(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2015-127467
(P2015-127467A)
(43)公開日　平成27年7月9日(2015.7.9)

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード（参考）
D21H 11/18	(2006.01)	D21H	11/18	4L055
D21F 1/00	(2006.01)	D21F	1/00	

審査請求 有　請求項の数 5　ＯＬ　（全 19 頁）

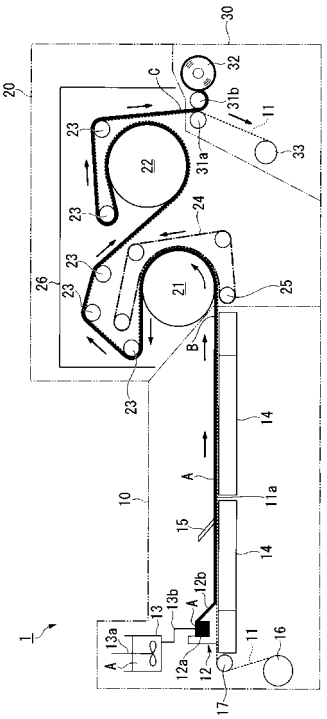
(21)出願番号　特願2015-45159(P2015-45159)
(22)出願日　平成27年3月6日(2015.3.6)
(62)分割の表示　特願2011-238762(P2011-238762)の分割
原出願日　平成23年10月31日(2011.10.31)

(71)出願人　000122298
王子ホールディングス株式会社
東京都中央区銀座４丁目７番５号
(74)代理人　100064908
弁理士　志賀　正武
(74)代理人　100108578
弁理士　高橋　詔男
(74)代理人　100094400
弁理士　鈴木　三義
(74)代理人　100106057
弁理士　柳井　則子
(72)発明者　三上　英一
東京都江東区東雲一丁目１０番６号　王子ホールディングス株式会社　東雲研究センター内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】微細繊維含有シートの製造方法

(57)【要約】
【課題】ある程度厚みのある微細繊維含有シートを、高い歩留まりで且つ簡便に、地合いを損なわずに製造できる微細繊維含有シートの製造方法を提供する。
【解決手段】本発明の微細繊維含有シートの製造方法は、平均繊維径１～１０００ｎｍの微細繊維を含有する微細繊維分散液Ａを、抄紙用ワイヤー１１を備える連続抄紙機（製造装置１）を用いて脱水し、乾燥して、坪量１５ｇ／ｍ^{2}以上の微細繊維含有シートＣを製造する方法であって、前記微細繊維分散液を前記抄紙用ワイヤーに供給する前に該抄紙用ワイヤーを水で湿潤させる工程を有し、微細繊維分散液Ａとして、ＪＩＳ Ｋ７１１７：１９８７に準じて測定した粘度が３０～２００００ｍＰａ・ｓ、かつ、微細繊維含有濃度が０．４５質量％超５．５質量％以下のものを用いる。
【選択図】図１



【特許請求の範囲】
【請求項１】
平均繊維径１～１０００ｎｍの微細繊維を含有する微細繊維分散液を、抄紙用ワイヤーを備える連続抄紙機を用いて脱水し、乾燥して、坪量１５ｇ／ｍ^{2}以上の微細繊維含有シートを製造する方法であって、
前記微細繊維分散液を前記抄紙用ワイヤーに供給する前に該抄紙用ワイヤーを水で湿潤させる工程を有し、
前記微細繊維分散液として、ＪＩＳ Ｋ７１１７：１９８７に準じて測定した粘度が３０～２００００ｍＰａ・ｓ、かつ、微細繊維含有濃度が０．４５質量％超５．５質量％以下のものを用いることを特徴とする微細繊維含有シートの製造方法。
【請求項２】
微細繊維分散液を抄紙用ワイヤー上に塗布して供給する請求項１に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
【請求項３】
微細繊維分散液を抄紙用ワイヤー上に流下させて供給する請求項１に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
【請求項４】
微細繊維分散液を攪拌しながら前記抄紙用ワイヤーに供給する請求項１～３のいずれか一項に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
【請求項５】
前記抄紙用ワイヤーに供給した微細繊維分散液の表面を掻き均して厚さを調整する請求項１～４のいずれか一項に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、微細繊維含有シートの製造方法に関する。
【背景技術】
【０００２】
繊維径が１μｍ以下の微細繊維を含有するシート（以下、「微細繊維含有シート」という。）は機械的強度が高いなどの利点を有し、様々な用途への適用が検討されている。微細繊維含有シートの製造方法としては、例えば、微細繊維を含む水分散液（以下、「微細繊維分散液」という。）を連続抄紙する方法が知られている（特許文献１）。
【０００３】
紙製品を抄紙する際のスラリー濃度を高くしすぎると、スラリーの粘度が高くなりすぎて、坪量の均一性（いわゆる「地合い」）が悪くなることが知られている。繊維径が１μｍ以下の微細繊維分散液は、紙製品抄紙用スラリーと比較して極めて高粘度になりやすい。それらの点を鑑みると、微細繊維分散液の濃度を低くするべきと考えられ、具体的に、特許文献１に記載の製造方法では、微細繊維含有量が０．４５質量％以下の微細繊維分散液を使用していた。
ところで、微細繊維含有シートは、用途によってはある程度厚みのあるものが求められる。しかし、低濃度の微細繊維分散液を連続抄紙して厚みのある微細繊維含有シートを製造する場合には、抄紙用ワイヤーの幅方向の端部から流れ落ちる微細繊維分散液の量が多いため、歩留まりが低かった。
【０００４】
特許文献２には、微細繊維を含む分散液より作製した薄いシートを複数枚積層してシートの厚みを確保する方法が開示されている。しかし、シートを積層する方法は工程が煩雑になる問題を有していた。
【先行技術文献】
【特許文献】
【０００５】

【特許文献１】特開２０１０－２０２９８７号公報
【特許文献２】特開２００９－９６１６７号公報
【発明の概要】
【発明が解決しようとする課題】
【０００６】
本発明は、ある程度厚みのある（具体的には坪量１５ｇ／ｍ^{2}以上の）微細繊維含有シートを、高い歩留まりで且つ簡便に、地合いを損なわずに製造できる微細繊維含有シートの製造方法を提供することを目的とする。
【課題を解決するための手段】
【０００７】
本発明者らが、ある程度高濃度の分散液を連続抄紙して微細繊維含有シートを製造したところ、実用レベルの地合いが得られ、しかも歩留まりも向上することを見出した。
【０００８】
すなわち、本発明は以下の態様を有する。
［１］平均繊維径１～１０００ｎｍの微細繊維を含有する微細繊維分散液を、抄紙用ワイヤーを備える連続抄紙機を用いて脱水し、乾燥して、坪量１５ｇ／ｍ^{2}以上の微細繊維含有シートを製造する方法であって、前記微細繊維分散液を前記抄紙用ワイヤーに供給する前に該抄紙用ワイヤーを水で湿潤させる工程を有し、前記微細繊維分散液として、ＪＩＳ Ｋ７１１７：１９８７に準じて測定した粘度が３０～２００００ｍＰａ・ｓ、かつ、微細繊維含有濃度が０．４５質量％超５．５質量％以下のものを用いることを特徴とする微細繊維含有シートの製造方法。
［２］微細繊維分散液を抄紙用ワイヤー上に塗布して供給する［１］に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
［３］微細繊維分散液を抄紙用ワイヤー上に流下させて供給する［１］に記載の微細繊維含有シートの製造方法。
［４］微細繊維分散液を攪拌しながら前記抄紙用ワイヤーに供給する［１］～［３］のいずれかに記載の微細繊維含有シートの製造方法。
［５］前記抄紙用ワイヤーに供給した微細繊維分散液の表面を掻き均して厚さを調整する［１］～［４］のいずれかに記載の微細繊維含有シートの製造方法。
【発明の効果】
【０００９】
本発明の微細繊維含有シートの製造方法によれば、ある程度厚みのある微細繊維含有シートを、高い歩留まりで且つ簡便に、地合いを損なわずに製造できる。
【図面の簡単な説明】
【００１０】
【図１】本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第１実施形態で使用される製造装置の概略構成図である。
【図２】本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第２実施形態で使用される製造装置の概略構成図である。
【図３】本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第３実施形態で使用される製造装置の概略構成図である。
【発明を実施するための形態】
【００１１】
（微細繊維含有シート）
本発明で得られる微細繊維含有シートは、少なくとも微細繊維を含有するシートである。
本発明における微細繊維は、通常製紙用途で用いるパルプ繊維よりもはるかに幅の狭いセルロース繊維あるいは棒状粒子である。さらに、微細繊維は、結晶状態のセルロース分子の集合体であり、その結晶構造はＩ型（平行鎖）である。
微細繊維の幅は電子顕微鏡で観察して１ｎｍ～１０００ｎｍであり、好ましくは２ｎｍ

