



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03815548.6

[45] 授权公告日 2007 年 7 月 11 日

[11] 授权公告号 CN 1325725C

[22] 申请日 2003.7.15 [21] 申请号 03815548.6

[30] 优先权

[32] 2002. 7. 18 [33] JP [31] 209548/2002

[86] 国际申请 PCT/JP2003/008974 2003. 7. 15

[87] 国际公布 WO2004/009902 日 2004. 1. 29

[85] 进入国家阶段日期 2004. 12. 30

[73] 专利权人 株式会社日本吸收体技术研究所
地址 日本东京都

[72] 发明人 铃木磨 服部丰

[56] 参考文献

JP2000017592 A 2000. 1. 18

JP11106403 A 1999. 4. 20

JP2000250174 A 2000. 9. 14

US6214163 B1 2001. 4. 10

JP7310296 A 1995. 11. 28

JP7301938 A 1995. 11. 14

审查员 裴少波

[74] 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专利
商标事务所

代理人 何腾云

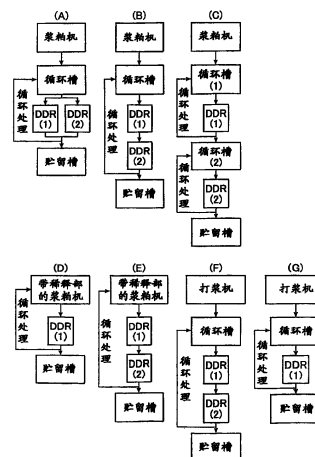
权利要求书 3 页 说明书 22 页 附图 6 页

[54] 发明名称

超微纤维素纤维的制造方法和制造装置

[57] 摘要

本发明的目的在于提供一种能稳定且高效生产良质超微纤维素纤维的超微纤维素纤维的制造方法。其通过下面超微纤维素纤维的制造方法来达到上述目的，即其通过对含有固体成分浓度 1~6% 质量纸浆的浆料，用圆盘磨浆机实施 10 次以上的处理，得到数均纤维长度 0.2mm 以下，且表示单位质量纤维素纤维能保持的水体积的饱和含水量是 10mL/g 以上的超微纤维素纤维。



1、一种超微纤维素纤维的制造方法，其中，其通过对含有固体成分浓度1~6%质量纸浆的浆料，用圆盘磨浆机实施10次以上的处理，得到数均纤维长度0.2mm以下，且表示单位质量纤维素纤维能保持的水的体积的饱和含水量是10mL/g以上的超微纤维素纤维。

2、如权利要求1所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，把用所述圆盘磨浆机的处理进行30~90次。

3、如权利要求1或2所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，所述超微纤维素纤维的数均纤维长度是0.1~0.2mm，且饱和含水量是25~35mL/g。

4、如权利要求1或2所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，所述浆料的固体成分浓度是1~4%质量。

5、如权利要求4所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，所述浆料是通过乙醇或乙醇与水的混合液稀释而得到的浆料。

6、如权利要求1或2所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，使用一台圆盘磨浆机。

7、如权利要求1所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，使用两台圆盘磨浆机，用第一圆盘磨浆机处理和用第二圆盘磨浆机处理合计实施10次以上，该超微纤维素纤维的制造方法是在用第一圆盘磨浆机处理一次以上之后，用第二圆盘磨浆机处理一次以上。

8、如权利要求1所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，使用两台圆盘磨浆机，用第一圆盘磨浆机处理和用第二圆盘磨浆机实施所述处理合计实施10次以上，该超微纤维素纤维的制造方法是在用第一圆盘磨浆机处理一次之后，用第二圆盘磨浆机实施所述处理一次，把这样的操作反复5次以上。

9、如权利要求7或8所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，所述第一圆盘磨浆机与所述第二圆盘磨浆机是相同的。

10、如权利要求7或8所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，

所述第一圆盘磨浆机与所述第二圆盘磨浆机，从圆盘的刀刃宽度、槽宽度和刀刃宽度与槽宽度的比构成的群中选择的至少一个是不同的。

11、如权利要求 1 或 2 所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，作为所述圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度 3.0mm 以下、刀刃宽度与槽宽度的比是 1.0 以下圆盘的圆盘磨浆机。

12、如权利要求 10 所述的超微纤维素纤维制造方法，其中，作为所述第一圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度 2.5mm 以下、刀刃宽度与槽宽度的比是 1.0 以下圆盘的圆盘磨浆机，作为所述第二圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度 2.5mm 以上、刀刃宽度与槽宽度的比是 1.0 以上圆盘的圆盘磨浆机。

13、一种超微纤维素纤维，其中，其是从权利要求 1~12 任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中得到的，其数均纤维长度 0.2mm 以下，且表示单位质量纤维素纤维能保持的水体积的饱和含水量是 10mL/g 以上。

14、一种超微纤维素纤维的制造装置，其中，其包括：浸渍软化装置；与所述浸渍软化装置连接的循环槽；具有入口和出口，且所述入口与所述循环槽连接的圆盘磨浆机；与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽，所述圆盘磨浆机的出口也与所述循环槽连接，该超微纤维素纤维的制造装置中，所述浸渍软化装置把供给的片状纸浆进行浸渍软化而制成浆料，所述循环槽临时贮留浆料，所述圆盘磨浆机对从所述循环槽供给的所述浆料实施处理，由所述圆盘磨浆机实施处理的所述浆料向所述循环槽供给，通过不断向所述圆盘磨浆机进行供给来循环实施通过所述圆盘磨浆机的处理，在所述处理次数是 10 次以上之后，在规定的时间内向所述贮留槽供给。

15、一种超微纤维素纤维的制造装置，其中，其包括：浸渍软化装置；具有入口和出口，且所述入口与所述浸渍软化装置连接的圆盘磨浆机；与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽，所述圆盘磨浆机的出口也与所述浸渍软化装置连接，该超微纤维素纤维的制造装置中，所述浸渍软化装置把供给的片状纸浆进行浸渍软化而制成浆料，

所述圆盘磨浆机对从所述浸渍软化装置供给的所述浆料实施处理，由所述圆盘磨浆机实施处理的所述浆料向所述浸渍软化装置供给，通过接着向所述圆盘磨浆机供给来循环实施通过所述圆盘磨浆机的处理，在所述处理次数是 10 次以上之后，在规定的时间内向所述贮留槽供给。

超微纤维素纤维的制造方法和制造装置

技术领域

本发明涉及在制纸领域、涂料领域、制膜领域、食品领域、化妆品领域等各种产业领域中具有广泛利用价值的，特别是在利用高吸水性树脂的卫生用品等中作为高吸水性树脂的结合剂和分散剂而被恰当使用的超微纤维素纤维（MFC: Microfibrillated Cellulose）的制造方法和制造装置。

背景技术

超微纤维素纤维其一部分或全部是非常细小的纤维，具体说就是由具有数十根纤维素链结合的微小原纤维程度粗细的纤维构成。从以前，作为超微纤维素纤维的制造方法，有各种方法被提案。例如有通过乙酸菌的发酵而得到细菌纤维素的方法，把纸浆用磨料板研磨装置微细化的方法（特开平 7-310296 号公报），把纸浆在高压高速搅拌机中长时间进行处理的方法等。

但所有方法都需要特殊的装置和大的能量，而且性能的偏差大。因此，现状是工业上连续生产超微纤维素纤维之事尚未实现。

但在制纸领域，作为高效率的打浆机，单圆盘磨浆机、双圆盘磨浆机（Double Disc Refiner，以下叫做“DDR”）等的圆盘磨浆机在通用。想利用该圆盘磨浆机得到更微细化纤维素纤维的尝试，已经进行过，作为硫酸纸原料使用的高度打浆纸浆化处理也是这种例。

