosti za mokra a/nebo sucha.

Pro vytváření vláknitých struktur předloženého vynálezu lze využít i jiných pojiv jako jsou latexy, polyvinylalkohol, termoplastická pojivová vlákna a podobně.

III. Papírové výrobky

Vláknité struktury předloženého vynálezu jsou zvláště přizpůsobené pro papírové výrobky nebo komponenty papírových výrobků, které se po použití vyhodí. Proto se rozumí, že předložený vynález je využitelný pro různé papírové výrobky, v to zahrnujíc, ale nelimitujíc na své papírové výrobky na jedno použití jako ty, které se používají v domácnosti, při tělesných a jiných čistících aplikacích. Papírové výrobky sloužící jako příklady tak zahrnují tenké papíry zahrnující tenký toaletní papír a kosmetické obličejové papíry, papírové ručníky a základní materiály pro své předměty jako dámské hygienické předměty zahrnující dámské vložky, vložky do dětských nebo dámských kalhotek a tampony, pleny, předměty pro dospělé trpící inkontinencí a podobně.

IV. Oddíl testové způsoby - příprava vzorku

Následující text je popisem, jak se vyrobí vláknité struktury, a to jak z modifikovaných (to jest zpracovaných podle předloženého vynálezu), tak nemodifikovaných (to jest neupravovaných nebo kontrolních) vláken. Tyto struktury jsou poté podrobeny fyzikálním testům (to jest na pevnost v tahu při nulové vzdálenosti svorek, pevnost v tahu za sucha a ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha) popsáním v následujícím oddílu.

Zkušební archy s nízkou hustotou

Zkušební archy s nízkou hustotou se v podstatě vyrobí podle TAPPI standardu T205, s následujícími úpravami, které jsou považovány za lépe vystihující výrobní způsob papíru.

1) použije se vodovodní voda bez úpravy pH,

2) vytvářený papírový pás je tvořen v zařízení pro výrobu zkušebních archů o rozměrech 12 palců na 12 palců na monofibrilárním polyesterovém pletivu dodaném firmou Appelon Wire Co., Appelon, Wi, které má následující specifikace:

Rozměr:	13,5 palců x 13,5 palců
Osnova ve strojovém směru:	84 vláken/palec $\pm$ 1,5 vlákna/palec
Osnova kolmo na strojový směr:	76 vláken/palec $\pm$ 3,0 vlákna/palec
Velikost/typ osnovy:	0,17 mm/9FU
Velikost/typ propusti:	0,17 mm/WP-110
Tloušťka určená posuvným měřítkem:	0,016 palce $\pm$ 0,0005 palce
Prostupnost vzduchů:	720 krychlových stop/minutu $\pm$ 25 krychlových stop/minutu

(3) vytvářený pás papíru se přemístí sníženým tlakem z monofibrilárního polyesterového pletiva na monofibrilární polyesterovou papírenskou tkaninu dodanou firmou Appelon Wire Co., Appelon, WI a odvodní odsáváním za sníženého tlaku namísto lisováním.

Specifikace tkaniny:

Rozměr:	16 palců x 14 palců
Osnova ve strojovém směru:	36 vláken/palec $\pm$ 1 vlákno/palec
Osnova kolmo na strojový směr:	30 vláken/palec $\pm$ 3 vlákna/palec
Velikost/typ osnovy:	0,40 mm/WP-87-12A-W
Velikost/typ propusti:	0,40 mm/WP-801-12A-W
Tloušťka určená posuvným měřítkem:	0,027 $\pm$ 0,001 palce

Prostupnost vzduchu:

397 krychlových stop/minutu $\pm$ 25

krychlových stop/minutu

Jednoplášňový formát archu

Podrobnosti přemísťování a odvodňování: Vznikající pás papíru a papírenské pletivo se umístí na povrch tkaniny tak, že se nevyvinutý pás papíru dotýká tkaniny. Trojvrstva (pletivo, pás papíru, tkanina s tkaninovou stranou naspodu) poté podélně prochází přes 13 palců dlouhý x 1/16 palce široký vakuovaný štěrbinový rámeček s 90 stupňovým nálevkovitým rozevřením, nastavený na maximální hodnotu manometrického tlaku asi 4,0 palce rtuti. Poměrná rychlost přechodu trojvrstvy přes vakuový otvor by měla být stejnoměrná, s rychlostí 16 palců/sekundu $\pm$ 5 palců/sekundu.

Snížený tlak se poté zvýší, aby dosáhl maximální hodnoty manometrického tlaku asi 9,0 palců rtuti a trojvrstva projde podélně přes stejnou vakuovanou štěrbinu při stejné rychlosti 16 palců/sekundu $\pm$ 5 palců/sekundu ještě dvakrát. Je třeba si uvědomit, že odečítání maximálního manometrického tlaku se vztahuje ke sníženému tlaku měřenému během přechodu trojvrstvy přes štěrbinu. Pás papíru se opatrně odstraní z pletiva, aby bylo zajištěno, aby se žádná vlákna nenalepila na pletivo.

(4) arch je poté sušen na rotační bubnové sušičce se sušící plstí s obíháním pásu a tkaniny mezi plstí a bubnem s tkaninou proti povrchu bubnu a při druhém obíhání zase s pásem papíru proti povrchu bubnu.

Specifikace sušičky: Jemně vyleštěný válec z nerezové oceli s vnitřním parním vyhříváním, horizontálně umístěný.

Vnější rozměry: 17 palců délka x 13 palců průměr

Teplota: 230 °F $\pm$ 5 °F

Rotační rychlost: 0,90 otáčky/minutu $\pm$ 0,05 otáčky/minutu

Sušící plst': Nekonečná, 80 palců v obvodu na 16 palců šířky, číslo 11614, druh X225, celovlněná. Noble and Wood Lab Machine Company, Hoosick Falls, NY.

Namáhání plsti v tahu: Malé a dokonce pokud možno bez jakéhokoliv objevujícího se prokluzování mezi plstí a sušícím bubnem a stejnoměrným povrchem.

(5) výsledný zkušební arch má rozměry 12 palců x 12 palců s výslednou cílovou plošnou hmotností 16,5 liber na 3000 čtverečných stop ± 1 libra na 3000 čtverečných stop a cílovou hustotu $0,15 \text{ g/cm}^3 \pm 0,06 \text{ g/cm}^3$, pokud není uvedeno jinak.

Suchý zkušební arch vláken o rozměrech 12 palců x 12 palců je poté před testováním kondicionován minimálně 2 hodiny v klimatizované místnosti, kde je teplota $73^\circ\text{F} \pm 4^\circ\text{F}$ ($22,8^\circ\text{C} \pm 2,2^\circ\text{C}$) a relativní vlhkost je $50\% \pm 10\%$.

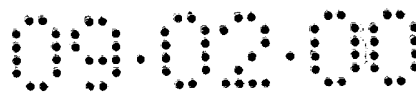
V. Oddíl testové způsoby - fyzikální testy

Je zřejmé, že testové způsoby popsané v tomto oddílu vyžadují výrobu zkušebních archů podle konkrétního postupu popsaného výše. Kde je daný výrobek ve formě, která obsahuje chemická aditiva nebo kde vláknitá struktura je podrobena mechanické manipulaci při vytváření výrobku, je nutno si uvědomit, že určení, zda tento výrobek patří do rámce předloženého vynálezu, se udělá vytvořením zkušebního archu podle předloženého popisu a změřením fyzikálních vlastností těchto zkušebních archů, ne změřením fyzikálních vlastností vlastního výrobku. To znamená, že vlákna použitá k vytvoření výrobku se popsáním způsobem použijí k výrobě zkušebních archů, přičemž by nemělo dojít k použití aditiv nebo mechanické manipulaci kromě toho, co je diskutováno výše. Avšak jak je diskutováno výše, měření hustoty se dělají na konečných výrobcích, které byly mechanicky zpracovány, zahrnují požadovaná aditiva, atd.