～５００ｎｍ、より好ましくは４ｎｍ～１００ｎｍである。繊維の幅が１ｎｍ未満であると、セルロース分子として水に溶解しているため、微細繊維としての物性（強度や剛性、寸法安定性）が発現しなくなる。１０００ｎｍを超えると微細繊維とは言えず、通常のパルプに含まれる繊維にすぎないため、微細繊維としての物性（強度や剛性、寸法安定性）が得られない。また、微細繊維に透明性が求められる用途においては、微細繊維の幅は５０ｎｍ以下が好ましい。

微細繊維から得られる複合材料は、一般的に緻密な構造体となるために強度が高く、セルロース結晶に由来した高い弾性率が得られることに加え、可視光の散乱が少ないため透明性も得られる。

【００１２】

ここで、微細繊維がＩ型結晶構造をとっていることは、グラファイトで単色化したＣｕＫα（λ＝１．５４１８Å）を用いた広角Ｘ線回折写真より得られる回折プロファイルにおいて、２θ＝１４～１７°付近と２θ＝２２～２３°付近の２箇所の位置に典型的なピークをもつことから同定することができる。また、微細繊維の電子顕微鏡観察による繊維幅の測定は以下のようにして行う。濃度０．０５～０．１質量％の微細繊維の水系懸濁液を調製し、該懸濁液を親水化処理したカーボン膜被覆グリッド上にキャストしてＴＥＭ観察用試料とする。幅の広い繊維を含む場合には、ガラス上にキャストした表面のＳＥＭ像を観察してもよい。構成する繊維の幅に応じて１０００倍、５０００倍、１００００倍あるいは５００００倍のいずれかの倍率で電子顕微鏡画像による観察を行う。ただし、試料、観察条件や倍率は下記の条件を満たすように調整する。

（１）観察画像内の任意箇所に一本の直線Ｘを引き、該直線Ｘに対し、２０本以上の繊維が交差する。

（２）同じ画像内で該直線と垂直に交差する直線Ｙを引き、該直線Ｙに対し、２０本以上の繊維が交差する。

上記条件を満足する観察画像に対し、直線Ｘ、直線Ｙと交錯する繊維の幅を目視で読み取る。こうして少なくとも重なっていない表面部分の画像を３組以上観察し、各々の画像に対して、直線Ｘ、直線Ｙと交錯する繊維の幅を読み取る。このようにして少なくとも２０本×２×３＝１２０本の繊維幅を読み取る。本発明の微細繊維幅はこのように読み取った繊維幅の平均値である。

【００１３】

本発明における微細繊維の繊維長は１μｍ～１０００μｍが好ましく、５μｍ～８００μｍがより好ましく、１０μｍ～６００μｍが特に好ましい。繊維長が１μｍ未満になると、微細繊維含有シートを形成しにくくなり、１０００μｍを超えると、微細繊維のスラリー粘度が非常に高くなり、取り扱い性が低下する。繊維長は、ＴＥＭ、ＳＥＭまたはＡＦＭの画像解析より求めることができる。上記繊維長は、微細繊維の３０質量％以上を占める繊維長である。

【００１４】

本発明における微細繊維の軸比は１００～１００００の範囲であることが好ましい。軸比が１００未満であると、微細繊維含有シートを形成しにくくなるおそれがあり、軸比が１００００を超えると、微細繊維分散液の粘度が高くなりすぎることがある。

【００１５】

微細繊維の製造方法には特に制限はないが、グラインダー（石臼型粉砕機）、高圧ホモジナイザーや超高圧ホモジナイザー、高圧衝突型粉砕機、ディスク型リファイナー、コニカルリファイナー、超音波ホモジナイザーなどの機械的作用を利用する湿式粉砕でセルロース系繊維を細くする方法が好ましい。

また、後述するようにアセチル化などの化学修飾、ＴＥＭＰＯ酸化、オゾン処理、酵素処理などの化学処理を施してから微細化してもよい。

【００１６】

微細化するセルロース系繊維としては、植物由来のセルロース、動物由来のセルロース、バクテリア由来のセルロースなどが挙げられるが、植物由来のセルロース、特に木材系

セルロースが好ましい。木材系セルロースから得られる微細繊維は化学処理や機械的処理の程度により微細繊維の繊維径や繊維長を制御しやすい。これは、木材系セルロース繊維の直径が２～４ｎｍのシングルナノファイバーで構成されたミクロフィブリル繊維の集合体（直径数μｍ～数十μｍ、繊維長０．１ｍｍ～数ｍｍ）であるため、微細化方法によって繊維径や繊維長を容易に調整できる。そのため、光の拡散性、散乱性および透過性を容易に制御できる。なお、木材系セルロースは、広葉樹や針葉樹から得られる木材チップを化学処理することで得られる。

【００１７】

セルロース系繊維を微細化する前の化学処理としては、脱脂処理、脱リグニン処理、脱ヘミセルロース処理、クラフト処理、スルファイト処理、漂白処理、酵素処理が挙げられる。

これらの処理をするセルロース系繊維は、通常の紙用のパルプ製造に用いられる木材チップあるいは木材チップを粉砕した木粉を原料として好適に使用できる。

木材チップとしては、例えば、厚み２ｍｍ～８ｍｍ、直径数ｃｍの針葉樹チップまたは広葉樹チップが挙げられる。木粉としては、木材チップの含水率が１０質量％以下になるように天日干しあるいは強制的に乾燥機で乾燥させた後、粉砕処理工程でチップを粉砕し、木粉を製造する。ここで、木粉の粒子径は０．１ｍｍ～１ｍｍが好ましい。木粉の直径を小さくすると、得られる微細繊維の繊維長も短くなる。

【００１８】

上記脱脂処理では、炭酸ナトリウム等の炭酸塩、アルコール、アルコール－ベンゼンの１：２混合溶液であるアルベン、ベンゼン、脂肪酸のトリグリセリドを分解する酵素であるリパーゼなどを適宜用いることができ、常温で攪拌しながらあるいは高温高圧で処理する方法が挙げられる。これらのうち、薬剤としては安価で且つ有機溶媒ではなく、さらに圧力容器を用いないで簡便に使用でき、しかも脱脂効率が高いことから、炭酸ナトリウムを用いる方法が好ましい。