但即使所述处理，可以说要达到超微纤维素纤维水平的微细化也是困难的，而且由圆盘磨浆机处理得到 MFC 的报告例还没有。

发明内容

本发明涉及能稳定且高效生产良质超微纤维素纤维的超微纤维素

纤维的制造方法及其制造装置。

即本发明提供下面的(1)~(15)。

(1)一种超微纤维素纤维的制造方法,其通过对含有固体成分浓度1~6%质量纸浆的浆料,用圆盘磨浆机实施10次以上的处理,得到数均纤维长度0.2mm以下,且表示单位质量纤维素纤维能保持的水体积的饱和含水量是10mL/g以上的超微纤维素纤维。

(2)在上述(1)中公开的超微纤维素纤维制造方法中,把用所述圆盘磨浆机的处理进行30~90次。

(3)在上述(1)或(2)中公开的超微纤维素纤维制造方法中,所述超微纤维素纤维的数均纤维长度是0.1~0.2mm,且饱和含水量是25~35mL/g。

(4)在上述(1)~(3)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中,所述浆料的固体成分浓度是1~4%质量。

(5)在上述(4)中公开的超微纤维素纤维制造方法中,所述浆料是通过乙醇或乙醇与水的混合液稀释而得到的浆料。

(6)在上述(1)~(5)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中,使用一台圆盘磨浆机。

(7)在上述(1)~(5)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中,使用两台圆盘磨浆机,用第一圆盘磨浆机处理和用第二圆盘磨浆机处理合计实施10次以上,该超微纤维素纤维的制造方法是实施在用第一圆盘磨浆机处理一次以上之后,用第二圆盘磨浆机处理一次以上。

(8)在上述(1)~(5)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中,使用两台圆盘磨浆机,用第一圆盘磨浆机处理和用第二圆盘磨浆机处理合计实施10次以上,该超微纤维素纤维的制造方法是在用第一圆盘磨浆机实施所述处理一次之后,用第二圆盘磨浆机实施所述处理一次,把这样的操作反复5次以上。

(9)在上述(7)或(8)中公开的超微纤维素纤维制造方法中,所述第一圆盘磨浆机与所述第二圆盘磨浆机是相同的。

(10) 在上述(7)或(8)中公开的超微纤维素纤维制造方法中, 所述第一圆盘磨浆机与所述第二圆盘磨浆机, 从圆盘的刀刃宽度、槽宽度和刀刃宽度与槽宽度的比构成的群中选择的至少一个是不同的。

(11) 在上述(1)~(10)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中, 作为所述圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度3.0mm以下、刀刃宽度与槽宽度的比是1.0以下圆盘的圆盘磨浆机。

(12) 在上述(10)中公开的超微纤维素纤维制造方法中, 作为所述第一圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度2.5mm以下、刀刃宽度与槽宽度的比是1.0以下圆盘的圆盘磨浆机, 作为所述第二圆盘磨浆机是使用具有刀刃宽度2.5mm以上、刀刃宽度与槽宽度的比是1.0以上圆盘的圆盘磨浆机。

(13) 一种超微纤维素纤维, 其是从上述(1)~(12)任一项中公开的超微纤维素纤维制造方法中得到的, 其数均纤维长度0.2mm以下, 且表示单位质量纤维素纤维能保持的水体积的饱和含水量是10mL/g以上。

(14) 一种超微纤维素纤维的制造装置, 其包括: 浸渍软化装置; 与所述浸渍软化装置连接的循环槽; 具有入口和出口, 且所述入口与所述循环槽连接的圆盘磨浆机; 与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽, 所述圆盘磨浆机的出口也与所述循环槽连接, 该超微纤维素纤维的制造装置中, 所述浸渍软化装置把供给的片状纸浆进行浸渍软化而制成浆料, 所述循环槽临时贮留浆料, 所述圆盘磨浆机对从所述循环槽供给的所述浆料实施处理, 由所述圆盘磨浆机实施处理的所述浆料向所述循环槽供给, 通过接着向所述圆盘磨浆机供给来循环实施通过所述圆盘磨浆机的处理, 在所述处理次数是10次以上之后, 在规定的时间内向所述贮留槽供给。

(15) 一种超微纤维素纤维的制造装置, 其包括: 浸渍软化装置; 具有入口和出口, 且所述入口与所述浸渍软化装置连接的圆盘磨浆机; 与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽, 所述圆盘磨浆机的出口也与所述浸渍软化装置连接, 该超微纤维素纤维的制造装置中, 所述

浸渍软化装置把供给的片状纸浆进行浸渍软化而制成浆料，所述圆盘磨浆机对从所述浸渍软化装置供给的所述浆料实施处理，由所述圆盘磨浆机实施处理的所述浆料向所述浸渍软化装置供给，通过接着向所述圆盘磨浆机供给来循环实施通过所述圆盘磨浆机的处理，在所述处理次数是10次以上之后，在规定的时间内向所述贮留槽供给。

根据本发明超微纤维素纤维的制造方法，能稳定且高效地生产良质的超微纤维素纤维。

本发明超微纤维素纤维的制造装置能在本发明的超微纤维素纤维制造方法中恰当地使用。

附图说明

图1是表示DDR通过次数与DDR负载和间隙的关系一例的图；

图2是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的游离度的关系一例的图；

图3是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的数均纤维长度的关系一例的图；

图4是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的数均纤维长度的关系一例的图；

图5是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的饱和含水量的关系一例的图；

图6是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的饱和含水量的关系其他一例的图；

图7是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的水分散液粘度的关系一例的图；

图8(A)~(G)是分别表示本发明制造装置各种实施例的模式图；

图9是表示实施例2的DDR通过次数与得到的纤维素纤维的数均纤维长度的关系的图。

具体实施方式

下面对本发明详细说明。

〈浆料〉

本发明超微纤维素纤维的制造方法中，作为原料使用的浆料其含有固体成分浓度 1~6%质量的纸浆。

浆料中含有的纸浆没有特别限定，但能合适地使用通用的木材纸浆。

木材纸浆随原料木材种类的不同，大致可区分为：相对纤维长度长的针叶树（N材）纸浆和相对纤维长度短的阔叶树（L材）纸浆。本发明任一种都能使用，但最好是纤维长度短的L材纸浆。具体说就是LBKP（阔叶树硫酸盐纸浆）能适合使用。

木材纸浆根据有无打浆而大致区分为：所谓原始纸浆等的未打浆纸浆和打浆完毕的纸浆，但本发明任一种都能使用。作为打浆完毕的纸浆，也能使用把旧纸作为原料的旧纸纸浆，但最好是不含有印刷用油墨和施胶剂等。作为理想的打浆完毕的纸浆，例如能举出薄皱纸用和卫生纸用的打浆完毕的纸浆。

浆料以固体成分浓度 1~6%质量地含有上述纸浆。在此，所说的“固体成分浓度”是指纸浆对整个浆料的质量比。以下把“固体成分浓度”也单叫做“浓度”。

若对浆料实施用后述的圆盘磨浆机处理，则其粘度上升到处理前的 10~20 倍左右。若浆料的浓度过高，则随着该粘度的上升而在搅拌和液体回流时卷入的空气，原样地作为气泡留下来，其量变多则泵容易产生空穴作用。而且还容易发生摩擦热的贮存、泵的运送故障等问题。因此，本发明把浆料的浓度设定为 6%质量以下，理想的是 5%质量以下，更理想的是 4.5%质量以下。

另一方面，若浆料的浓度过低，则纤维间的摩擦变少，圆盘磨浆机处理的效率降低，其结果是整个设备的处理能力也降低，所以本发明把浆料的浓度设定为 1%质量以上，理想的是 1.5%质量以上，更理想的是 2%质量以上。