A. Ukazatel pevnosti v tahu za sucha

Tento test se provádí s pruhy papíru o rozměrech 1 palec na 6 palců (asi $2,5 \times 15,2 \text{ cm}$) podle TAPPI standardů T220 om-88 a T494 om-88 v klimatizované místnosti, kde je teplota $73^\circ\text{F} \pm 4^\circ\text{F}$ (asi $28^\circ\text{C} \pm 2,2^\circ\text{C}$) a relativní vlhkost je $50\% \pm 10\%$. Použije se elektronický zkušební přístroj na pevnost v tahu (Intellect II-STD), Thwing Albert Corp., Philadelphia, PA), který pracuje s rychlostí křížové hlavy 4 palce za minutu (asi 10 cm za minutu) a počáteční kalibrovanou délkou 4 palce (asi 10 cm). Pro každý vzorek papíru se provede minimálně $n = 8$ testů. Výsledné hodnoty pevnosti v tahu zaznamenané v jednotkách g/palec se dělí průměrnou plošnou hmotností vzorku a převedou se za získání odpovídajících hodnot ukazatele pevnosti v tahu v jednotkách N.m/g.

B. Ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek



Tento test se provádí s pruhy papíru o rozměrech 1 palec na 4 palce (asi 2,5 cm x 10,2 cm) (v to zahrnujíc zkušební archy popsané výše, stejně jako jiné papírové listy) v klimatizované místnosti, kde je teplota $73^{\circ}\text{F} \pm 4^{\circ}\text{F}$ (asi $28^{\circ}\text{C} \pm 2,2^{\circ}\text{C}$) a relativní vlhkost je $50\% \pm 10\%$. Použije se kombinovaný - elektronický/se stlačeným vzduchem - zkušební přístroj (Troubleshooter, Pulmac Instruments International, Montpelier, VT) a který pracuje při vzduchem vyvinutém tlaku 100 liber na čtverečný palec. Čelisti zkušebního přístroje mají šířku 15 mm a jsou naplněné pod upínacím tlakem 80 liber na čtverečný palec. Tlak nutný k přetržení pruhu se šířkou 15 mm s počáteční nulovou mezerou čelisti se zaznamená v jednotkách libra na čtverečný palec. (Jestliže je odečet tlaku pod 9 liber na čtverečný palec, zkombinují se 2 vrstvy materiálu zkušebního archu a otestují se, aby se prováděla měření v pracovním rozsahu přístroje). Tlak k přetrhu, zmenšený o nulovací tlak přístroje, se dělí průměrnou plošnou hmotností vzorku a přepočítá za zisku hodnoty ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek v jednotkách N.m/g. Pro každý vzorek buničiny se provede minimálně $n = 8$ testů.

C. Ukazatel pevnosti v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek

Tento test se provádí podobně jako test pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek s následujícími modifikacemi:

Suchý pruh papíru o rozměrech 1 palec x 4 palce se vloží mezi dva vkládací držáky pro mokré vzorek, které se dodávají s přístrojem a které mají tři vrubové zářezy. Pruh papíru se namočí v prostředním vrubovém zárezu stříčkou naplněnou destilovanou vodou o teplotě $73^{\circ}\text{F} \pm 4^{\circ}\text{F}$ (asi $28^{\circ}\text{C} \pm 2,2^{\circ}\text{C}$) tenkým proudem vody téměř do zárezu a ponechá se vsáknout do prostředního zárezu (za vyvarování se postříku velkým tlakem nebo dotknutí se vzorku špičkou stříčky). Vzorek a vkládací držáky se poté umístí do hlavy jednotky se zářezy postavenými do řady se zubem čelisti a test se provede podle výše uvedeného popisu. Tlak k přetrhu, zmenšený o nulovací tlak přístroje, se dělí průměrnou plošnou hmotností vzorku a přepočítá za zisku hodnoty ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek v jednotkách N.m/g. Pro každý vzorek buničiny se provede minimálně $n = 8$ testů.

D. Tuhost v ohybu (konzolový způsob ohybu)

Tento test se provádí s pruhy papíru o rozměrech 1 palec na 6 palců (asi 2,5 cm x 15,2 cm) podle níže uvedeného popisu v klimatizované místnosti, kde je teplota $73^{\circ}\text{F} \pm 4^{\circ}\text{F}$ (asi $28^{\circ}\text{C} \pm 2,2^{\circ}\text{C}$) a relativní vlhkost je $50\% \pm 10\%$ po minimálně 2 hodiny před testováním. Může být



použit konzolový ohybový zkušební přístroj, jak je popsán v ASTM Standard D 1388 (Model 5010, Instrument Marketing Services, Fairfield, NJ) a který pracuje s úhlem naklonění $41,5^\circ \pm 0,5^\circ$ a rychlostí posunu vzorku $0,5$ palce $\pm 0,2$ palce za sekundu (asi $1,3$ cm $\pm 0,5$ cm za sekundu). Pro každý vzorek papíru se provede minimálně $n = 16$ testů z $n = 8$ vzorků pruhů.

i) Příprava vzorku

Z jednoho zkušebního archu se opatrně vyříznou čtyři 1 palec široké pruhy vzorku o délce $6,0$ palce $\pm 0,1$ palce ve směru papírenského stroje "MD". Z druhého zkušebního archu stejné sady vzorku se opatrně vyříznou čtyři 1 palec široké pruhy vzorku o délce $6,0$ palce $\pm 0,1$ palce v příčném směru k papírenskému stroji "CD". Je důležité, aby byl řez přesně v pravém úhlu k délkovému rozměru pruhu. Pruh by také neměl mít záhyby nebo být nadměrně mechanicky manipulován, což může vnášet ohebnost. Označ směr velmi lehce na jednom konci při zachování totožné strany vzorku všech pruhů nahoře. Později se pruhy pro testování obrátí, takže proto je důležité, aby byla jedna strana pruhu jasně identifikovatelná, i když není rozdílu v tom, která strana vzorku se označí jako vrchní strana.

ii. Pracovní postup

Zkušební přístroj se umístí na lavici nebo stůl, které nevibrují, nejsou nadměrně teplé a jsou bez průvanů vzduchu. Nastav plošinu do horizontální polohy podle indikační nivelační bubliny a ověř, že ohybový úhel je $41,5^\circ \pm 0,5^\circ$.

Odstraň závoru krytu vzorku z horní plošiny ohybového zkušebního přístroje. Umístí jeden z testových pruhů vzorku na horizontální plošinu s pečlivým paralelním vyrovnaním pruhu se zasouvacím uzávěrem. Vyrovněj vzorek přesně rovně s vertikálním koncem zkušebního přístroje, kde je připojena nakloněná rovina nebo kde je vyznačena na zkušebním přístroji nulová značka. Opatrně umístí zasouvací uzávěr vzorku nazpátek na horní část pruhu vzorku ve zkušebním přístroji. Kryt vzorku musí být opatrně umístěn tak, aby se pruh nepomačkal nebo neposunul ze své počáteční polohy.