【００１９】

脱リグニン処理の方法としては、過酢酸、過硫酸、過炭酸、過リン酸、次過塩素酸、過安息香酸、メタクロロ過安息香酸、過ギ酸、過プロピオン酸等の過酸を用いる方法、亜塩素酸と酢酸を用いるＷｉｓｅ法などが挙げられる。これらのうちでも、木材パルプの漂白にも利用され、取り扱い性が良好な過酢酸を用いる方法、Ｗｉｓｅ法が好ましい。

【００２０】

過酢酸を単独で用いる方法またはＷｉｓｅ法では、ｐＨを４以下とすることが好ましい。脱脂された原料に対する脱リグニン剤の配合割合は５０～５００質量％であることが好ましく、９０～２５０質量％であることがより好ましい。脱リグニン処理時の温度は７０～９９℃が好ましく、８０～９８℃がより好ましい。温度が７０℃未満であると、脱リグニン反応の効率が低下して着色した状態になるおそれがあり、９９℃を超えると、微細繊維化が困難になるおそれがある。処理時間は、過酢酸を用いる場合では０．５～２．０時間が好ましく、Ｗｉｓｅ法では４～６時間が好ましい。

【００２１】

前記脱ヘミセルロース処理としては、アルカリ金属の水酸化物の水溶液に室温で一晩浸漬処理する方法、前記水溶液で攪拌しながら高温で短時間処理する方法、前記水溶液中で攪拌しながら高温高圧下で処理する方法などが挙げられる。アルカリ金属の水酸化物としては、薬品としては安価で、常温常圧で使用でき、しかも脱ヘミセルロース反応の効率が高いことから、水酸化カリウムが好ましい。

【００２２】

微細繊維の原料としては、クラフトパルプあるいはサルファイトパルプを用いることができる。クラフトパルプは針葉樹や広葉樹などの木材チップを水酸化ナトリウム（ＮａＯＨ）と硫化ナトリウム（Na_2S）を含む水溶液を１００～１８０℃の高温、０．１～０．８ＭＰａの高圧で蒸煮し、木材チップ中の脂肪分やリグニン、ヘミセルロースを除去することで得られる。必要に応じて、二酸化塩素やオゾンなどによって漂白処理を施しても

よい。
サルファイトパルプは、亜硫酸カルシウムや亜硫酸マグネシウムなどの亜硫酸塩の水溶液で木材チップを１２０～１８０℃、０．４～１．０ＭＰａで蒸煮し、木材チップ中の脂肪分やリグニン、ヘミセルロースを除去することで得られる。必要に応じて、二酸化塩素やオゾンなどによって漂白処理を施してもよい。
【００２３】
上記精製されたセルロース繊維を微細化する前に、解繊をしやすくするために、化学修飾を行ってもよい。ここで、化学修飾とは、セルロース中の水酸基が化学修飾剤と反応して化学修飾されたものである。
化学修飾によって導入される官能基としては、カルボキシ基、アセチル基、硫酸基、スルホン酸基、アクリロイル基、メタクリロイル基、プロピオニル基、プロピオロイル基、ブチリル基、２－ブチリル基、ペンタノイル基、ヘキサノイル基、ヘプタノイル基、オクタノイル基、ノナノイル基、デカノイル基、ウンデカノイル基、ドデカノイル基、ミリストイル基、パルミトイル基、ステアロイル基、ピバロイル基、ベンゾイル基、ナフトイル基、ニコチノイル基、イソニコチノイル基、フロイル基、シンナモイル基等のアシル基、２－メタクリロイルオキシエチルイソシアノイル基等のイソシアネート基、メチル基、エチル基、プロピル基、２－プロピル基、ブチル基、２－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、ミリスチル基、パルミチル基、ステアリル基等のアルキル基、オキシラン基、オキセタン基、チイラン基、チエタン基等が挙げられる。
【００２４】
セルロースの化学修飾は、通常の方法を採ることができる。すなわち、セルロースを化学修飾剤と反応させることによって化学修飾することができる。必要に応じて、溶媒、触媒を用いたり、加熱、減圧等を行ったりしてもよい。
化学修飾剤の種類としては、酸、酸無水物、アルコール、ハロゲン化試薬、アルコール、イソシアナート、アルコキシシラン、オキシラン（エポキシ）等の環状エーテルが挙げられる。これらは１種を単独で使用してもよいし、２種以上を併用してもよい。
酸としては、例えば、酢酸、アクリル酸、メタクリル酸、プロパン酸、ブタン酸、２－ブタン酸、ペンタン酸等が挙げられる。
【００２５】
化学修飾を行った後には、反応を終結させるために水で充分に洗浄することが好ましい。未反応の化学修飾剤が残留していると、後で着色の原因になったり、樹脂と複合化する際に問題となったりすることがある。水で充分に洗浄した後、さらにアルコール等の有機溶媒で置換することが好ましい。この場合、セルロースをアルコール等の有機溶媒に浸漬しておくことで置換される。
【００２６】
微細繊維含有シートには、必要に応じて、樹脂またはゴムが含まれてもよい。樹脂またはゴムが含まれると、得られる微細繊維含有シートは複合材料となる。
上記複合材料は、微細繊維分散液に高分子エマルションを混合し、抄紙して作製することができる。
ここで、高分子エマルションとは、天然高分子あるいは合成高分子のエマルションであり、粒子径が０．００１～１０μｍ程度、好ましくは０．０１～１．０μｍ程度の微細な高分子粒子で、水中に分散した乳白色の液体である。
高分子エマルションは、通常、乳化重合により製造される、高分子ラテックスと称されることもある。
高分子エマルションとして使用可能な高分子としては特に限定されないが、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリ酢酸ビニル、エチレン－酢酸ビニル共重合体、ポリ（メタ）アクリル酸アルキルエステル重合体、（メタ）アクリル酸アルキルエステル共重合体、ポリ（メタ）アクリロニトリル、ポリエステル、ポリウレタン等の樹脂エマルション、天然ゴム、スチレン－ブタジエン共重合体、（メタ）アクリロニトリル－

ブタジエン共重合体、ポリイソプレン、ポリクロロプレン、スチレン－ブタジエン－メチルメタクリレート共重合体、スチレン－（メタ）アクリル酸アルキルエステル共重合体等が挙げられる。

また、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリウレタン、エチレン－酢酸ビニル共重合体等を後乳化法によってエマルション化したものであってもよい。

【００２７】

微細繊維とエマルションの配合比は特に限定されず、エマルション量は、微細繊維１００質量部に対して５００質量部未満であることが好ましく、１０～２００質量部であることがより好ましく、２５～１００質量部であることがさらに好ましい。

エマルション量が前記下限値以上であれば、複合材料として充分に機能し、前記上限値以下であれば、ワイヤーからの剥離性の低下を防止できる。

微細繊維とエマルションとを混合する方法としては、微細繊維分散液に高分子エマルションを、攪拌装置により攪拌しながら投入する方法が挙げられる。

攪拌装置としては、アジテーター、ホモミキサー、パイプラインミキサーなどを使用することができる。

【００２８】

また、微細繊維含有シートには、必要に応じて、一般的な紙と同様に、サイズ剤、紙力増強剤、填料などが含まれても構わない。

【００２９】

本発明で製造される微細繊維含有シートの坪量は１５ｇ／ｍ^{2}以上であり、２５ｇ／ｍ^{2}以上であることが好ましい。坪量が前記下限値未満では、厚みのあるシートの用途に対しては厚みが不充分である。また、微細繊維含有シートの坪量は、生産性の点から、１５０ｇ／ｍ^{2}以下であることが好ましく、１００ｇ／ｍ^{2}以下であることがより好ましい。