浆料的制造方法没有特别限定，但市场贩卖的纸浆一般是以片状供给，所以最好在最初进行浸渍软化。

浸渍软化是把片状的纸浆在水中分散的处理。浸渍软化能使用在制纸领域中一般使用的浸渍软化装置。作为这种浸渍软化装置，例如能举出具有强力搅拌装置的浸渍软化装置：碎浆机，和能同时进行浸渍软化和打浆的浸渍软化装置：打浆机。

使用碎浆机的浸渍软化，最好在浆料浓度是5~10%质量左右的条件下进行。因此，为了得到浓度1~6%质量的浆料，把浸渍软化得到的水分散液稀释使用，是理想形式之一。理想的是稀释到浓度1~4%质量。

具体能举出在碎浆机中进行稀释和搅拌的方法。这时作为碎浆机，可以使用对浸渍软化时浆料的量是大容量的装置，也可以使用改造通常容量的碎浆机而把稀释场所例如设置在碎浆机上部的装置。

在把浸渍软化得到水分散液稀释使用时，作为稀释所用的液体可以使用水，也可以乙醇或乙醇与水的混合液。若使用乙醇或乙醇与水的混合液进行稀释，则粘度降低，在后述的圆盘磨浆机处理中能改善泵的运送性。还能得到消泡效果。

稀释所用的乙醇与水的混合液，对其混合比率等没有特别的限定，例如能使用混合比率在质量比上是乙醇/水=50/50~80/20的混合液。

通过乙醇或乙醇与水的混合液的稀释，需要使浆料中乙醇与水的比率在点火界限以下。具体说就是，最好乙醇的比例占乙醇与水的合计的50%质量以下，更理想的是30%质量以下。

〈用圆盘磨浆机的处理〉

在本发明超微纤维素纤维的制造方法中，实施用圆盘磨浆机的处理10次以上。根据情况最好实施20次以上，更理想的是实施30~90次。

圆盘磨浆机是具有在非常近的距离相对的，带打浆刀刃的圆板(圆盘)，该圆盘中的一个旋转，或两个向相反方向旋转，而把通过其间的含有纸浆的浆料进行加压打浆的装置。

作为圆盘磨浆机，能举出由圆盘形成的打浆间隙数是一个的单圆盘磨浆机，和由圆盘形成的打浆间隙数是两个的 DDR。本发明能使用现有公知的圆盘磨浆机。而且一般在使用 DDR 时，以使用单圆盘磨浆机时的一半左右的处理次数就可以了，所以使用 DDR 效率高。

用圆盘磨浆机的处理，可以使用一台圆盘磨浆机，也可以使用多台同种的圆盘磨浆机，也可以使用多台不同种类的圆盘磨浆机。

例如能恰当地举出使用第一圆盘磨浆机和第二圆盘磨浆机这两台圆盘磨浆机的方法。具体说就是，例如能举出首先用第一圆盘磨浆机实施一次以上的处理，然后用第二圆盘磨浆机实施一次以上的处理，这样地把用圆盘磨浆机的处理合计实施 10 次以上的方法，和把用第一圆盘磨浆机处理实施一次后就由第二圆盘磨浆机处理实施一次，通过把这样的操作反复 5 次以上来把用圆盘磨浆机的处理合计实施 10 次以上的方法。

圆盘磨浆机的处理条件，通过后述超微纤维素纤维的性状等适当进行选择。作为条件，例如能举出所使用圆盘磨浆机的种类、浆料的浓度、通过流量、入口压和出口压、刀刃位置（间隙）、负载量。但负载量随处理次数的增加和纤维的微小原纤维化进展而降低，在到达一定程度的处理次数时，则成为与开式运转的情况相同的值。而且圆盘磨浆机负载量的显示，随装置的不同而不同，和有用电力（kW）表示的情况，有用电流（A）表示的情况。

图 1 是表示 DDR 通过次数与 DDR 负载和间隙的关系一例的图（图 1 表示后述实施例 4 的结果）。如图 1 所示，负载量在处理次数变多时则成为与开式运转的情况相同的值。即处理次数变多时，即使缩小间隙，也没有规定以上的电流流动。因此，把负载量作为基准来管理纤维的微小原纤维化程度是困难的。

而根据本发明者的研究了解到，即使负载量不变化，随着 DDR 通过次数的增加，纤维的微小原纤维化程度也在进展。

本发明者推测，这是由于随着 DDR 通过次数增加而纤维的微小原纤维化程度在进展，不仅圆盘磨浆机的圆盘与纤维接触产生切断和

微小原纤维化，而且浆料高速通过狭小的空隙时，纤维之间也接触而产生剪切，这样微小原纤维化就进展。该剪切通过间隙能进行调节。

本发明最好是不以圆盘磨浆机的负载量，而是以（显示在圆盘磨浆机装置上的）间隙为基准来管理微小原纤维化的程度。

在上述条件中，为了得到希望的性状超微纤维素纤维的性状，圆盘磨浆机的刀刃宽度、槽宽度和刀刃宽度与槽宽度的比是特别重要的。

例如以把纤维素纤维高效变短变细为目的时，最好是刀刃宽度窄而槽宽度宽的圆盘。具体说就是刀刃宽度 3.0mm 以下是理想的，槽宽度 3.0mm 以上是理想的，刀刃宽度与槽宽度的比（以下也叫做“刀刃宽度/槽宽度比”）是 1.0 以下是理想的。

另一方面，以高效进行磨碎和凝胶化为目的时，最好是刀刃宽度宽而槽宽度窄的圆盘。具体说就是刀刃宽度 3.0mm 以上是理想的，刀刃宽度/槽宽度比是 1.0 以上是理想的。槽宽度 2.5mm 以下是理想的。

在使用一台圆盘磨浆机或多台同种类圆盘磨浆机时，例如刀刃宽度 1.0~4mm 是理想的，槽宽度 2.0~8mm 是理想的。

特别是使用一台圆盘磨浆机，且实施比较长时间的处理时，例如实施 4~5 小时 30 次以上的处理时，例如选择刀刃宽度 1.5mm、槽宽度 3.0mm 这样的圆盘，通过以间隙比较大的条件来进行，虽然耗费时间，但能以比较容易管理的条件进行。

使用第一圆盘磨浆机和第二圆盘磨浆机这两台圆盘磨浆机时，若使用相同的圆盘，虽然处理次数有变多的倾向，但条件管理和维护保养变简单，且有能减少备件的库存种类的优点。

另一方面，使用第一圆盘磨浆机和第二圆盘磨浆机这两台圆盘磨浆机时，若第一圆盘磨浆机与第二圆盘磨浆机从圆盘的刀刃宽度、槽宽度和刀刃宽度/槽宽度比构成的群中选择的至少一种是不同的时，虽然条件管理、维护保养和备件的库存变繁杂，但通过适当的不同，有能把处理次数变少的优点。

后者的情况具体说就是，作为第一圆盘磨浆机，使用具有刀刃宽度 2.5mm 以下、刀刃宽度/槽宽度比 1.0 以下圆盘的圆盘磨浆机，作为

第二圆盘磨浆机使用具有刀刃宽度 2.5mm 以上、刀刃宽度/槽宽度比 1.0 以上圆盘的圆盘磨浆机,这是理想的。而且第一圆盘磨浆机的圆盘其槽宽度 3.0mm 以上是理想的,第二圆盘磨浆机的圆盘其槽宽度 2.5mm 以下是理想的。例如能举出第一表所示的组合。

第一表

	圆盘		
	刀刃宽度 (mm)	槽宽度 (mm)	刀刃宽度/槽宽度比
第一圆盘磨浆机	2.0	3.0	0.67
第二圆盘磨浆机	3.5	2.0	1.75

用圆盘磨浆机的处理实施 10 次以上的结果,是能得到数均纤维长度 0.2mm 以下、饱和含水量 10mL/g 以上的超微纤维素纤维。

图 2~图 7 是表示作为圆盘磨浆机使用 DDR 时,使用 DDR 的处理次数(DDR 通过次数)与得到的纤维素纤维各种物性的关系例的图(图 2、图 3、图 5 表示后述实施例 1 的结果,图 4、图 6、图 7 表示后述实施例 3 的结果)。下面分别进行说明。