Vzorkem a zasouvacím uzávěrem vzorku pohybuj směrem ke konci zkušebního přístroje, ke kterému je připojena nakloněná plošina, rychlostí přibližně $0,5$ palce za sekundu $\pm 0,2$ palce za sekundu (asi $1,3$ cm za sekundu $\pm 0,5$ cm za sekundu). To může být provedeno buď ručním nebo automatickým zkušebním přístrojem. Ujistí se, že mezi vzorkem a pohybujícím se zasouvacím uzávěrem nedochází z prokluzům. Jak závora zasouvacího uzávěru vzorku a vzorek pruhu vystoupí přes okraj testovacího přístroje, vzorek pruhu se začne ohýbat nebo svěšovat směrem dolů. Zastav pohyb závory zasouvacího uzávěru vzorku bezprostředně tehdy, když přední okraj

vzorku pruhu klesne na úroveň nakloněné plošiny. Odečti a zaznamenej délku převisu z lineárního měřítka na nejbližších 0,5 milimetrů. Zaznamenej v centimetrech jako převisovou délku vzdálenost, o kterou se posunula závora zasouvacího uzávěru vzorku.

Testování se provede celkem ve dvou odečítáních pro každý exemplář na lícové i rubové straně každého pruhu vzorku. To dává celkem 16 odečtů pro každý vzorek papíru skládající se z 8 MD a 8 CD odečtů.

iii. Výpočty

Průměrná délka převisu se stanoví zprůměrováním šestnácti výsledků získaných pro vzorek papíru.

Průměrná délka převisu = součet 16 výsledků/16

Ohybová délka se vypočte vydělením průměrné délky převisu dvěma.

Ohybová délka = celková délka převisu/2

Tuhost v ohybu

Vypočítej tuhost v ohybu (G):

$$G = 0,1629 \times W \times C^3$$

kde W je plošná hmotnost vzorku v librách na 3000 čtverečných stop a C je ohybová délka v cm. Výsledky se vyjádří v miligramech síly x cm, konstanta 0,1629 se použije pro převedení plošné hmotnosti z anglických na metrické jednotky.

Ohybový modul

Obecně je tuhost v ohybu (tuhost) v ohybu vysoce závislá na tloušťce vzorku (tloušťce určené posuvným měřítkem). Aby se srovnaly vzorky o nestejně tloušťce, užije se ohybový modul jako prostředek porovnání.

$$Q = G/I$$

kde G je tuhost vzorku v ohybu (uvedená výše) a I je moment setrvačnosti.

Při užití standardních technik teorie pater lze výše uvedenou rovnici upravit, aby byl získán užitečnější vztah:

$$Q = \frac{G}{1/12t^3} = \frac{732 \times G}{t^3}$$

kde Q ohybový modul v kilogramech síly/cm², G je tuhost v ohybu (uvedená výše v miligramech síly x cm), t je tloušťka vzorku (určená posuvným měřítkem) v tisícinách palce (1/1000 palce) a 732 je převáděcí konstanta.

Poměr Ohybový modul/pevnost v tahu za sucha

Tuhost archu také závisí na pevnosti vláknité struktury v tahu za sucha. Protože je žádoucí vyrobit vzorky s nízkou tuhostí bez odpovídajících poklesů v pevnosti archu, uvádí se i poměr ohybového modulu na jednotkovou pevnost v tahu za sucha. Toto umožňuje porovnat vzorky s nestejnou pevností v tahu a s nestejnou tloušťkou s větším potenciálem rozlišení pro nižších hodnoty poměru. Příslušný vztah je uveden níže:

$$M = \frac{Q \cdot 1000}{\text{pevnost v tahu za sucha}}$$

Kde M je poměr ohybový modul/pevnost v tahu za sucha v jednotkách 1/cm², Q je ohybový modul v kilogramech síly/cm² a pevnost v tahu za sucha je v jednotkách gramech síly.

VI. Příklady

A. Výchozí vlákna

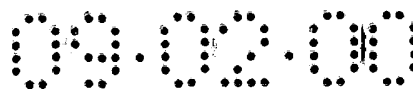
Sulfátová buničina ze severního měkkého dřeva (NSK): Standardní referenční materiál 8495 Northern Softwood Bleached Kraft Pulp (U.S. Dept. of Commerce, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899), ve formě listů suché papíroviny.

Blahovičnicková (Euc) buničina: Standardní referenční materiál 8496 Eucalyptus Hardwood Bleached Kraft Pulp (U.S. Dept. of Commerce, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD 20899), ve formě listů suché papíroviny.

Sulfitová buničina ze severního tvrdého dřeva (NHS): Nesušená, bělená, směsná kyselá bisulfitová buničina z tvrdého dřeva (The Procter and Gamble Paper Products Company Mehoopany, PA). Zcela chloru prostá, bělená bělením EOP na barvu s Hunterovými proměnnými L, a, b rovnými v uvedeném pořadí 93,7, -0,5, 6,4.

Sulfátová buničina z jižního měkkého dřeva (SSK): Buckeye Cellulose Corporation Memphis, TN typ FF (Foley Fluff) zcela odbarvená buničina obsahující borovici karibskou a borovici kadidlovou ve formě listů suché papíroviny.

B. Dezintegrace buničiny



Po určení koncentrace buničiny se výše uvedené buničiny rozdělí do vícero dávek po přibližně 30 gramech absolutně suchého vlákna každé buničiny a zředí se destilovanou vodou o laboratorní teplotě na 2000 ml. Vlákna a voda se poté rozmělní při 50 000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru buničiny (Model D-111, Testing Machines Incorporated, Islandia, New York). Po dezintegraci se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč buničiny se odloupne z filtračního papíru a filtrační papír se promyje přes koláč, aby byla zadržena uvolněná vlákna. Koláč buničiny se poté zmrazí na dobu maximálně jednoho týdne do dalšího testování popsaného níže.

C. Příprava enzymu

Zmrazený, koncentrovaný kapalný enzym se zředí na koncentraci 1 nebo 2 objemových % ve směsi 80/20 destilované vody a 1,2-propandiolu a do použití se zmrazí: Použijí se přípravky Carezyme® 5,0 L nebo Celluclast® 1.5 L nebo Celluzyme® 0.7 T - všechny dostupné od firmy Novo Nordisk, Bagsvaerd, Dánsko - nebo Pergolase A40, dostupný od firmy Ciba, Greensboro, N.C.).

Příklady provedení vynálezu

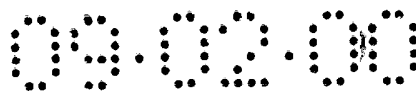
Příklad 1

Zpracování NSK vláken pomocí přípravku Carezyme®

Koláče sulfátové buničiny severního měkkého dřeva (NSK) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaného výše a vyrobí se z nich 18 vzorků zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní NSK buničina se ponechá nemodifikována a rozředí se na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebních archů se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1A je NSK buničina zpracovaná bez enzymů:

Vlákna jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (1 hmotn. % aktivní chemikálie na hmotnost vláknitého základu za sucha) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí



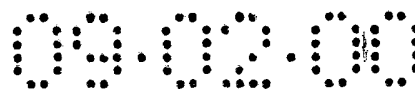
mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi činidla odstraňujícího vazby/vody. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1B je NSK buničina zpracovaná bez enzymů:

Vlákná jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F přehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 90 ml 3% roztoku tetraethylamoniumbromidu (1 hmotn. % aktivní chemikálie na hmotnost vláknitého základu za sucha) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi činidla odstraňujícího vazby/vody. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1C je NSK buničina zpracovaná bez enzymů:

Vlákná jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F přehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% lauryltrimethylamoniumchloridu (Sherex Chemical Co, Witco Corp., Greenwich, CT) (1 hmotn. % aktivní chemikálie na hmotnost vláknitého základu za sucha) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi činidla odstraňujícího vazby/vody. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.