【００３０】

＜第１実施形態＞

本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第１実施形態について説明する。

（微細繊維含有シートの製造装置）

本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法で使用される製造装置について説明する。

図１に、本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法で使用する製造装置を示す。本実施形態の製造装置１は、連続抄紙機であり、脱水セクション１０と、脱水セクション１０の下流側に設けられた乾燥セクション２０と、乾燥セクション２０の下流側に設けられた巻取セクション３０とを具備するものである。

【００３１】

［脱水セクション］

脱水セクション１０は、微細繊維分散液Ａを脱水して含水ウェブＢを得るセクションである。

本実施形態における脱水セクション１０は、濾材である抄紙用ワイヤー１１と、抄紙用ワイヤー１１に微細繊維分散液Ａを供給する傾斜面分散液流下手段１２（分散液供給手段）と、傾斜面分散液流下手段１２に微細繊維分散液Ａを供給するための供給タンク１３と、抄紙用ワイヤー１１の下側に設けられた吸引手段１４と、抄紙用ワイヤー１１上に供給された分散液の表面を掻き均すブレード１５と、抄紙用ワイヤー１１を送出する送出リール１６と、送出リール１６から送出した抄紙用ワイヤー１１の走行方向を転回させるガイドロール１７とを備える。

【００３２】

抄紙用ワイヤー１１は、水平に配置されており、抄紙用ワイヤー１１によって微細繊維分散液Ａを脱水するようになっている。

抄紙用ワイヤー１１としては、多孔質フィルム（例えばメンブレンフィルターなど）、プラスチックワイヤー、金属ワイヤー、微細繊維などの織布や不織布、紙類（例えば、上質紙、塗工紙等）を使用することができ、これらのうち、紙類が好ましい。

【００３３】

本実施形態における傾斜面分散液流下手段１２は、微細繊維分散液Ａを溜める液溜部１２ａと、液溜部１２ａから溢れた微細繊維分散液Ａを流下させる傾斜面１２ｂとを有するものであり、傾斜面１２ｂの下端が抄紙用ワイヤー１１の上に位置するように配置されている。

供給タンク１３は、その内部に収容された微細繊維懸濁液Ａを攪拌する攪拌機１３ａを有している。また、供給タンク１３には、微細繊維懸濁液Ａを傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａに供給するための配管１３ｂが設けられている。

吸引手段１４は、その上面に多数の吸引孔が形成され、その吸引孔には真空ポンプ（図示せず）が接続されている。

【００３４】

脱水セクション１０では、送出リール１６から抄紙用ワイヤー１１を送出し、送出した抄紙用ワイヤー１１をガイドロール１７にて走行方向を転回させ、乾燥セクション２０に向けて吸引手段１４上を走行させるようになっている。

また、供給タンク１３内の微細繊維分散液Ａを攪拌機１３ａにより攪拌しながら、配管１３ｂを介して傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａに供給するようになっている。

また、傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａから溢れ出た微細繊維分散液Ａを傾斜面１２ｂに沿って流下させ、抄紙用ワイヤー１１の上面に供給できるようになっている。

また、吸引手段１４を用いて、抄紙用ワイヤーの裏側から微細繊維分散液Ａを吸引することによって、抄紙用ワイヤー１１に供給した微細繊維分散液Ａを脱水できるようになっている。

また、ブレード１５によって、抄紙用ワイヤー１１に供給した微細繊維分散液Ａの表面を掻き均して微細繊維分散液Ａの塗膜の厚さを調整できるようになっている。

【００３５】

［乾燥セクション］

乾燥セクション２０は、含水ウェブＢを乾燥して微細繊維含有シートＣを得るセクションである。

本実施形態における乾燥セクション２０は、第１ドライヤー２１と、第１ドライヤー２１よりも下流側に設けられた第２ドライヤー２２と、乾燥中の含水ウェブＢの走行方向をガイドする含水ウェブ用ガイドロール２３と、第１ドライヤー２１の外周面の一部に沿って配置された無端状のフェルト布２４と、フェルト布２４の走行方向をガイドするフェルト布用ガイドロール２５と、第１ドライヤー２１および第２ドライヤー２２を収容するフード２６とを備えている。

第１ドライヤー２１および第２ドライヤー２２はシリンダードライヤーから構成されており、加熱可能になっている。

フェルト布２４は無端状にされ、フェルト布用ガイドロール２５に掛け回されて循環走行するようになっている。

【００３６】

乾燥セクション２０では、含水ウェブＢの、脱水セクション１０にて抄紙用ワイヤー１１に接していなかった面を、加熱した第１ドライヤー２１の外周面の約半周に巻き掛けて接触させるようになっている。また、脱水セクション１０にて抄紙用ワイヤー１１に接していた面を、循環走行するフェルト布２４で押さえ付けて支持するようになっている。これにより、第１ドライヤー２１によって含水ウェブＢを乾燥するようになっている。

また、第１ドライヤー２１により乾燥した含水ウェブＢを、含水ウェブ用ガイドロール２３に介在させて、第２ドライヤー２２に移送するようになっている。

また、含水ウェブＢの表面を、加熱した第２ドライヤー２２の外周面の外周面の約３／４周に巻き掛けて接触させ、含水ウェブＢをさらに乾燥するようになっている。

【００３７】

［巻取セクション］

巻取セクション３０は、抄紙用ワイヤー１１から微細繊維含有シートＣを分離し、これを巻き取るセクションである。

本実施形態における巻取セクション３０は、抄紙用ワイヤー１１から微細繊維含有シートＣを分離する一対の分離ローラ３１ａ，３１ｂと、微細繊維含有シートＣを巻き取る巻取りリール３２と、使用済みの抄紙用ワイヤー１１を巻き取って回収する回収リール３３とを備える。分離ローラ３１ｂは抄紙用ワイヤー１１側に、分離ローラ３１ａは微細繊維含有シートＣ側に配置されている。

【００３８】

巻取セクション３０では、抄紙用ワイヤー１１および微細繊維含有シートＣを一対の分離ローラ３１ａ，３１ｂで挟んだ後に、微細繊維含有シートＣを抄紙用ワイヤー１１から分離させて一方の分離ローラ３１ａの表面に転移させるようになっている。

また、分離ローラ３１ａの表面から引き離した微細繊維含有シートＣを巻取りリール３２により巻き取り、使用した抄紙用ワイヤー１１を回収リール３３により巻き取るようになっている。

【００３９】

（微細繊維含有シートの製造方法）

上記製造装置１を用いた本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法について説明する。本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法は、微細繊維分散液Ａを脱水して含水ウェブＢを得る脱水工程と、含水ウェブＢを乾燥させて微細繊維含有シートＣを得る乾燥工程と、微細繊維含有シートＣを巻き取る巻取工程とを有する。

【００４０】

［脱水工程］

脱水工程では、まず、送出リール１６から抄紙用ワイヤー１１を送出し、送出した抄紙用ワイヤー１１をガイドロール１７にて走行方向を転回させ、乾燥セクション２０に向けて吸引手段１４上を走行させる。

また、供給タンク１３内の微細繊維分散液Ａを攪拌機１３ａにより攪拌しながら、配管１３ｂを介して、傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａに供給する。次いで、傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａから溢れ出た微細繊維分散液Ａを傾斜面１２ｂに沿って流下させて、抄紙用ワイヤー１１の上面に供給する。

次いで、抄紙用ワイヤー１１に供給した微細繊維分散液Ａの表面を、ブレード１５によって掻き均して、微細繊維分散液Ａの塗膜の厚さを調整する。また、吸引手段１４を用いて微細繊維分散液Ａ中の水を吸引して、抄紙用ワイヤー１１上の微細繊維分散液Ａを脱水して、含水ウェブＢを得る。