图 2 是表示 DDR 通过次数与得到的纤维素纤维的游离度的关系一例的图。游离度以 TAPPI 的 T-227 规定为基准能进行测量。

如图 2 所示,游离度在通过次数是 10 次时,其是约 100mL。若通过次数超过 10 次,则成为进行凝胶化而不能进行过滤的状态,而且由于变短的纤维素纤维的一部分通过了游离度试验机的筛孔,所以难于进行游离度的测量。因此,游离度作为由本发明得到的超微纤维素纤维性状的指标,是不理想的。

图 3 是表示 DDR 通过次数与得到的纤维素纤维的数均纤维长度的关系一例的图。数均纤维长度以 JAPAN TAPPI 纸浆试验方法 No.52 “纸浆和纸-纤维长度试验方法-光学自动测量法”为基准能进行测量。具体说,例如使用卡亚尼纤维长度分布测量机(芬兰 Kajaani 公司制)就能进行测量。

如图 3 所示,数均纤维长度在通过次数是 0 次时(未处理时)是

约 0.5mm，在通过次数是 10 次时是约 0.2mm，在该期间急剧变短。若通过次数是 10 次以上，则与进行凝胶化一起而缓慢降低，到达 0.1~0.2mm。在该期间，比起纤维的短纤维化来，是主要发生纤维的微小原纤维化（纤维素纤维支化到微小原纤维程度的现象），这被认为是表现为凝胶化的现象。

图 4 是表示 DDR 通过次数与得到的纤维素纤维的数均纤维长度的关系其他一例的图。如图 4 所示，数均纤维长度在短到一定程度（该例是 0.15mm 左右）时，使其更短是困难的。

图 5 是表示 DDR 通过次数与得到的纤维素纤维的饱和含水量的关系一例的图。本发明中所说的“饱和含水量”是表示单位质量的纤维素纤维能保持的水的体积的值，具体说，能如下求得。

即饱和含水量是把温度 20℃、浓度 1.5%质量的纤维素纤维分散液 50mL，计量采取到能进行离心分离的试管（内径 30mm × 长度 100mm，刻度表示容积 50mL）中，以 2000G（3300rpm）进行 10 分钟离心分离后，读出沉淀物的体积，由下式（1）求得。纤维素纤维的绝对干燥质量是把沉淀物进行热干燥，在达到恒量状态时称量而求得的。

$$\text{饱和含水量 (mL/g)} = \text{沉淀物的体积 (mL)} / \text{纤维素纤维的绝对干燥质量 (g)} \quad (1)$$

如图 5 所示，饱和含水量在通过次数是 0 次时是 10mL/g 以下，在是 10 次时是超过 10mL/g，在该期间饱和含水量的变化，与游离度和数均纤维长度的变化相比，是小的。这认为是纤维在主要发生短纤维化，而纤维的微小原纤维化不太进行的缘故。之后，通过次数即使超过 10 次，饱和含水量也继续增加。这认为是纤维的微小原纤维化在进行的缘故。

图 6 是表示 DDR 通过次数与得到的纤维素纤维的饱和含水量的关系其他一例的图。在图 6 所示的例中也是饱和含水量随通过次数的增加而增加，通过次数是 80 次时，超过了 30mL/g，但其增加的比例在 80 次附近变小。

本发明者认为，作为表示纤维的微小原纤维化程度的指标，除了一般使用的数均纤维长度之外，使用上述的饱和含水量是最合适的，把超微纤维素纤维通过数均纤维长度和饱和含水量进行规定。

该饱和含水量与纤维素纤维的水分散液粘度（旋转粘度），倾向也一致的。

图7是表示DDR通过次数与得到的纤维素纤维的水分散液粘度的关系一例的图，图7与图6是相同的例。从图6与图7的比较便明了，纤维素纤维的水分散液粘度，对DDR通过次数的增加与饱和含水量是同样地变化。但粘度的测量与饱和含水量的测量相比繁杂，所以在实施本发明超微纤维素纤维的制造方法时，最好使用饱和含水量来管理工序。

如上所述，最好把用圆盘磨浆机的处理实施10次以上，理想的是实施20次以上，这样就能得到数均纤维长度0.2mm以下、饱和含水量10mL/g以上的超微纤维素纤维。

〈超微纤维素纤维〉

利用本发明超微纤维素纤维的制造方法，能得到本发明的超微纤维素纤维。

本发明超微纤维素纤维的数均纤维长度是0.2mm以下，理想的是0.1~0.2mm。本发明超微纤维素纤维的饱和含水量是10mL/g以上，理想的是20mL/g以上，更理想的是25~35mL/g。

超微纤维素纤维的数均纤维长度和饱和含水量若在所述范围内，则其水分散液具有即使在常温下放置一周，也不会产生由超微纤维素纤维的沉淀引起相分离那样的稳定性。

〈超微纤维素纤维的制造装置〉

本发明超微纤维素纤维的制造方法，能使用现有公知的圆盘磨浆机来实施。例如能使用下面说明的本发明超微纤维素纤维的制造装置（以下也单叫做“本发明的制造装置”）来进行。

本发明制造装置的第一形式包括：浸渍软化装置；与所述浸渍软化装置连接的循环槽；具有入口和出口，且所述入口与所述循环槽连

接的圆盘磨浆机；与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽。

浸渍软化装置把供给的片状纸浆进行浸渍软化而制成浆料。浸渍软化装置的详细情况如上面所述。

循环槽临时贮留浆料。作为循环槽可以使用现有公知的罐。

圆盘磨浆机对从循环槽供给的所述浆料实施处理。圆盘磨浆机的详细情况如上面所述。

圆盘磨浆机的出口连接在循环槽和贮留槽上。

圆盘磨浆机具有入口和出口，其入口与循环槽连接，其出口与贮留槽和循环槽连接，但把圆盘磨浆机串联设置多台时，其最上流侧的圆盘磨浆机的入口与循环槽连接，其最下流侧的圆盘磨浆机的出口与贮留槽和循环槽连接便可。

在把循环槽和圆盘磨浆机分别设置多台时，可以把循环槽与圆盘磨浆机的组合串联设置多台，这时其最上流侧的循环槽与浸渍软化装置连接，其最下流侧的圆盘磨浆机的出口与贮留槽连接便可。

由圆盘磨浆机实施处理的浆料，首先向循环槽供给，接着向圆盘磨浆机供给。这样来循环实施通过圆盘磨浆机的处理。

在处理次数是10次以上之后，在规定的时间内，例如在处理后的浆料中的纤维素纤维，达到规定的数均纤维长度和/或饱和含水量的时刻，把处理后的浆料向所述贮留槽供给并贮留。

作为贮留槽，可以使用现有公知的罐。

本发明制造装置的第二形式包括：浸渍软化装置；具有入口和出口，且所述入口与所述浸渍软化装置连接的圆盘磨浆机；与所述圆盘磨浆机的所述出口连接的贮留槽。

本发明制造装置的第二形式中，除了浸渍软化装置兼顾本发明制造装置第一形式的浸渍软化装置与贮留槽的功能的点之外，与所述第一形式是相同的。作为浸渍软化装置，可以使用与本发明第一形式同样之物，特别是把浸渍软化时的浓度制成5~10%质量的高浓度，在浸渍软化后能使用该相同的浸渍软化装置稀释到1~6%质量，所以最好使用对浸渍软化时的浆料的量是大容量的装置。