Vzorek 1D je NSK buničina zpracovaná bez enzymů:

Vlákná jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předeřřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 10 ml 3% N-decyl-N,N-dimethylaminoxidu (Barlox® 10S - Lonza, Inc. Fairlawn, N.J.) (1 hmotn. % N-decyl-N,N-dimethylaminoxidu na hmotnost vláknitého základu za sucha) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi činidla odstraňujícího vazby/vody. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1E ve výrobě z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Vlákná jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předeřřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá do asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox®, k dispozici od firmy The Clorox Co., Oakland, CA ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se modifikovaná kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

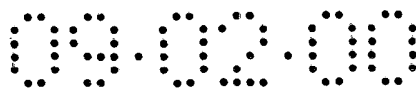


Vzorek 1F se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Vlákná jsou zpracovávána při přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F přehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Carezyme® (2% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá do asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se modifikovaná kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušební archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1G se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Vlákná jsou zpracovávána z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F přehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničínového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozmělnování.

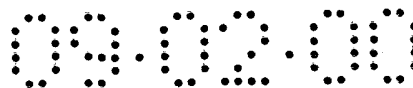


Vzorek 1H se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Vlákna jsou zpracovávána z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Carezyme® (2% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničínového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 1I se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Vlákna jsou zpracována z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku tetraethylamoniumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 14,002-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničínového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá do asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá



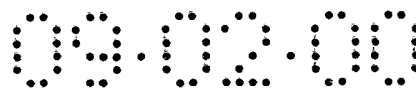
reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se modifikovaná kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1J se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Koláč buničiny je zpracováván z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku lauryltrimethylamoniumchloridu (Sherex Chemical Co, Witco Corp., Greenwich, CT) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá do asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se modifikovaná kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1K se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

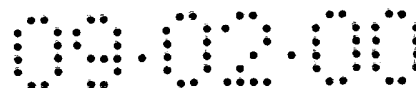
Koláč buničiny je zpracováván z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč



nemodifikované buničiny se přehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku triethanolaminu (Dow Chemical Co, Midland MI) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přísavky (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinného základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá do asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakce se modifikovaná kaše buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1L se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Koláč buničiny je zpracováván z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F přehřívá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přísavkou Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se upraví pH kaše enzym/buničina na pH 7,5 přísavkou 0,01 mol.l⁻¹ NaOH. Ke kaši enzym/buničina se přidá 10 ml 3% (m/V) roztoku N-decyl-N,N-dimethylaminoxidu (Barlox® 10S - Lonza, Inc. Fairlawn, N.J.) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přísavky (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinného základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se kaše modifikovaných vláken okyslí HCl na pH 3,8. Modifikovaná kaše buničiny se kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované



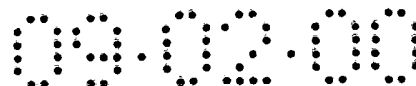
buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušební archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1M se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Koláč buničiny je zpracováván z přibližně 3% výchozí koncentrace. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku lauryltrimethylamoniumchloridu (Sherex Chemical Co, Witco Corp., Greenwich, CT) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničínového základu) a ponechá se neustále míchat po dobu 55 minut při 120 °F. Po smíchání lauryltrimethylamoniumchloridu a kaše modifikované buničiny se přidá 15 ml 2% roztoku karboxymethylcelulosity (Aqualon Company, Wilmington, DE) (1 % (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost suchého vláknitého základu)) a ponechá kontinuálně míchat 5 minut. Z kaše modifikovaných vláken se poté bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozmělnění přímo vyrobí zkušební archy o nízké hustotě.

Vzorek 1N se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Tři nemodifikované koláče buničiny vyrobené ve výše uvedeném oddílu B se zpracovávají z přibližně 5% koncentrace ve vysoce účinném laboratorním mixeru Quantum Mark III. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 45 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 10 sekund a převede do mísící nádoby, která byla naprogramována udržovat teplotu 120 °F. Nemodifikované koláče buničiny se předehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidají do směsi enzym/voda. Když se víko na vrchu nádoby zajistí, spustí se na 10 sekund mixer s mícháním rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu (míchání s vysokou intenzitou) a poté se zastaví. Po zbytek z hodiny se míchá rychlostí 1200 otáček za minutu vždy 10 sekund každých 10 minut. Na konci reakční periody enzymu se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově



nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo co nejvíce materiálu. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a poté se vloží do asi 3000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo so nejvíce materiálu. Koláč se poté promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a vzorek odpovídající absolutně suchým 30 g se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10 se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Šest nemodifikovaných koláčů buničiny vyrobených ve výše uvedeném oddílu B se zpracovává z přibližně 10% koncentrace ve vysoce účinném laboratorním mixeru Quantum Mark III. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 90 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídatkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 10 sekund a převede do mísící nádoby, která byla naprogramována udržovat teplotu 120 °F. Nemodifikované koláče buničiny se předehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidají do směsi enzym/voda. Když se víko na vrchu nádoby zajistí, spustí se na 10 sekund mixer s mícháním rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu (míchání s vysokou intenzitou) a poté se zastaví. Po zbytek z hodiny se míchá rychlostí 1200 otáček za minutu vždy 10 sekund každých 10 minut, po celkovou dobu 70 sekund. Na konci reakční periody enzymu se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo co nejvíce materiálu. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a poté se vloží do asi 6000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo so nejvíce materiálu. Koláč se poté promyje asi 3000 ml destilované vody a zbaví vody. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a vzorek odpovídající absolutně suchým 30 g se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1P se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Osm nemodifikovaných koláčů buničiny vyrobených ve výše uvedeném oddílu B se zpracovává z přibližně 13,3% koncentrace ve vysoce účinném laboratorním mixeru Quantum Mark III. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 135 ml 2% roztoku Carezyme® (1,12% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 10 sekund a převede do mísící nádoby, která byla naprogramována udržovat teplotu 120 °F. Nemodifikované koláče buničiny se předehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidají do směsi enzym/voda. Když se víko na vrchu nádoby zajistí, spustí se na 10 sekund míchadlo mixeru s mícháním rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu (míchání s vysokou intenzitou) a poté se zastaví. Po zbytek z hodiny se míchá rychlostí 1200 otáček za minutu vždy 10 sekund každých 10 minut. Na konci reakční periody enzymu se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo co nejvíce materiálu. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a poté se vloží do asi 6000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo so nejvíce materiálu. Koláč se poté promyje asi 5000 ml destilované vody a zbaví vody. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a vzorek odpovídající absolutně suchým 30 g se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 1Q se vyrobí z buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

~~Šest nemodifikovaných koláčů buničiny vyrobených ve výše uvedeném oddílu B~~ se zpracovává z přibližně 10% koncentrace ve vysoce účinném laboratorním mixeru Quantum Mark III. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 90 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 10 sekund a převede do mísící nádoby, která byla naprogramována udržovat teplotu 120 °F. Nemodifikované koláče buničiny se předehřejí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidají do směsi enzym/voda. Když se víko na vrchu nádoby zajistí, spustí se na 10 sekund míchadlo mixeru s mícháním rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu (míchání s vysokou intenzitou). Po počátečním míchacím kroku s vysokou intenzitou se provádí míchání s nízkou intenzitou při 120

otáčkách za minutu po dobu trvání 10 sekund každé 2 minuty po zbytek hodiny, vyjma časů 25, 40 a 50 minut, kde se míchá s vysokou intenzitou při 1200 otáčkách za minutu po doby trvání 20 sekund. Na konci enzymové reakční periody se přidá ke kaši enzym/buničina kombinace 40 ml 4% (m/V) emulze (0,9% přídavku na suchá vlákna) dihydrogenovaného dimethylamoniummethylosulfátu z loje (Sherex Chemical Co, Witco Corp., Greenwich, CT) v destilované vodě a 50 ml 4% (m/V) roztoku (1,1% přídavku na suchá vlákna) lauryltrimethylamoniumchloridu (Sherex Chemical Co, Witco Corp., Greenwich, CT) v destilované vodě, aby se dosáhlo celkové 2% úrovně přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost suchého vláknitého základu). Když je opět víko na vrchu nádoby zajištěno, spustí se na 10 sekund míchadlo mixeru s mícháním rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu (míchání s vysokou intenzitou) a poté se zastaví. Po dalších 30 minut se míchá rychlostí přibližně 1200 otáček za minutu každé 3 minuty po dobu 10 sekund. Na konci periody působení se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s plátnem na síry, aby se zadrželo co nejvíce materiálu. Koláč se poté promyje asi 3000 ml destilované vody a zbaví vody. Výsledný koláč buničiny se odloupne z plátna na síry a vzorek odpovídající absolutně suchým 30 g se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Tabulka 1 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken s preparátem Carezyme® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NSK vláken, přičemž se udrží nebo zlepší celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST. Navíc kombinace míchání s vysokou intenzitou a působení enzymu, stejně jako oba kroky působení enzymu a činidla odstraňujícího vazby, vede dokonce k větším snížením DZST bez negativního ovlivnění pevnosti archu v tahu.