【００４１】

抄紙用ワイヤー１１に微細繊維分散液Ａを供給する前には、予め抄紙用ワイヤー１１に水を含浸させて湿潤状態にしてもよい。抄紙用ワイヤー１１に微細繊維分散液Ａを吐出すると、ワイヤーの吸水により伸びてシワが発生することがあるが、予め湿潤状態にすれば、そのシワの発生を防止できる。

抄紙用ワイヤー１１を湿潤状態にする手段としては、抄紙用ワイヤー１１を水に浸漬させる水槽、水の塗工装置が挙げられる。水の塗工装置としては、ブレードコーター、エアーナイフコーター、ロールコーター、バーコーター、グラビアコーター、ロッドブレードコーター、リップコーター、カーテンコーター、ダイコーター等を使用することができる。

【００４２】

微細繊維含有シートＣが樹脂を含有する場合には、微細繊維分散液Ａに、粒子径が０．００１～１０μｍの天然樹脂あるいは合成樹脂の粒子が水中に乳化した樹脂エマルションを含有させればよい。微細繊維含有シートＣがゴムを含有する場合には、微細繊維分散液Ａに、粒子径が０．００１～１０μｍの天然ゴムあるいは合成ゴムの粒子が水中に乳化したゴムエマルションを含有させればよい。

【００４３】

微細繊維分散液Ａの粘度は３０～２００００ｍＰａ・ｓである。ここで、粘度は、ＪＩＳ Ｋ７１１７：１９８７に準じて測定した値である。微細繊維分散液Ａにおける粘度が

前記下限値未満であると、歩留まりが低く、前記上限値を超えると、地合いが損なわれる。上記傾斜面分散液流下手段１２を用いる本実施形態では、微細繊維分散液Ａの粘度は１００～１０００ｍＰａ・ｓであることが好ましく、１５０～８５０ｍＰａ・ｓであることがより好ましい。

粘度は、微細繊維含有濃度によって調整することができる。なお、粘度は、微細繊維の平均繊維径が小さい程、高くなる傾向にある。

【００４４】

微細繊維分散液Ａにおける微細繊維含有濃度は０．４５質量％超５．５質量％以下である。微細繊維分散液Ａにおける微細繊維含有濃度が前記下限値以下であると、歩留まりが低くなり、前記上限値を超えると、地合いが損なわれる。

上記傾斜面分散液流下手段１２を用いる本実施形態では、微細繊維分散液Ａにおける微細繊維含有濃度は０．５～２．０質量％であることが好ましく、０．７～１．８質量％であることがより好ましい。

【００４５】

［乾燥工程］

乾燥工程では、まず、抄紙用ワイヤー１１上の含水ウェブＢを第１ドライヤー２１の外周面に接触させて、含水ウェブＢに残留していた水分を蒸発させる。蒸発した水分は、抄紙用ワイヤー１１の細孔を通り、さらにフェルト布２４を通過して蒸発する。

次いで、含水ウェブＢを第２ドライヤー２２の外周面に接触させて、含水ウェブＢに残留していた水分をさらに蒸発させる。これにより、微細繊維含有シートＣを得る。

【００４６】

［巻取工程］

巻取工程では、抄紙用ワイヤー１１および微細繊維含有シートＣを一対の分離ローラ３１ａ，３１ｂで挟み、微細繊維含有シートＣを抄紙用ワイヤー１１から分離させて一方の分離ローラ３１ａの表面に転移させる。そして、分離ローラ３１ａの表面から微細繊維含有シートＣを引き離して、巻取りリール３２により巻き取る。それと共に、使用した抄紙用ワイヤー１１を回収リール３３により巻き取る。

【００４７】

（作用効果）

上記実施形態の微細繊維含有シートの製造方法は、粘度と微細繊維含有濃度の両方が高い微細繊維分散液を連続抄紙する方法であり、薄いフィルムを積層する必要がないため、簡便である。また、高濃度の微細繊維分散液Ａを連続抄紙することにより、抄紙用ワイヤー１１の幅方向の端部から流れ落ちる微細繊維分散液量を少なくすることができ、歩留まりを向上させることができる。さらに、得られる微細繊維含有シートＣの地合いが良好になる。

また、上記実施形態の製造方法では、抄紙用ワイヤー１１に供給した微細繊維分散液Ａの表面をブレード１５により掻き均して厚さを調整するため、厚さの均一性をより確保しやすく、得られる微細繊維含有シートＣの地合いがより良好になる。

【００４８】

微細繊維は比重が１よりも大きいものが多く、微細繊維分散液Ａにおいては、微細繊維が沈降して濃度が不均一化しやすいが、濃度の不均一化は地合いが損なわれる一因になる。しかし、上記実施形態では、供給タンク１３内で微細繊維分散液Ａを攪拌機１３ａにより攪拌して濃度を均一化した後に抄紙用ワイヤー１１に供給して抄紙するため、得られる微細繊維含有シートＣの地合いがより良好になる。

また、分散液供給手段として傾斜面分散液流下手段１２を用いて微細繊維分散液Ａを抄紙用ワイヤー１１に向けて流下させることにより、微細繊維分散液が高濃度・高粘度であっても均一に供給でき、得られる微細繊維含有シートＣの地合いがより良好になる。

【００４９】

＜第２実施形態＞

本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第２実施形態について説明する。

（微細繊維含有シートの製造装置）
図２に、本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法で使用する製造装置を示す。本実施形態の製造装置２は、分散液供給手段がダイコーター１８である以外は第１の実施形態で使用した製造装置１と同様のものである。
ここで、ダイコーター１８は、微細繊維分散液Ａを吐出可能な、幅方向に広がった開口部１８ａが形成されたヘッド１８ｂを有するものである。ヘッド１８ｂには、配管１３ｂを介して、供給タンク１３から微細繊維分散液Ａが供給されるようになっている。また、開口部１８ａの幅は抄紙用ワイヤー１１の幅と略同等である。開口部１８ａのギャップ（幅方向に対して垂直方向の長さ）は０．１～３．０ｍｍであることが好ましく、０．２～２．０ｍｍであることがより好ましい。開口部１８ａのギャップが前記下限値以上であれば、高濃度・高粘度の微細繊維分散液Ａを容易に吐出でき、前記上限値以下であれば、厚みを適度なものにすることができる。
微細繊維分散液Ａの吐出は、ヘッド１８ｂの内部の加圧によって微細繊維分散液Ａを噴出させる方法が適用される。
【００５０】
（微細繊維含有シートの製造方法）
上記製造装置２を用いた本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法について説明する。本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法も、第１実施形態と同様に、微細繊維分散液Ａを脱水して含水ウェブＢを得る脱水工程と、含水ウェブＢを乾燥させて微細繊維含有シートＣを得る乾燥工程と、微細繊維含有シートＣを巻き取る巻取工程とを有する。
ただし、本実施形態の製造方法は、脱水工程において微細繊維分散液Ａを抄紙用ワイヤー１１に供給する方法が第１実施形態と異なる。
すなわち、本実施形態では、供給タンク１３内の微細繊維分散液Ａを攪拌機１３ａにより攪拌しながら、配管１３ｂを介して、ダイコーター１８のヘッド１８ｂに供給する。次いで、ダイコーター１８の開口部１８ａから微細繊維分散液Ａを、走行する抄紙用ワイヤー１１の上面に供給し、吸引手段１４により微細繊維分散液Ａ中の水を吸引して含水ウェブＢを得る。
そして、第１実施形態と同様に、含水ウェブＢから微細繊維含有シートＣを得る。
【００５１】
分散液供給手段がダイコーター１８である本実施形態においても、微細繊維分散液Ａの粘度は３０～２００００ｍＰａ・ｓの範囲内とされるが、その範囲のなかでも、１００～１５０００ｍＰａ・ｓであることが好ましく、５００～１００００ｍＰａ・ｓであることがより好ましく、１０００～８０００ｍＰａ・ｓであることが特に好ましい。
また、本実施形態においても、微細繊維分散液Ａの分散液含有濃度は０．４５質量％超５．５質量％以下の範囲内とされるが、その範囲のなかでも、微細繊維含有濃度は１．０～４．５質量％であることが好ましく、１．５～４．０質量％であることがより好ましい。
粘度および微細繊維含有濃度のいずれか一方が前記下限値未満であると、歩留まりが低くなるおそれがあり、粘度および微細繊維含有濃度のいずれか一方が前記上限値を超えると、地合いが損なわれるおそれがある。
【００５２】
（作用効果）
上記実施形態の微細繊維含有シートの製造方法においても、粘度と微細繊維含有濃度の両方が高い微細繊維分散液を連続抄紙するため、厚みのある微細繊維含有シートＣを簡便に製造でき、しかも微細繊維含有シートＣの地合いを良好にできる。
また、本実施形態では、分散液供給手段としてダイコーター１８を用いて微細繊維分散液Ａを抄紙用ワイヤー１１に塗布するため、微細繊維分散液Ａの粘度および濃度が高くても地合いを良好にする効果が高い。
【００５３】
＜第３実施形態＞