图 8 (A) ~ (G) 是分别表示本发明制造装置各种实施例的模式图。图 8 中, (A)、(B)、(C)、(F)、(G) 分别相当于本发明制造装置的第一形式, (D)、(E) 分别相当于本发明制造装置的第二形式。下面, 使用图 8 对本发明的制造装置进行说明, 但本发明并不限于此。例如也可以代替 DDR 而使用单圆盘磨浆机。

图 8 (A)、(B)、(C) 中, 作为浸渍软化装置其使用现有公知的碎浆机。

图 8 (A) 中并列设置的两台 DDR 连接在循环槽与贮留槽间。这样通过并列设置多台 DDR, 能增加每单位时间超微纤维素纤维的制造量。

图 8 (B) 中串联设置的两台 DDR 连接在循环槽与贮留槽间。这样通过串联设置多台 DDR, 能减少 DDR 循环的次数。具体说就是, 例如为了把用 DDR 的处理实施 10 次, 则把 DDR 的循环次数设定成 5 次便可。其结果是能增加每单位时间超微纤维素纤维的制造量。

图 8 (C) 中在浆料机与贮留槽间, 有两台循环槽 (1) 与 (2) 和两台 DDR (1) 与 (2) 交替连接。能把由 DDR (1) 处理过的浆料向循环槽 (1) 供给, 能把由 DDR (2) 处理过的浆料向循环槽 (2) 供给。这样通过把多台循环槽与多台 DDR 交替设置, 能为了得到超微纤维素纤维希望的性状而把两台 DDR 的处理条件设定成不同。

图 8 (D)、(E) 中, 作为浸渍软化装置是使用带稀释部的碎浆机。该带稀释部的碎浆机如上所述, 可以是对浸渍软化的浆料的量是大容量的装置, 也可以是改造通常容量的碎浆机而设置了稀释场所的装置。

图 8 (D) 中把一台 DDR 连接在带稀释部的碎浆机与贮留槽间。这样使用一台 DDR 的情况与使用多台 DDR 的情况相比, 其处理时间相对变长, 但装置变短且是小规模, 设备投资需要的费用变少。

图 8 (E) 中把两台串联设置的 DDR 连接在带稀释部的碎浆机与贮留槽间。与图 8 (B) 的情况相同, 通过串联设置多台 DDR, 能减少 DDR 循环的次数。

图 8 (F)、(G) 中, 作为浸渍软化装置使用现有公知的打浆机。

图 8 (F) 中把两台串联设置的 DDR 连接在循环槽与贮留槽间。与图 8 (B) 的情况相同, 通过串联设置多台 DDR, 能减少 DDR 循环的次数。

图 8 (G) 中把一台 DDR 连接在循环槽与贮留槽间。与图 8 (D) 的情况相同, 装置变短且是小规模, 设备投资需要的费用变少。

实施例

下面表示实施例来具体说明本发明, 但本发明并不限于此。

(实施例 1)

1、超微纤维素纤维的制造

如图 8 (B) 所示, 使用具备碎浆机、循环槽、串联设置的两台 DDR、贮留槽的本发明制造装置, 制造超微纤维素纤维。

(1) 浸渍软化工序

在容量 6m^3 的碎浆机 (相川铁工公司制) 中装满 5.5m^3 的水, 在回流状态下投入含有水分率 11.5% 质量的 LBKP 片 (商标名セントクロア, 美国ドムタ一公司制) 400kg (绝对干燥质量 354kg)。

然后添加 0.1m^3 的水, 把浆料浓度调整到 5.9% 质量, 进行浸渍软化。这时的浆料温度是 18°C 。

把浸渍软化进行 15 分钟后, 把浆料液体向循环槽输送。输送是一边向碎浆机添加追加的水一边进行。

(2) 圆盘磨浆机处理工序

① 浆料的浓度调整

在循环槽内添加水, 进行浓度调整, 使浆料的浓度成为 4.0% 质量。即把循环槽内浆料的容量设定为 8.85m^3 。

② DDR 规格

(a) DDR 本体

DDR (1): AWN20 型 190kW (相川铁工公司制)

DDR (2): AWN20 型 190kW (相川铁工公司制)

(b) 圆盘

DDR (1): 刀刃宽度 2.0mm , 槽宽度 3.0mm , 刀刃宽度/槽宽度

比 0.67

DDR (2): 刀刃宽度 3.5mm, 槽宽度 2.0mm, 刀刃宽度/槽宽度比 1.75

③处理条件

使用上述规格的 DDR, 对浆料实施圆盘磨浆机处理。这时流量被设定成 $0.80 \text{ m}^3/\text{分}$, 负载条件如第二表所示地根据处理时间而变更。第二表中的 DDR 通过次数是根据流量和处理时间计算出的。

第二表

处理时间 (分)	0~27.5	27.5~55	55~165	165~275
DDR 通过次数 (次)	1~5	6~10	11~20	21~30
DDR (1) 负载 (kW)	165	160	40 (开放)	40 (开放)
DDR (2) 负载 (kW)	160	155	155	150

2、超微纤维素纤维的评价

对 DDR 通过次数是 0 次、5 次、10 次、15 次、30 次的处理时间, 把从各次得到的浆料中取出各 1L 浆料作为样品, 测量其数均纤维长度、饱和含水量和游离度。

对通过次数 30 次的样品, 除了上述测量外, 还要进行纤维长度分布和水分散液粘度和长期稳定性的测量。

这些测量的方法如下所示。

(1) 数均纤维长度和纤维长度分布

用刮刀 (スパチュラー) 从所述样品中采取极少量的浆料, 添加离子交换水, 得到约 0.03% 质量的稀释浆料。把该稀释浆料采取到 500mL 容量的烧杯中作为测量用试料。

数均纤维长度和纤维长度分布, 使用卡亚尼纤维长度分布测量机 (芬兰 Kajaani 公司制), 以 JAPAN TAPPI 纸浆试验方法 No. 52 “纸浆和纸-纤维长度试验方法-光学自动测量法” 为基准来进行测量。

数均纤维长度是把存在于测量用试料中的所有纤维素纤维的长度累计的数值用其根数去除而求得的。

把纤维累计比例以 0.10mm 间距在 0.00mm~3.00mm 间计算出，求出数均纤维长度超过 0.30mm 的纤维素纤维的根数和数均纤维长度 0.20mm 以下的纤维素纤维的根数分别对全体根数的比例。

(2) 饱和含水量

从所述样品中采取 200mL 左右的浆料，添加离子交换水，得到约 1.5%质量的稀释浆料。把该稀释浆料采取到 500mL 容量的烧杯中并调整到温度 20℃，作为测量用试料。

把测量用试料 50mL，计量采取到能进行离心分离的试管（内径 30mm × 长度 100mm，刻度表示容积 50mL）中，以 2000G（3300rpm）进行 10 分钟离心分离后，读出沉淀物的体积，由上述式（1）求得。纤维素纤维的绝对干燥质量是把沉淀物进行热干燥，在达到恒量状态时称量而求得的。

(3) 游离度

从所述样品中采取 100mL 左右的浆料，添加离子交换水，得到 0.3%质量的稀释浆料。把该稀释浆料 1000mL 正确计量采取到 1000mL 容量的量筒中，作为测量用试料。测量用试料以精度 0.5℃来测量温度。

对测量用试料以 TAPPI 的 T-227 规定来测量游离度。具体说就是用量筒测量从侧管排出的水的量，根据测量用试料的温度进行向标准温度 20℃的修正，作为游离度（mL）。

(4) 水分散液的粘度

从所述样品中采取 60mL 左右的浆料，添加离子交换水，得到 0.50%质量的稀释浆料。把该稀释浆料 500mL 采取到 500mL 容量的烧杯中并调整到温度 20℃，作为测量用试料。