Tabulka 1

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní NSK**	0,174	138,9	-	16,3	8,5	121,0
1A (1% HMB)**	0,152	142,8	-2,8	14,5	9,8	118,0
1B (3% TEAB)**	0,195	137,9	0,7	15,2	9,1	120,2
1C (1% LTAC)**	0,153	134,6	3,1	14,0	9,6	113,7
1D (1% B10S)**	0,153	138,4	0,4	12,8	10,8	125,2
1E (1% Cz)	0,145	97,1	30,1	19,4	5,0	45,3
1F (2% Cz)	0,148	93,8	32,5	16,1	5,8	43,3
1G (1% Cz, 1% HMB)	0,156	81,5	41,3	18,6	4,4	34,7
1H (2% Cz, 1% HMB)	0,125	74,8	46,2	14,2	5,3	27,7
1I (1% Cz, 1% TEAB)	0,154	80,6	42,0	16,5	4,9	36,0
1J (1% Cz, 1% LTAC)	0,153	89,3	35,7	17,3	5,2	38,9
1K (1% Cz, 1% TEA)	0,155	93,5	32,7	19,6	4,8	45,2
1L (1% Cz, 1% B10S)	0,155	91,2	34,3	17,6	5,2	45,3
1M (1% Cz, 1% LTAC/1% CMC)	0,147	79,6	42,7	18,4	4,3	29,1
1N (1% Cz, HIM 5% k)	0,136	99,8	28,2	17,6	5,7	46,0
1O (1 % Cz, HIM 10% k)	0,134	90,7	34,7	19,1	4,7	33,5
1P (1,1% Cz, HIM 13,3% k)	0,122	81,3	41,5	19,8	4,1	22,5
1 Q (1% Cz, 0,9% DTDMAMS + 1,1% LTAC, HIM 10% k vždy)	0,156	73,7	46,9	22,9	3,2	21,0

* Cz = Carezyme® 5.0 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

TEAB = tetraethylamoniumbromid

LTAC = lauryltrimethylamoniumchlorid

TEA = triethanolamin

B10S = Barlox® 10S

CMC = karboxymethylcelulosa

HIM = míchání o vysoké intenzitě

k = koncentrace

DTDMAMS = dihydrogenovaný dimethylamoniummethylsulfat z loje

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 2

Zpracování NSK vláken pomocí přípravku Celluclast®

Koláče sulfátové buničiny severního měkkého dřeva (NSK) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaneho výše a vyrobí se z nich 4 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní NSK buničina je stejná jako v tabulce 1.

Vzorek 2A se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% počáteční koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120°F přehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120°F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120°F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 2B se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120°F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120°F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120°F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání kaše buničina/enzym a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušební archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 2C se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120°F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120°F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120°F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání Lightnin' mixerem a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% roztoku (m/V) N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120°F . Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozmělnění.

Vzorek 2D se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předeřtý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přídavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% roztoku (m/V) N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Tabulka 2 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Celluclast® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NSK vláken, přičemž se udrží nebolepší celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušební archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST.

Tabulka 2

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní NSK**	0,174	138,9	-	16,3	8,5	121,0
2A (1% CC)	0,148	109,8	21,0	20,1	5,5	61,1
2B (2% CC)	0,153	96,7	30,4	16,7	5,8	42,1

2C (1% CC, 1% HMB)	0,140	101,8	26,8	16,1	6,3	47,9
2D (2% CC, 1% HMB)	0,151	79,1	43,1	15,9	5,0	31,3

* CC = Celluclast® 1.5 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 3

Zpracování NSK vláken pomocí přípravků Celluzyme® nebo Pergolase®

Koláče sulfátové buničiny severního měkkého dřeva (NSK) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaného výše a vyrobí se z nich 2 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní NSK buničina je stejná jako v tabulce 1.

Vzorek 3A se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 1,89 g Celluzyme® 0.7 T (6,3% (m/m) přídavkem Celluzyme® 0.7 T na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeře na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 3B se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ roztoku pufru octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předeřtý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Pergolase® (1% (V/m) přidavkem Pergolase® A40 na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřtí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Tabulka 3 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken s preparáty Celluzyme® a Pergolase® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NSK vláken, přičemž se udrží nebo zlepši celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken.

Tabulka 3

Vzorek (popis)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní NSK*	0,174	138,9	-	16,3	8,5	121,0
3A (6,3% Celluzyme®)	0,155	77,6	44,1	19,0	4,1	33,9
3B (1% Pergolase®)	0,135	104,1	25,1	16,6	6,3	53,8

* Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 4

Zpracování blahovičnickových vláken pomocí přípravku Carezyme®

Koláče blahovičnickové (Euc) buničiny z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaného výše a vyrobí se z nich 5 vzorků zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní blahovičnicková buničina se ponechá nemodifikována a rozředí se na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebních archů se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 4A se vyrobí z blahovičnickové buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 4B se vyrobí z blahovičnickové buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Carezyme® (2% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby

bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušební archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 4C se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeheřtá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeheřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 4D se vyrobí z blahovičnickové buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeheřtá destilovaná voda se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Carezyme® (2% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč

nemodifikované buničiny se předeheje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightning® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinného základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 4E se vyrobí z blahovičnickové buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeheje destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightning® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeheje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightning® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) tetraethylamoniumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 14,002-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinného základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Tabulka 4 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Carezyme® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u blahovičnickových vláken z tvrdého dřeva, přičemž se udrží nebo zlepší celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem

zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek chemických činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST.

Tabulka 4

Vzorek (popis [*])	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní Euc ^{**}	0,168	127,7	-	8,6	14,8	96,2
4A (1% Cz)	0,144	103,7	18,8	9,5	10,9	67,0
4B (2% Cz)	0,123	102,4	19,8	9,3	11,0	72,2
4C (1% Cz, 1% HMB)	0,134	82,5	35,4	10,4	8	37,7
4D (2% Cz, 1% HMB)	0,119	85,5	33,1	8,3	10,3	44,1
4E (1% Cz, 1% TEAB)	0,135	93,7	26,6	10,4	9,0	47,4

* Cz = Carezyme® 5.0 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

TEAB = tetraethylamoniumbromid

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 5

Zpracování blahovičnickových vláken pomocí přípravku Celluclast®

Koláče blahovičnickové (Euc) buničiny z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsánoho výše a vyrobí se z nich 4 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní blahovičnicková buničina je stejná jako v tabulce 4.