本発明の微細繊維含有シートの製造方法の第３実施形態について説明する。
（微細繊維含有シートの製造装置）
図３に、本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法で使用する製造装置を示す。本実施形態の製造装置３は、乾燥セクション２０および巻取セクション３０は第１実施形態で使用した製造装置１と同様であるが、脱水セクション１０が第１実施形態で使用した製造装置１と異なる。
【００５４】
本実施形態における脱水セクション４０においては、抄紙用ワイヤー４１の上流側が、下流側に向かうにしたがって高くなるように傾斜した傾斜部４１ａになっており、下流側が水平部４１ｂになっている。傾斜部４１ａの傾斜角は、水平方向に対して０．１°以上１０°以下であることが好ましく、０．２°以上５°以下であることがより好ましい。水平部４１ｂは完全な水平でなくてもよく、例えば、下流側が高くなるように傾斜してもよい。
本実施形態における抄紙用ワイヤー４１としては、第１実施形態で使用した抄紙用ワイヤー１１と同様のものを使用できる。
【００５５】
また、脱水セクション４０においては、傾斜部４１ａの上方に微細繊維分散液Ａが溜まるように、堰板４２が立設されている。より具体的には、堰板４２は、傾斜部４１ａの幅方向の両端側にて抄紙用ワイヤー４１の長手方向に沿って設けられ、また、傾斜部４１ａの上流側にて抄紙用ワイヤー４１の幅方向に沿って設けられている。
また、脱水セクション４０においては、抄紙用ワイヤー４１の下側に設けられた吸引手段４４と、抄紙用ワイヤー４１の水平部４１ｂ上に、抄紙用ワイヤー４１に供給された微細繊維分散液Ａの表面を掻き均すブレード４５と、抄紙用ワイヤー４１を送出する送出リール４６とを備える。吸引手段４４、ブレード４５および送出リール４６は、第１実施形態における吸引手段１４、ブレード１５および送出リール１６と同様のものである。
【００５６】
（微細繊維含有シートの製造方法）
上記製造装置３を用いた本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法について説明する。本実施形態の微細繊維含有シートの製造方法も、第１実施形態と同様に、微細繊維分散液Ａを脱水して含水ウェブＢを得る脱水工程と、含水ウェブＢを乾燥させて微細繊維含有シートＣを得る乾燥工程と、微細繊維含有シートＣを巻き取る巻取工程とを有する。ただし、本実施形態の製造方法は、脱水工程が第１実施形態と異なる。
すなわち、本実施形態における脱水工程では、まず、傾斜部４１ａと堰板４２とで囲まれた部分に微細繊維分散液Ａを供給して溜めておく。次いで、抄紙用ワイヤー４１を送出リール４６から乾燥セクション２０に向けて走行させると共に、吸引手段４４により傾斜部４１ａ上の微細繊維分散液Ａを吸引する。これにより、微細繊維分散液Ａを抄紙用ワイヤー４１の上面に付着させる。次いで、水平部４１ｂにおいて、吸引手段４４により抄紙用ワイヤー４１上の微細繊維分散液Ａ中の水を吸引すると共に、微細繊維分散液Ａの表面をブレード４５により掻き均して平滑化して、含水ウェブＢを得る。
次いで、第１実施形態と同様に、含水ウェブＢから微細繊維含有シートＣを得る。
【００５７】
（作用効果）
上記実施形態の微細繊維含有シートの製造方法においても、粘度と微細繊維含有濃度の両方が高い微細繊維分散液を連続抄紙するため、厚みのある微細繊維含有シートを簡便に製造でき、地合いも良好にできる。
【００５８】
＜他の実施形態＞
なお、本発明は、上記実施形態に限定されない。例えば、ブレード１５，４５を設けず、抄紙用ワイヤー１１，４１に供給した微細繊維分散液Ａの表面を掻き均さなくてもよい。

第１実施形態および第２実施形態においては、上記抄紙用ワイヤー１１は水平であったが、傾斜してもよい。また、抄紙用ワイヤー１１の下側に、抄紙用ワイヤー１１を巻取セクション３０まで搬送する支持体が配置されていてもよい。また、抄紙用ワイヤー１１が無端ベルト状であってもよい。

また、第２実施形態においては、ダイコーターの代わりにカーテンコーター、スライドビードコーター等の前計量方式のコーターを用いることもできる。

また、第１～第３実施形態における乾燥セクションにおけるドライヤーは１個でもよいし、３個以上でもよい。また、ドライヤーの配置には何ら制限はない。

【実施例】

【００５９】

以下に参考例および比較例を示して本発明をより詳細に説明する。なお、以下の例における「％」は「質量％」のことである。

【００６０】

（参考例１）

針葉樹晒クラフトパルプ（王子製紙社製、水分５０％、ＪＩＳ　Ｐ８１２１に準じて測定されるカナダ標準濾水度（ＣＳＦ）は５５０ｍｌ）を濃度５．０％になるように水を加え、ディスインテグレーターで離解して、パルプ分散液を得た。このパルプ分散液を長径２５０ｍｍのグラインダー部を有する増幸産業社製のマスコロイダーを用いて、処理回数３回で解繊処理を行って微細化した。次いで、濃度が約１％になるように水を加えて希釈し、ホモミキサーで攪拌して微細繊維分散液を得た。この分散液の粘度をＪＩＳ Ｋ７１１７：１９８７に準じて測定を行ったところ、２６３ｍＰａ・ｓであった。また、ＪＩＳ Ｐ８２２５に従い、微細繊維含有濃度を測定したところ、１．０３％であった。

【００６１】

図１に示す製造装置１を用いて微細繊維含有シートを製造した。

すなわち、上記微細繊維分散液Ａを供給タンク１３に収容し、攪拌機１３ａにより攪拌しながら傾斜面分散液流下手段１２の液溜部１２ａに供給した。微細繊維分散液Ａの、液溜部１２ａから溢れた分を傾斜角３０°の傾斜面１２ｂに沿って流下させ、速度０．２５ｍ／分で走行しているファブリックシートからなる抄紙用ワイヤー１１上に供給した。次いで、抄紙用ワイヤー１１上の微細繊維分散液Ａを、抄紙用ワイヤー１１の内面側から吸引手段１４を用いて吸引することにより脱水して、含水ウェブＢを得た。