把测量用试料的粘度用 JIS Z8803 “粘度测量方法”中规定的单一圆筒型旋转粘度计，即布鲁克菲尔德旋转式粘度计来进行测量。测量用 N0.2 转子进行，使其以 12rpm 旋转，把旋转开始 30 秒后的值作为粘度（mPa·s）。粘度的测量进行 5 次，求得其平均值。

(5) 水分散液的长期稳定性

从所述样品中采取 30mL 左右的浆料，添加离子交换水，得到

0.50%质量的稀释浆料。把该稀释浆料 200mL 正确计量采取到 200mL 容量的量筒中。量筒的开口部为了防止水的蒸发而密封。然后把量筒静置在 20℃ 的恒温槽中进行温度调节。

24 小时后，用目视读出上部澄清液体的体积 (h)，由下述式 (2) 求得沉淀率。沉淀率越小越是长期稳定性优良。

$$\text{沉淀率}(\%) = h(\text{mL}) / 200(\text{mL}) \times 100 \quad (2)$$

把评价结果表示在图 2、图 3、图 5 和第三表中。

从图 2、图 3、图 5 和第三表可明了，根据本发明的制造方法，能得到数均纤维长度 0.2mm 以下，且饱和含水量 10mL/g 以上的超微纤维素纤维。

由本发明制造方法得到的超微纤维素纤维（通过次数 30 次），其纤维长度 0.20mm 的纤维是 95% 以上，了解到根据本发明，稳定的短纤维化是可能的。而且其水分散液的粘度在稀释到 0.50% 质量的状态下是 150 mPa·s，了解到高粘度化在进展。还了解到其水分散液的长期稳定性，在 24 小时后的沉淀率是 2.0%，也是非常高的。

第三表

数均纤维长度 (mm)	0.16
纤维长度分布	0.30mm 以上: 1% 以下 0.20mm 以下: 95% 以上
饱和含水量 (mL/g)	31
0.50% 质量水分散液 (20℃) 的粘度 (mPa·s)	150
0.50% 质量水分散液 (20℃) 的长期稳定性 [沉淀率 (%)]	2.0

(实施例 2)

1、超微纤维素纤维的制造

如图 8 (D) 所示，使用具备带稀释部的碎浆机、一台 DDR、贮留槽的本发明制造装置，制造超微纤维素纤维。

(1) 浸渍软化工序

在具有容量 6m³ 的碎浆机部和容量 3m³ 的稀释部，总容量是 9m³

的，搅拌旋转数能转换控制的碎浆机（相川铁工公司制）中装满 5.6 m^3 的水，在回流状态下投入含有水分率 13.4% 质量的打浆完毕的纸浆，即卫生纸原纸（王子制纸公司制）409kg（绝对干燥质量 354kg），进行浸渍软化。浸渍软化时的搅拌以最高转速进行。浆料的浓度是 5.9% 质量，温度是 18°C 。

把浸渍软化进行 15 分钟后，在浆料中投入稀释水 1.86 m^3 ，把浓度调整到 4.5% 质量。

（2）圆盘磨浆机处理工序

① DDR 规格

（a）DDR 本体

AWN20 型 190kW（相川铁工公司制）

（b）圆盘

刀刃宽度 2.5mm，槽宽度 2.5mm，刀刃宽度/槽宽度比 1.00

② 处理条件

使用上述规格的 DDR，对浆料实施圆盘磨浆机处理。这时流量被设定成 $0.80 \text{ m}^3/\text{分}$ ，负载条件如第四表所示地根据处理时间而变更。第四表中的 DDR 通过次数是根据流量和处理时间计算出的。

第四表

处理时间（分）	0~49	49~98	98~295
DDR 通过次数（次）	1~5	6~10	11~30
DDR 负载（kW）	165	160	155

2、超微纤维素纤维的评价

对 DDR 通过次数是 0 次、5 次、10 次、15 次、30 次的处理时间，把从各次得到的浆料中取出各 1L 浆料作为样品，测量其数均纤维长度。

对通过次数 30 次的样品，除了上述测量外，还要进行纤维长度分布、饱和含水量和水分散液粘度和长期稳定性的测量。

这些测量的方法与实施例 1 的情况相同。

把评价结果表示在图 9 和第五表中。

从图 9 和第五表可明了，根据本发明的制造方法，能得到数均纤维长度 0.2mm 以下，且饱和含水量 10mL/g 以上的超微纤维素纤维。

由本发明制造方法得到的超微纤维素纤维（通过次数 30 次），其纤维长度 0.20mm 的纤维是 95% 以上，了解到根据本发明，稳定的短纤维化是可能的。而且其水分散液的粘度在稀释到 0.50% 质量的状态下是 140 mPa·s，了解到高粘度化在进展。还了解到其水分散液的长期稳定性，在 24 小时后的沉淀率是 2.0%，也是非常高的。

即使在使用打浆完毕的纸浆的情况（实施例 2）下，数均纤维长度成为 0.2mm 以下的 DDR 通过次数，与未打浆的纸浆（实施例 1）比较，也没有大的差别。

第五表

数均纤维长度 (mm)	0.15
纤维长度分布	0.30mm 以上: 1% 以下 0.20mm 以下: 95% 以上
饱和含水量 (mL/g)	31
0.50% 质量水分散液 (20℃) 的粘度 (mPa·s)	140
0.50% 质量水分散液 (20℃) 的长期稳定性 [沉淀率 (%)]	2.0

（实施例 3）

1、超微纤维素纤维的制造

如图 8 (E) 所示，使用具备带稀释部的碎浆机、串联设置的两台 DDR、贮留槽的本发明制造装置，制造超微纤维素纤维。

（1）浸渍软化工序

在具有容量 6m³ 的碎浆机部和容量 2m³ 的稀释部，总容量是 8m³ 的，搅拌旋转数能转换控制的碎浆机（相川铁工社制）中装满 2.77m³ 的水，在回流状态下投入含有水分率 11.5% 质量的 LBKP 片（商标名 セントクロア，美国ドムター社制）200kg（绝对干燥质量 177kg），在浆料浓度 6.0% 质量下进行浸渍软化。这时的浆料温度是 20℃。

把浸渍软化进行 15 分钟后，添加水进行浓度调整，使浆料浓度成为 2.95% 质量。即把碎浆机的浆料容量设定为 6.0 m^3 。

(2) 圆盘磨浆机处理工序

① DDR 规格

作为 DDR (1) 和 DDR (2)，如下所述，其本体和圆盘都使用同样规格的。

(a) DDR 本体

AWN14 型 75kW (相川铁工社制)

(b) 圆盘

刀刃宽度 2.0mm，槽宽度 3.0mm，刀刃宽度/槽宽度比 0.67

② 处理条件

使用上述规格的 DDR，对浆料实施圆盘磨浆机处理。这时流量被设定成 $0.50 \text{ m}^3/\text{分}$ ，间隙 (表示值) 如第六表所示地根据处理时间而变更增加。这主要是考虑随温度上升的热膨胀，对纤维素纤维加以适当剪切的调节。第六表中的 DDR 通过次数是根据流量和处理时间计算出的。

第六表

DDR 通过次数 (次)	1~10	11~20			21~80		
	0~60	60~80	80~95	95~120	120~150	150~250	250~480
处理时间 (分)	0~60	60~80	80~95	95~120	120~150	150~250	250~480
DDR (1) 和 (2) 间隙 (mm)	0.18	0.20	0.22	0.24	0.24	0.27	0.30
浆料温度 (°C)	22 (开始) 32 (60分)	39 (80分)	48 (95分)	55 (120分)	60 (150分)	66 (250分)	70 (480分)

2、超微纤维素纤维的评价

对 DDR 通过次数是 0 次、20 次、40 次、60 次、80 次的处理时间，把从各次得到的浆料中取出各 1L 浆料作为样品，测量其数均纤维长度、饱和含水量和水分散液粘度。