Vzorek 5A se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% počáteční koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přídavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby

bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 5B se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufru octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 5C se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufru octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou

buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixerem Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeře na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 5D se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracím roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předeřtý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přídavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeře na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Tabulka 5 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Celluclast® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NSK vláken, přičemž se udrží nebo zlepší celkový ukazatel

pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek chemických činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST.

Tabulka 5

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní Euc**	0,168	127,7	-	8,6	14,8	96,2
5A (1% CC)	0,132	99,9	21,8	9,9	10,1	55,8
5B (1% CC)	0,128	79,1	38,1	8,2	9,6	39,3
5C (1% CC, 1% HMB)	0,117	89,9	29,6	8,0	11,2	49,5
5D (2% CC, 1% HMB)	0,108	62,8	50,8	4,4	14,3	30,3

* CC = Celluclast® 1.5 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 6

Zpracování blahovičnickových vláken pomocí přípravku Celluzyme®

Koláče blahovičnickové (Euc) buničiny z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaneho výše a vyrobí se z nich jedny vzorky zkušebního archu o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní blahovičnicková buničina je stejná jako v tabulce 4.

Vzorek 6A se vyrobí z blahovičnickové buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předeřhřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 1,89 g Celluzyme® 0.7 T (6,3% (m/m) přídavkem Celluzyme® 0.7 T na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřhřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny

kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Tabulka 6

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní Euc*	0,168	127,7	-	8,6	14,8	96,2
6A (6,3 % Celluzyme®)	0,115	74,7	41,5	8,5	8,8	34,5

* Není příkladem předloženého výsledku.

Příklad 7

Zpracování sulfitové buničiny severního tvrdého dřeva (NHS) pomocí přípravku Carezyme®

Koláče sulfitové buničiny severního tvrdého dřeva (NHS) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsánoho výše a vyrobí se z nich 3 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní NHS buničina se ponechá nemodifikována a rozředí se na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebních archů se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 7A se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání.

mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem.

Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 7B se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F přehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídatkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se přehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obrácení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídatku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničínového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozmělnění.

Tabulka 7 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Carezyme® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NHS vláken, přičemž se udrží nebo zlepši celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobeného z

nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek chemických činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST.

Tabulka 7

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní NHS*	0,095	95,3	-	3,1	30,7	85,1
7A (1% Cz)	0,097	71,0	25,5	6,3	11,3	35,4
7B (1% Cz, 1% HMB)	0,094	60,2	36,2	5,3	11,4	28,7

* Cz = Carezyme® 5.0 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 8

Zpracování sulfitové buničiny severního z tvrdého dřeva pomocí přípravku Celluclast®

Koláče sulfitové buničiny severního tvrdého dřeva (NHS) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaného výše a vyrobí se z nich 4 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní NHS buničina je stejná jako v tabulce 7.

Vzorek 8A se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci v 50 mmol l⁻¹ pufrálním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předeřtý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve

2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 8B se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufrčním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120°F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120°F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120°F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 8C se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l^{-1} pufrčním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120°F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Celluclast® (1% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120°F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120°F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá

se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 8D se vyrobí z NHS buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracním roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předeřtý roztok pufru se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Celluclast® (2% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeře na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Tabulka 8 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Celluclast® vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NHS vláken, přičemž se udrží nebo zlepši celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Přídavek chemických činidel odstraňujících vazby k enzymem modifikovaným vláknům dále snižuje DZST.

Tabulka 8

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní NHS**	0,095	95,3	-	3,1	30,7	85,1
8A (1% CC)	0,094	64,3	32,5	7,5	8,6	46,3
8B (2% CC)	0,099	55,7	41,6	6,4	8,7	37,3
8C (1% CC, 1% HMB)	0,094	60,4	36,6	6,3	9,6	38
8D (2% CC, 1% HMB)	0,091	47,6	50,1	3,4	14,0	26,9

* CC = Celluclast® 1.5 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

** Není příkladem předloženého vynálezu.

Příklad 9

Zpracování vláken sulfátové buničiny z jižního měkkého dřeva pomocí přípravku Carezyme®

Koláče sulfátové buničiny z jižního měkkého dřeva (SSK) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaneho výše a vyrobí se z nich 3 vzorky zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní SSK buničina se ponechá nemodifikována a rozředí se na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebních archů se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 9A se vyrobí z SSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 30 ml 1% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company

Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Vzorek 9B se vyrobí z SSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeřtá destilovaná voda se nejprve smíchá s 60 ml 1% roztoku Carezyme® (2% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřtí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se ke kaši enzym/buničina přidá 30 ml 1% (m/V) roztoku N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromidu (Aldrich Chemical Company Milwaukee, WI, katalogové č. 21,967-3) v destilované vodě, aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného buničinového základu) a ponechá se druhou hodinu neustále míchat při 120 °F. Na konci druhé hodiny se z kaše modifikovaných vláken vyrobí přímo zkušební archy o nízké hustotě, bez filtrování, zastavování reakcí nebo rozměňování.

Tabulka 9 uvádí výsledky hustoty, ukazatele pevnosti v tahu za sucha, ukazatelů pevnosti v tahu za sucha a za mokra při nulové vzdálenosti svorek a DT/DZST poměrů vyrobených vzorků zkušebních archů o nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken preparátem Carezyme® následovaná působením činidla odstraňujícího vazby vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u SSK vláken, přičemž se udrží nebo zlepši celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušebního archu vyrobenému z nemodifikovaných kontrolních vláken.

Tabulka 9

Vzorek (popis*)	Hustota g/cm ³	DZST (N.m/g)	% snížení DZST	DT (N.m/g)	poměr DZST/DT	WZST (N.m/g)
Kontrolní SSK**	0,135	117,4	-	7,3	16,1	120,6
9A (1% Cz, 1% HMB)	0,125	68	42,1	5,8	11,7	30,9
9B (2% Cz, 1% HMB)	0,120	70,9	39,6	7,1	10,0	36,4

* Cz = Carezyme® 5.0 L

HMB = N,N,N,N',N',N'-hexamethyl-1,6-hexandiaminiumbromid

** Nemí příkladem předloženého vynálezu

Příklad 10

Zpracování NSK vláken a vláknitých struktur majících zvýšenou ohebnost

Koláče sulfátové buničiny ze severního měkkého dřeva (NSK) z výše uvedeného oddílu B se zpracují použitím postupu popsaného výše a vyrobí se z nich 15 vzorků zkušebních archů o nízké hustotě (6 archů na vzorek). Kontrolní SSK buničina se ponechá nemodifikována a rozředí se na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebních archů se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10A se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 7,5 ml 2% roztoku Carezyme® (0,5% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® (k dispozici od firmy The Clorox Co., Oakland, CA) ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně

převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10B se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá s 22,5 ml 2% roztoku Carezyme® (1,5% (V/m) přídatkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózou. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10C se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% počáteční koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracím roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá se 7,5 ml 2% roztoku Celluclast® (0,5% (V/m) přídatkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč

modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10D se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Na vlákna se působí v přibližně 3% koncentraci v 50 mmol.l⁻¹ pufracím roztoku octanu sodného a octové kyseliny o pH 4,7. Na 120 °F předehřátý roztok pufru se nejprve smíchá s 22,5 ml 2% roztoku Celluclast® (1,5% (V/m) přidavkem Celluclast® 1.5 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/pufr. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci hodiny se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Koláč modifikované buničiny se poté přidá k asi 1000 ml roztoku 100 ppm NaOCl (4 ml Clorox® ve 2000 ml destilované vody), promíchá a ponechá reagovat minimálně 5 minut při laboratorní teplotě, aby se zastavily jakékoliv další enzymové reakce s celulózu. Po zastavení reakcí se kaše modifikované buničiny kvantitativně převede a promyje asi 1500 ml destilované vody a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Příprava disodné soli n-dodecenylyantarové kyseliny:

500 g destilované vody se míchalo s 3500 g anhydridu n-dodecenylyantarové kyseliny (98% koncentrace, Milliken Chemical Company, Inman, SC) při 70 °C po dobu asi 16 hodin. Po 16hodinové reakční periodě bylo přidáno 3070 g 1% roztoku síranu sodného a míchalo se ještě jednu hodinu a přestalo se zahřívat. Poté se k emulzi pomalu přidalo za konstantního míchání 1000 g 50% roztoku hydroxidu sodného, aby vznikla monosodná sůl n-dodecenylyantarové kyseliny ve 49% koncentraci. Z tohoto roztoku byl získán reprezentativní vzorek, který byl

zředěn destilovanou vodou na 6% koncentraci a pH bylo hydroxidem sodným upraveno na hodnotu 9, aby vznikla disodná sůl n-dodecenylyantarové kyseliny.