抄紙用ワイヤー１１の分散液を脱水する部分は長さが６．２ｍであり、傾斜角１．５°で下流側が高くなるように設けられた。また、その脱水の際、傾斜面分散液流下手段１２から２ｍ下流側に設置したブレード１５により、微細繊維分散液Ａの表面を掻き均して平滑化した。

次いで、含水ウェブＢを乾燥セクション２０に送り、第１ドライヤー２１（設定温度：１５０℃）および第２ドライヤー２２（設定温度：１５０℃）により乾燥して微細繊維含有シートＣを得た。

次いで、分離ローラ３１ａ，３１ｂによって抄紙用ワイヤー１１と微細繊維含有シートＣとを分離し、微細繊維含有シートＣを巻取りリール３２により巻き取り、抄紙用ワイヤー１１を回収リール３３により巻き取った。

【００６２】

（参考例２～８）

参考例２～８では、微細繊維分散Ａ調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更すると共に、抄紙用ワイヤー１１の走行速度を、表１に示すように変更した以外は参考例１と同じ方法により微細繊維含有シートＣを作製した。

【００６３】

（比較例１）

比較例１では、微細繊維分散液調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更した以外は参考例１と同じ方法により微細

繊維含有シートを作製しようとしたが、微細繊維分散液Ａの膜を抄紙用ワイヤー１１上に形成できなかった。

【００６４】

（参考例９）

参考例９では、図１に示す製造装置１の分散液供給手段をカーテンコーターに変更し、微細繊維分散液Ａ調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更し、抄紙用ワイヤー１１の走行速度を、表１に示すように変更したこと以外は参考例１と同様にして微細繊維含有シートＣを製造した。

すなわち、微細繊維分散液Ａを供給タンク１３からカーテンコーターのヘッドに収容し、開口部１８ａから走行する抄紙用ワイヤー１１上に供給したこと以外は参考例１と同様にして、微細繊維含有シートＣを作製した。なお、カーテンコーターは、図１の分散液供給手段１２と同様に位置に設置され、カーテンコーターから吐出された分散液は垂直に抄紙用ワイヤー１１に塗布される。

【００６５】

（参考例１０）

参考例１０では、微細繊維分散液Ａ調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更した以外は参考例９と同じ方法により微細繊維含有シートＣを作製した。

【００６６】

（参考例１１，１２）

参考例１１，１２では、微細繊維分散液Ａ調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更すると共に、カーテンコーターの代わりにダイコーターを用い、ブレード１５を用いずにダイの開度によって表面を平滑化した以外は参考例９と同じ方法により微細繊維含有シートＣを作製した。

【００６７】

（参考例１３）

請求項１における微細繊維分散液Ａ５０質量部に、濃度１％に希釈したアニオン性ポリプロピレン樹脂エマルジョン（商品名「ハイテックＰ－５８００」、東邦化学社製、平均粒子径０．１５μｍ）５０質量部を混合した。さらに、濃度０．２％のカチオン性凝結剤（商品名「フィクサージュ６２１」、栗田工業社製）１質量部を添加し、ホモミキサーで１分間攪拌した。得られた分散液の濃度、粘度を表１に示す。

得られた分散液を用いたこと以外は参考例１１，１２と同様にして、微細繊維含有シートＣを得た。

【００６８】

（参考例１４）

参考例１において解繊処理後に希釈しないで得た微細繊維分散液を用いたこと以外は参考例１１，１２と同様にして微細繊維含有シートＣを得た。

【００６９】

（参考例１５）

広葉樹クラフトパルプ（ＬＢＫＰ）を１０５℃で３時間乾燥させて水分３質量％以下の乾燥パルプを得た。次いで、乾燥パルプ４ｇと無水マレイン酸２ｇ（乾燥パルプ１００質量部に対して５０質量部）とをオートクレーブに充填し、１５０℃で２時間処理した。次いで、無水マレイン酸で処理されたパルプを５００ｍＬの水で３回洗浄した後、イオン交換水を添加して４９０ｍＬのスラリーを調製した。

次いで、スラリーを攪拌しながら、４Ｎの水酸化ナトリウム水溶液１０ｍＬを少しずつ添加し、スラリーのｐＨを１２～１３として、パルプをアルカリ処理した。その後、ｐＨが８以下になるまで、アルカリ処理後のパルプを水で洗浄した。

次いで、アルカリ処理後のパルプにイオン交換水を添加し、固形分濃度２．０質量％のパルプ分散液を調製した。このパルプ分散液を、解繊処理装置（エムテクニック社製、クレアミックスー１１Ｓ）を用いて、７０００回転／分の条件で２時間解繊処理し、微細化

して、解繊液を得た。
上記解繊液の濃度が約１．５％になるように水を加えて希釈し、ホモミキサーで攪拌して微細繊維分散液を得た。
この微細繊維分散液を用いたこと以外は参考例１１と同様にして、微細繊維含有シートＣを得た。
【００７０】
（参考例１６および比較例２）
参考例１６および比較例２では、図３に示す製造装置３を用いると共に、微細繊維分散液調製時の希釈量を変更して微細繊維含有濃度および微細繊維分散液Ａの粘度を、表１に示すように変更した以外は参考例１と同じ方法により微細繊維含有シートＣを作製した。
すなわち、傾斜部４１ａ上に微細繊維分散液Ａを溜め、抄紙用ワイヤー４１を送出リール４６から乾燥セクション２０に向けて走行させると共に、吸引手段４４により傾斜部４１ａ上の微細繊維分散液Ａの水分を吸引して抄紙用ワイヤー４１に微細繊維分散液Ａを付着させた。次いで、水平部４１ｂにおいて、吸引手段４４により抄紙用ワイヤー４１上の微細繊維分散液Ａ中の水分を吸引すると共に、微細繊維分散液Ａの表面をブレード４５により掻き均して平滑化して、含水ウェブＢを得た。これ以外は参考例１と同様にして、微細繊維含有シートＣを作製した。
【００７１】
得られた微細繊維含有シートの坪量、微細繊維の歩留まり、地合いの測定結果を表１に示す。
ここで、微細繊維含有シートの坪量は、ＪＩＳ　Ｐ８１２４に従って測定された値である。
微細繊維の歩留まりは、（微細繊維含有シート中の微細繊維質量／抄紙用ワイヤーに供給した微細繊維分散液中の微細繊維質量）×１００［％］の式より求めた。
地合いは、得られた微細繊維含有シートの表面を目視により観察して下記の基準で評価した。
○：厚みが均一であり、地合いが良好である。
△：厚みにやや不均一な部分もあるが、実用レベルの地合いである。
×：厚みが不均一で、地合いが不充分である。
【００７２】

【表１】

	分散液供給手段	微細繊維分散液 濃度（%）	微細繊維分散液 粘度（mPa・s）	抄紙用ワイヤー走行速度（m/分）	微細繊維含有シートの坪量（g/m²）	歩留り（%）	地合い
参考例１	傾斜面分散液流下手段	1.03	263	0.25	57.5	>90	○
参考例２				0.50	44.6	>90	○
参考例３				1.00	30.2	>90	○
参考例４		1.47	750	0.25	71.9	>95	○
参考例５				0.50	54.8	>95	○
参考例６		0.70	100	0.25	48.8	>90	○
参考例７				0.50	38.5	>90	○
参考例８		0.51	38	0.50	27.5	90	○
参考例９	カーテンコーター	2.05	1525	0.50	60.0	100	○
参考例１０		3.02	3650	0.50	70.1	100	○
参考例１１	ダイコーター	3.13	4650	0.50	34.8	100	○
参考例１２		4.40	10500	0.50	65.0	100	△
参考例１３		1.00	205	0.50	51.3	>90	○
参考例１４		5.01	15100	0.50	70.0	100	△
参考例１５		1.50	2200	0.50	27.5	>90	○
参考例１６	液溜まり	0.50	38	0.50	65.0	>90	△
比較例１	傾斜面分散液流下手段	0.20	2	—	—	—	—
比較例２	液溜まり	0.35	20	0.50	19.7	42	○