这些测量的方法与实施例 1 的情况相同。

把评价结果表示在图 4、图 6、图 7 中。

从图 4 和图 6 可明了，根据本发明的制造方法，能得到数均纤维长度 0.2mm 以下，且饱和含水量 10mL/g 以上的超微纤维素纤维。

本实施例中，DDR 通过次数直到 20 次左右，数均纤维长度就急剧变短，但在此以后则不太变短，在 0.15mm 左右就大致固定了（参照图 4）。

而且饱和含水量和水分散液粘度是追寻相同的经过，随着 DDR 通过次数而增加（参照图 6 和图 7）。

（实施例 4）

1、超微纤维素纤维的制造

如图 8（D）所示，使用具备带稀释部的碎浆机、一台 DDR、贮留槽的本发明制造装置，制造超微纤维素纤维。

（1）浸渍软化工序

在具有容量 2m^3 的碎浆机部和容量 1.5m^3 的稀释部，总容量是 3.5m^3 的，搅拌旋转数能转换控制的碎浆机（相川铁工社制）中装满 1.79m^3 的水，在回流状态下投入含有水分率 12.0% 质量的 LBKP 片（商标名セントクロア，美国ドムタ一社制）102kg（绝对干燥质量 90kg），在浆料浓度 5.0% 质量下进行浸渍软化。这时的浆料温度是 21°C 。

把浸渍软化进行 15 分钟后，添加水进行浓度调整，使浆料浓度成为 3.0% 质量。即把碎浆机的浆料容量设定为 3.0m^3 。

（2）圆盘磨浆机处理工序

①DDR 规格

（a）DDR 本体

AWN14 型 75kW（相川铁工社制）

（b）圆盘

刀刃宽度 2.0mm，槽宽度 3.0mm，刀刃宽度/槽宽度比 0.67

②处理条件

使用上述规格的 DDR，对浆料实施圆盘磨浆机处理。这时流量被

设定成 $0.50 \text{ m}^3/\text{分}$ ，间隙（表示值）如第七表所示地根据处理时间而变更。开放运转中的 DDR，其间隙是 11.2mm ，负载是 130A 。第七表中的 DDR 通过次数是根据流量和处理时间计算出的。

第七表

DDR 通过次数(次)	1~20	21~55			56~90	
处理时间(分)	0~120	120~150	150~280	280~330	330~410	410~540
DDR 间隙(mm)	0.12	0.12	0.15	0.18	0.21	0.24
DDR 负载(A)	245 (开始) 150 (120分)	140 (150分)	130 (280分)	130 (330分)	130 (410分)	130 (540分)
浆料温度(℃)	20 (开始) 45 (120分)	52 (150分)	57 (280分)	64 (330分)	68 (410分)	72 (540分)

2、DDR 的通过次数、间隙和负载的关系

第七表表示了 DDR 的通过次数、处理时间、DDR 的间隙、DDR 的负载和浆料温度。

如第七表所示，随着 DDR 通过次数的增加，难于加上负载，若通过次数到达 50 次以上，则只能加与开放运转相同的负载，但在考虑了纤维素纤维的微小原纤维化程度、热膨胀等的基础上，通过适当调节间隙，则能容易地进行本发明超微纤维素纤维的制造方法在实施时的工序管理。

3、超微纤维素纤维的评价

对 DDR 通过次数是 0 次、20 次、40 次、60 次、90 次的处理时间，把从各次得到的浆料中取出各 1L 浆料作为样品，测量其数均纤维长度、饱和含水量和水分散液粘度。