Příprava disodné soli n-oktadecenylyantarové kyseliny:

500 g anhydridu n-oktadecenylyantarové kyseliny (100% koncentrace, Milliken Chemical Company, Inman, SC) bylo roztaveno při 70 °C a poté mícháno přibližně 16 hodin s 50 g destilované vody. Po 16 hodinové reakční periodě byla emulze odstavena od tepla a vmíchalo se do ní 218 g 50% roztoku hydroxidu sodného spolu s 2000 g destilované vody, aby vznikla disodná sůl n-oktadecenylyantarové kyseliny. Emulze byla poté míchána při laboratorní teplotě po dalších 20 hodin a poté smíchána se 100 g krystalů síranu sodného a 400 g destilované vody. Odtud byl získán reprezentativní vzorek, který byl destilovanou vodou zředěn na 6% koncentraci.

Vzorek 10E se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným na hodnotu přibližně 10. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-dodecenylyantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána 5% úroveň přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenylyantarán upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenylyantarán přidá 1,75 g chloridu vápenatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10F se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 5 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-dodecenyljantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána 1% úroveň přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenyljantaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenyljantaran přidá 0,43 g chloridu zinečnatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10G se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku

disodné soli n-dodecenylyntarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 5% přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenylyntaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenylyntaran přidá 2,15 g chloridu zinečnatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10H se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 5 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-oktadecenylyntarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 1% přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-oktadecenylyntaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-oktadecenylyntaran přidá 0,27 g chloridu vápenatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10I se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeřtává destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřtí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-oktadecenyljantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 5% přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-oktadecenyljantarův upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-oktadecenyljantarův přidá 1,36 g chloridu vápenatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10J se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeřtává destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřtí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 5 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-dodecenyljantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň

1% přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenylyjantaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenylyjantaran přidá 0,35 g chloridu vápenatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10K se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeřtá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přídavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřtí na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 5 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-oktadecenylyjantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 1% přídavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-oktadecenylyjantaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-oktadecenylyjantaran přidá 0,33 g chloridu zinečnatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10L se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-oktadecenyljantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 5% přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-oktadecenyljantarán upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-oktadecenyljantarán přidá 1,66 g chloridu zinečnatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10M se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předehřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předehřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-dodecenyljantarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 5% přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30

nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenylyntaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenylyntaran přidá 2,15 g chloridu zinečnatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Vzorek 10N se vyrobí z NSK buničiny, která je modifikována následujícím způsobem:

Působí se na vlákna o přibližně 3% počáteční koncentraci. Na 120 °F předeřhřátá destilovaná voda se nejprve smíchá se 15 ml 2% roztoku Carezyme® (1% (V/m) přidavkem Carezyme® 5.0 L na absolutně suchou buničinu) během asi 15 sekund pomocí laboratorního mixeru Lightnin'® (Lightnin', Rochester, NY) na 120 °F zahřáté vodní lázni. Koláč nemodifikované buničiny se předeřhřeje na asi 120 °F pomocí mikrovlnné trouby a poté se přidá do směsi enzym/voda. Aby bylo dosaženo plynulého obracení a promíchávání kaše buničiny, zvýší se rychlost míchání mixerem Lightnin'® a ponechá se reagovat asi 1 hodinu. Na konci reakční periody enzymu se pH kaše enzym/buničina upraví na hodnotu přibližně 10 s 0,1 mol.l⁻¹ hydroxidem sodným. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina přidá 25 ml 6% (m/V) roztoku disodné soli n-dodecenylyntarové kyseliny (příprava je popsána výše), aby byla získána úroveň 5% přidavku (hmotnost aktivní chemikálie/hmotnost vysušeného základu vláken) a ponechá se 30 nebo více minut neustále míchat při 120 °F. Po 30 minutách míchání se pH kaše enzym/buničina/n-dodecenylyntaran upraví na pH 7 s 0,5 mol.l⁻¹ kyselinou sírovou. Po úpravě pH se ke kaši enzym/buničina/n-dodecenylyntaran přidá 1,75 g chloridu vápenatého (J.T. Baker, Phillipsburg, NJ) rozpuštěného ve 20 ml destilované vody a míchá se po dalších 5 minut při 120 °F. Na konci zpracování se kaše buničiny kvantitativně převede a zbaví vody v Büchnerově nálevce s filtračním papírem. Výsledný koláč modifikované buničiny se poté rozředí na 2000 ml vodovodní vodou a před výrobou zkušebního archu se rozmělní při 3000 otáčkách v TAPPI Standardním dezintegrátoru.

Tabulka 10 uvádí výsledky ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek, poměr ohybový modul/pevnost v tahu za sucha, pevnost v tahu za sucha a ukazatel pevnosti v tahu za sucha, tloušťku a plošné hmotnosti vyrobených vzorků zkušebních archů o

nízké hustotě. Z tabulky lze vidět, že enzymatická modifikace vláken přípravkem Carezyme® následovaná přidavkem činidla odstraňujícího vazby a soli vede k podstatnému snížení ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek (DZST) u NSK vláken, přičemž se udrží nebolepší celkový ukazatel pevnosti archu v tahu za sucha (DT), ve srovnání se vzorkem zkušební archu vyrobeného z nemodifikovaných kontrolních vláken. Navíc archy vyrobené z modifikovaných vláken vykazují podstatně snížený průměrný poměry ohybového modulu/pevnosti v tahu za sucha ve srovnání s kontrolním vzorkem. Průměrný poměr ohybového modulu/pevnosti v tahu za sucha pro zkušební archy vyrobené s přípravkem Carezyme® a činidlem odstraňujícím vazby a pouze enzymem je 564 cm^{-2} a pouze enzymem modifikovanými vlákny je 673 cm^{-2} , což odpovídá v uvedeném pořadí průměrnému snížení 30,5 % a 17,1 %. Tato snížení indikují zvýšenou ohebnost a měkkost při stejné tloušťce a pevnost v tahu za sucha se zvýhodněnou kombinací přípravku Carezyme® a činidla odstraňujícího vazby.