【００７３】

粘度および微細繊維含有濃度が本願請求項１に係る発明で規定した範囲内にある微細繊維分散液を連続抄紙した参考例１～１６では、厚みのある微細繊維含有シートを、高い歩留まりで簡便に得ることができた。また、厚みがあるにもかかわらず、良好な地合いが得られた。

微細繊維分散液の粘度および濃度が本願請求項１に係る発明で規定した範囲より低かっ

た比較例１では、抄紙用ワイヤー上に微細繊維分散液の膜を形成することができず、微細繊維含有シートが得られなかった。

微細繊維分散液の粘度および濃度が本願請求項１に係る発明で規定した範囲より低かった比較例２では、充分な坪量が得られず、かつ、歩留まりが低かった。

【産業上の利用可能性】

【００７４】

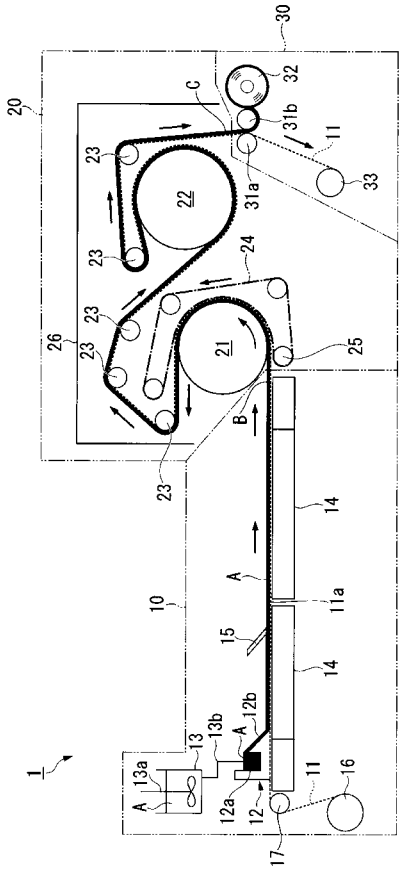
本発明により製造された微細繊維含有シートは、厚みのあるものであり、電池用セパレータ、キャパシタ用セパレータ、濾過膜用フィルタ、電子部品用基板、光学部品用基板、家電用筐体、電子機器用筐体、建築材料、自動車用内装材および外装材などに好適に使用することができる。

【符号の説明】

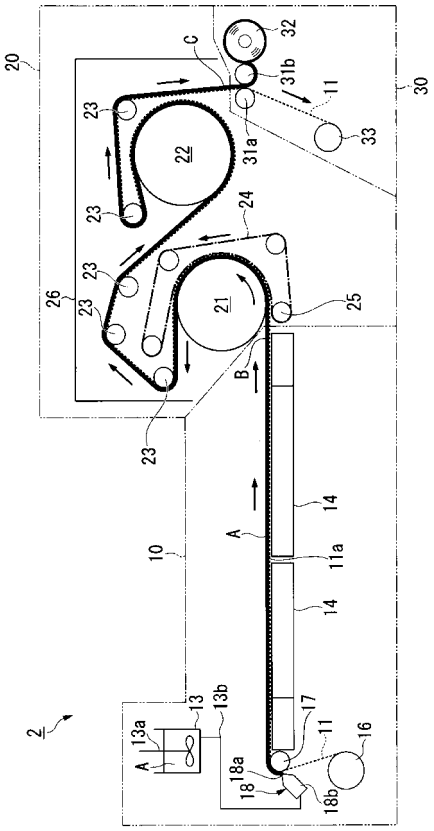
【００７５】

１，２，３　製造装置
１０　脱水セクション
１１　抄紙用ワイヤー
１２　傾斜面分散液流下手段
１２ａ　液溜部
１２ｂ　傾斜面
１３　供給タンク
１３ａ　攪拌機
１４　吸引手段
１５　ブレード
１６　送出リール
１７　ガイドロール
１８　ダイコーター
１８ａ　開口部
１８ｂ　ヘッド
２０　乾燥セクション
２１　第１ドライヤー
２２　第２ドライヤー
２３　含水ウェブ用ガイドロール
２４　フェルト布
２５　フェルト布用ガイドロール
２６　フード
３０　巻取セクション
３１ａ，３１ｂ　分離ローラ
３２　巻取りリール
３３　回収リール
４０　脱水セクション
４１　抄紙用ワイヤー
４１ａ　傾斜部
４１ｂ　水平部
４２　堰板
４４　吸引手段
４５　ブレード
４６　送出リール
Ａ　微細繊維分散液
Ｂ　含水ウェブ
Ｃ　微細繊維含有シート

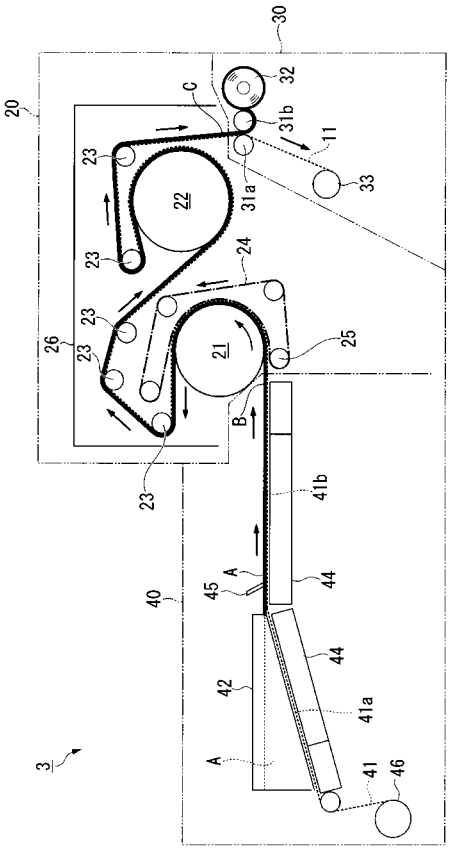
【図１】


1
10
11
11a
12
12a
12b
13
13a
13b
14
15
16
17
20
21
22
23
24
25
26
30
31a
31b
32
33
A
B
C

【図２】


2
10
11
11a
13
13a
13b
14
16
17
18
18a
18b
20
21
22
23
24
25
26
30
31a
31b
32
33
A
B
C

【図３】


3
40
41
41a
41b
42
44
45
46
20
21
22
23
24
25
26
30
31a
31b
32
33
A
B
C

フロントページの続き

(72)発明者　角田　充
東京都江東区東雲一丁目１０番６号　王子ホールディングス株式会社　東雲研究センター内
(72)発明者　白尾　剛之
東京都中央区銀座四丁目７番５号　王子ホールディングス株式会社内
(72)発明者　西郡　大介
東京都中央区銀座四丁目７番５号　王子ホールディングス株式会社内
(72)発明者　加来　正年
東京都中央区銀座四丁目７番５号　王子ホールディングス株式会社内

Ｆターム(参考) 4L055 AA02　AC06　AF46　CE25　EA08　EA16　EA25　FA09　FA10