这些测量的方法与实施例 1 的情况相同。

评价的结果虽然未图示，但与实施例 3 情况的图 4、图 6、图 7 大致相同。

图1

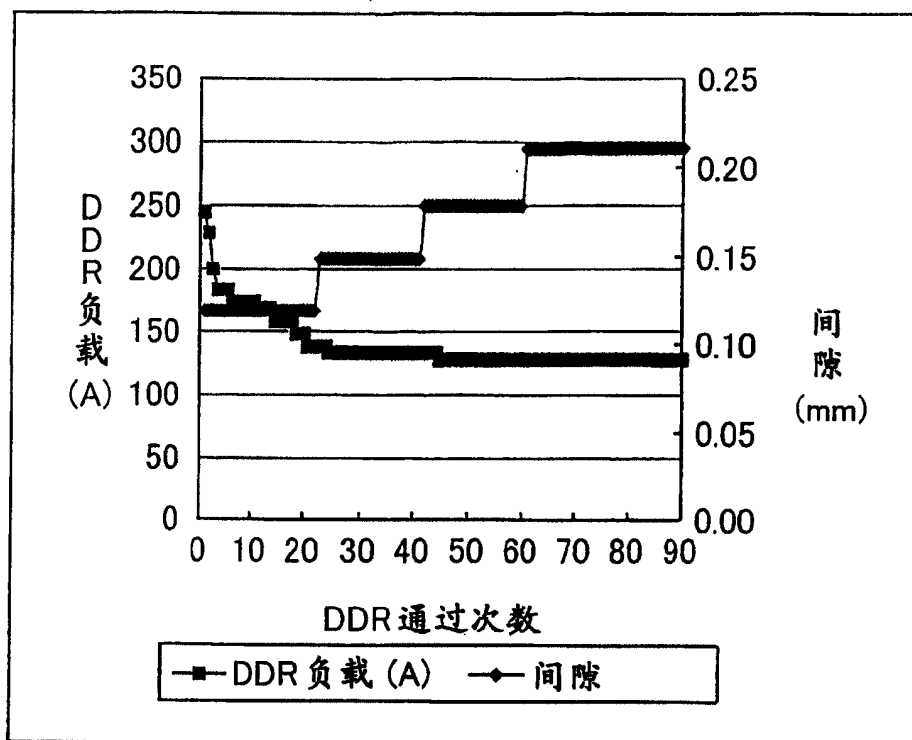


图2

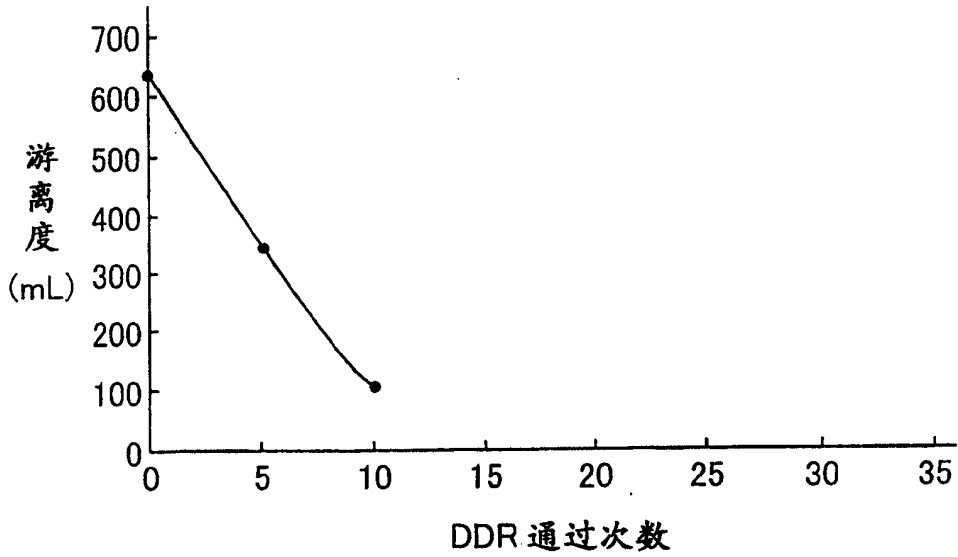


图3

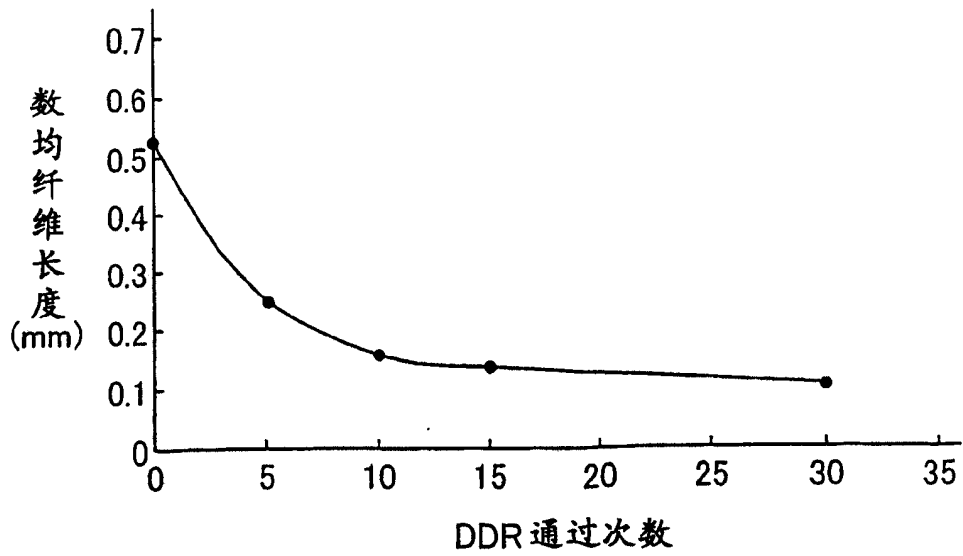


图4

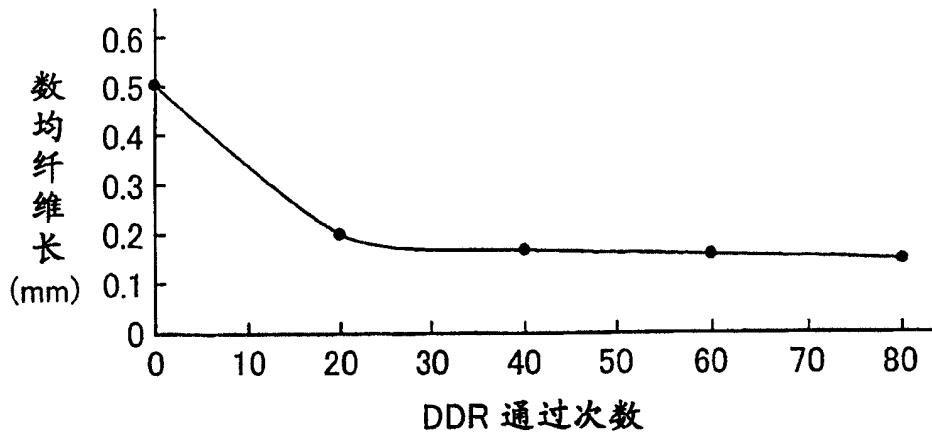


图5

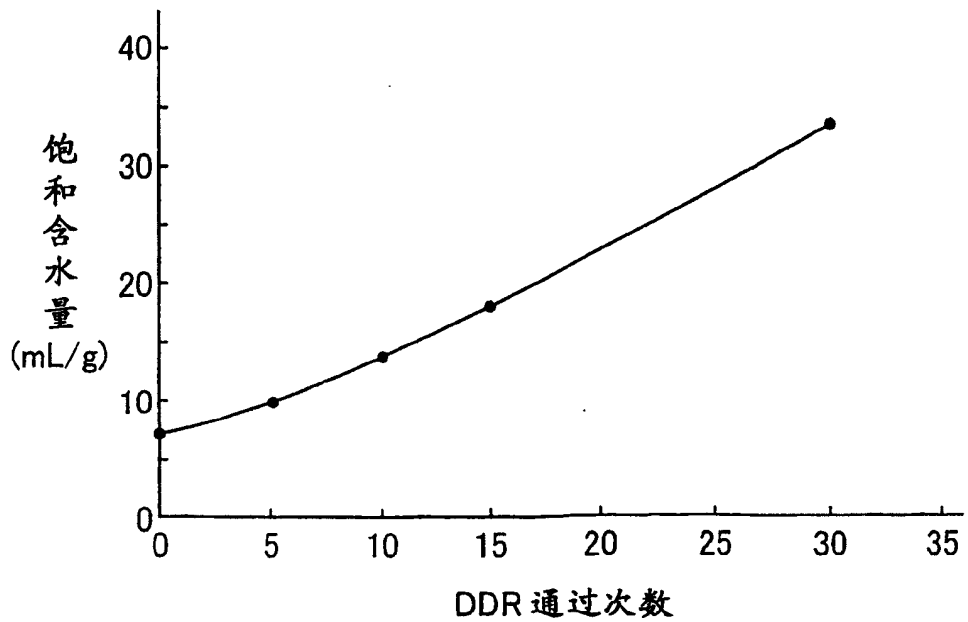


图6

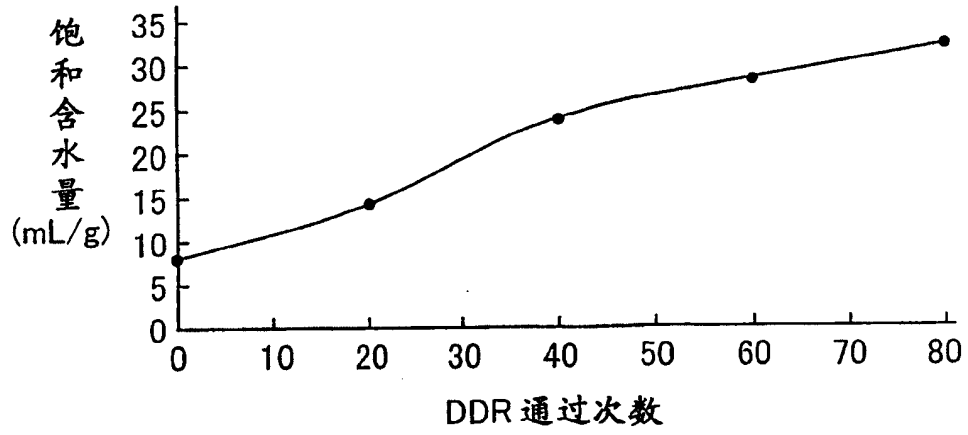


图7

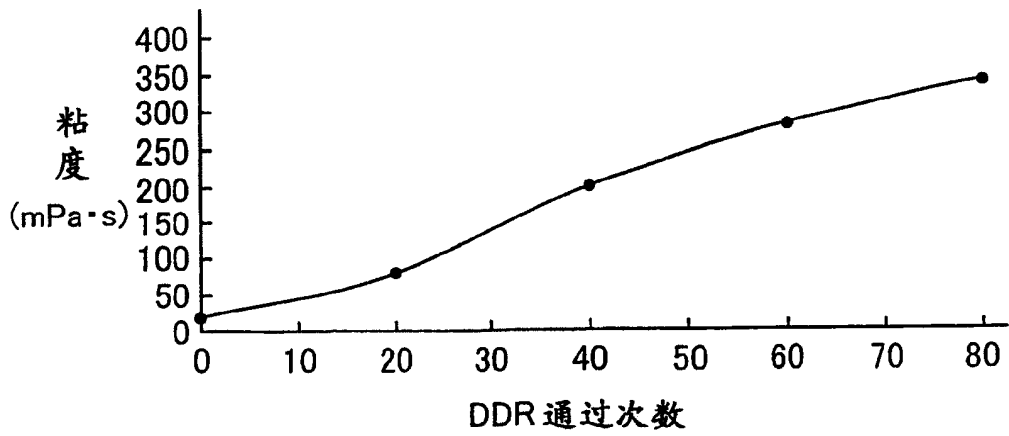


图9