Tabulka 10

Vzorek (popis*)	DZST (N.m/g)	Poměr ohybový modul/DT ($1/\text{cm}^2$)	% snížení ohybový modul/DT	DT (g/ palec)	DT (N.m/ g)	Tloušť- ka (mil)***	Plošná hmotnost (#/3000 stop čtverečných)
Kontrolní NSK**	137,9	812	-	1043	15,3	6,9	16,3
10A (0,5% Cz)	146,2	704	13,3	1061	15,4	7,9	16,4
10B (1,5% Cz)	138,6	682	16,0	1016	15,0	7,6	16,2
10C (0,5% CC)	140,1	701	13,7	1118	16,1	7,8	16,6
10D (1,5% CC)	130,3	606	25,4	1095	16,2	7,8	16,1
10E (1% Cz, 5% DDS, CaCl ₂)	110,6	616	23,5	1169	16,8	8,0	16,6
10F (1% Cz, 1% DDS, ZnCl ₂)	109,2	611	24,8	1390	19,2	7,8	17,3
10G (1% Cz,							

5% DDS, ZnCl ₂)	114,8	586	27,8	1226	16,5	8,1	17,8
10H (1% Cz, 1% ODS, CaCl ₂)	113,1	524	35,5	1401	19,5	8,1	17,1
10I (1% Cz, 5% ODS, CaCl ₂)	103,6	630	22,4	1381	19,2	7,8	17,2
10J (1% Cz, 1% DDS, CaCl ₂)	108,2	603	25,7	1344	18,5	8,2	17,3
10K (1% Cz, 1% ODS, ZnCl ₂)	113,0	504	37,9	1539	21,0	8,1	17,5
10L (1% Cz, 5% ODS, ZnCl ₂)	103,5	498	38,7	1446	19,9	8,3	17,4
10M (1% Cz, 5% DDS, ZnCl ₂)	107,6	529	34,9	1443	19,9	8,1	17,3
10N (1% Cz, 5% DDS, CaCl ₂)	109,4	541	33,4	1535	21,4	8,1	17,1

* Cz = Carezyme® 5.0 L

CC = Celluclast® 1.5 L

DDS = disodná sůl n-dodecenyljantarové kyseliny

ODS = disodná sůl n-oktadecenyljantarové kyseliny

ZnCl₂ = chlorid zinečnatý

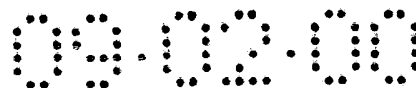
CaCl₂ = chlorid vápenatý

** Není příkladem předloženého vynálezu

*** Mil = 0,001 palce, to jest $2,540005 \cdot 10^{-5}$ m

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Modifikovaná celulósová vlákna, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mají ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 35 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících celulósových nemodifikovaných vláken.
2. Modifikovaná celulósová vlákna, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mají poměr ukazatele pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek k ukazateli pevnosti v tahu za mokra při nulové vzdálenosti svorek rovný 1,5 až 3.
3. Modifikovaná celulósová vlákna podle nároku 1 nebo 2, v y z n a č u j í c í s e t í m, že mají ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 40 % menší, s výhodou o alespoň 45 % menší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulósových vláken.
4. Modifikovaná celulósová vlákna podle nároku 1, v y z n a č u j í c í s e t í m, že vlákna se vyberou ze skupiny sestávající z modifikovaných sulfátových buničin severních, jižních a tropických měkkých dřev, s výhodou ze skupiny sestávající z modifikovaných vláken sulfátové buničiny severních měkkých dřev, modifikovaných vláken sulfátové buničiny jižních měkkých dřev a jejich směsí, modifikovaných sulfátových buničin severních, jižních a tropických tvrdých dřev, modifikovaných sulfitových buničin severních, jižních a tropických tvrdých dřev a modifikovaných sulfitových buničin severních, jižních a tropických měkkých dřev a jejich směsí.
5. Modifikovaná celulósová vlákna podle kteréhokoliv z nároků 1 až 4, v y z n a č u j í c í s e t í m, že modifikovaná vlákna se vyrobí smísením jednoho nebo více celulasových enzymů a celulósových vláken a ponecháním směsi reagovat po dostatečnou časovou periodu, aby se snížil ukazatel pevnosti vláken v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 35 %.
6. Vlákniatá struktura, v y z n a č u j í c í s e t í m, že nemá hustotu větší, než $0,4 \text{ g/cm}^3$ a obsahuje modifikovaná celulósová vlákna s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 15 % menším, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové



vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken a dále tím, že vláknitá struktura má ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha o alespoň 30 % menší, než ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha vláknité struktury vyrobené z odpovídajících nemodifikovaných vláken.

7. Vlákniatá struktura podle nároku 6, v y z n a č u j í c í s e t í m, že obsahuje modifikovaná celulóзовá vlákna s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 20 % menším, s výhodou o alespoň 25 % menším, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken a dále tím, že vláknitá struktura má ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha, který je o alespoň 35 % menší, s výhodou o alespoň 40 % menší, než ohybový modul na jednotkovou pevnost v tahu za sucha vláknité struktury vyrobené z odpovídajících nemodifikovaných vláken.

8. Vlákniatá struktura podle nároku 6 nebo 7, v y z n a č u j í c í s e t í m, že modifikovaná vlákna se vyberou ze skupiny sestávající z modifikovaných sulfátových buničin severních, jižních a tropických měkkých dřev, z modifikovaných sulfátových buničin severních, jižních a tropických tvrdých dřev, z modifikovaných sulfitových buničin severních, jižních a tropických tvrdých dřev, z modifikovaných sulfitových buničin severních, jižních a tropických měkkých dřev a jejich směsí.

9. Vlákniatá struktura podle kteréhokoliv z předchozích nároků 6 až 8, v y z n a č u j í c í s e t í m, že zkušební arch v podstatě sestávající z modifikovaných celulóзовých vláken má ukazatel pevnosti v tahu za sucha, který je alespoň 90 % z ukazatele pevnosti v tahu za sucha odpovídajícího zkušebnímu archu v podstatě sestávajícího z odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken, s výhodou má ukazatel pevnosti v tahu za sucha, který je o alespoň 5 % větší, než ukazatel pevnosti v tahu za sucha odpovídajícího zkušebnímu archu v podstatě sestávajícího z odpovídajících nemodifikovaných celulóзовých vláken.

10. Způsob výroby modifikovaných celulóзовých vláken, v y z n a č u j í c í s e t í m, že zahrnuje smísení jednoho nebo více celulasových enzymů a celulóзовých vláken a ponechání směsi reagovat po časovou periodu, která je dostatečná pro snížení ukazatele pevnosti vláken v

tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek o alespoň 35 % ve srovnání s ukazatelem pevnosti v tahu za sucha při nulové vzdálenosti svorek odpovídajících nemodifikovaných vláken.

11. Způsob podle nároku 10, v y z n a č u j í c í s e t í m, že činidlo odstraňující vazby také reaguje s vlákny.

12. Způsob podle nároku 10 nebo 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jeden nebo více enzymů patřící do třídy celulas 45 se smísí s celulóзовými vlákny, s výhodou se tento jeden nebo více enzymů vybere ze skupiny sestávající z endoglukanasy EG V, přípravků Celluclast®, Celluzyme®, Pergolase® a jejich směsí.

13. Způsob podle nároku 11, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jedno nebo více činidel odstraňujících vazby se smísí s celulóзовými vlákny po zreagování vláken s jedním nebo více enzymy.

14. Způsob podle nároku 11 nebo 13, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jedno nebo více činidel odstraňujících vazby se smísí s vlákny na hladině alespoň 1 % z hmotnosti modifikovaných vláken za sucha.

15. Způsob podle nároku 11, 13 nebo 14, v y z n a č u j í c í s e t í m, že jedno nebo více činidel odstraňujících vazby se vybere ze skupiny sestávající z nasycených a nenasycených mastných kyselin a solí mastných kyselin, anhydridů alkenylsubstituovaných jantarových kyselin, alkenylsubstituovaných jantarových kyselin, alkenylsubstituovaných jantanů, sorbitolových mono-, di- a triesterů nasycených a nenasycených mastných kyselin, terciárních aminů a jejich derivátů, aminoxidů, kvartérních aminů, sloučenin založených na silikonu, částicových silikátů a jejich směsí.