

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第5区分

【発行日】平成29年4月20日(2017.4.20)

【公表番号】特表2016-515170(P2016-515170A)

【公表日】平成28年5月26日(2016.5.26)

【年通号数】公開・登録公報2016-032

【出願番号】特願2015-562195(P2015-562195)

【国際特許分類】

D 21 H 11/18 (2006.01)

C 08 B 1/00 (2006.01)

【F I】

D 21 H 11/18

C 08 B 1/00

【手続補正書】

【提出日】平成29年3月14日(2017.3.14)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更するための方法であって、マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液に、少なくとも部分的に動的剪断要素により生じる高剪断を施して、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更することを含む、方法。

【請求項2】

前記水性懸濁液が無機粒子材料を更に含む、請求項1に記載の方法。

【請求項3】

マイクロフィブリル化セルロースを含む前記水性懸濁液に施して、前記マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を改善することを含む、請求項1又は2に記載の方法。

【請求項4】

(i) マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液のマイクロフィブリル化セルロースが、高剪断前に、20～50の纖維勾配を有し、および/または(ii)マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液のマイクロフィブリル化セルロースが、高剪断前に、少なくとも約50 μm の纖維のd₅₀を有する、請求項1～3のいずれか1項に記載の方法。

【請求項5】

マイクロフィブリル化セルロースを含む前記水性懸濁液が、粉碎媒体の存在下で、水性環境において、セルロースを含む纖維基材をマイクロフィブリル化することを含むプロセスにより得られる、請求項1～4のいずれか1項に記載の方法。

【請求項6】

前記マイクロフィブリル化プロセスが、粉碎媒体および無機粒子材料の存在下で、セルロースを含む纖維基材を粉碎することを含む、請求項5に記載の方法。

【請求項7】

前記無機粒子材料がアルカリ土類金属の炭酸塩もしくは硫酸塩、含水カンダイトクレイ、無水カンダイトクレイ、タルク、雲母、パーライト、珪藻土、水酸化マグネシウム、三

水和アルミニウム、またはそれらの組合せである、請求項 2 または 6 に記載の方法。

【請求項 8】

前記アルカリ土類金属の炭酸塩もしくは硫酸塩が、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ドロマイトもしくは石膏であるか、前記含水カンダイトクレイが、カオリン、ハロイサイトもしくはボールクレイであるか、または前記無水カンダイトクレイが、メタカオリンもしくは完全焼成カオリンである、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 9】

(i) 前記無機粒子材料が、炭酸カルシウムであるか、または (i i) 前記無機粒子材料が、カオリンである、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 10】

高剪断後、マイクロフィブリル化セルロースの纖維の d_{50} が少なくとも約 1 % 低下する、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 11】

高剪断後、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性が、少なくとも約 1 % 上昇する、請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 12】

高剪断の前および / または該方法中に、混合用タンクでマイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液を攪拌する、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 13】

請求項 1 ~ 12 のいずれかに記載の方法により得ることができる、マイクロフィブリル化セルロースを含む製紙用組成物を調製することをさらに含む、請求項 1 ~ 12 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 14】

請求項 1 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の方法により得ることができる、マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液。

【請求項 15】

請求項 13 に記載の方法により得ることができる、製紙用組成物。

【請求項 16】

前記製紙用組成物から調製される、請求項 13 の方法により得ることができる紙製品。

【請求項 17】

請求項 1 ~ 16 のいずれか 1 項において定義されたマイクロフィブリル化セルロースを等量含む比較可能紙製品の第 2 の破裂強度よりも大きな第 1 の破裂強度を有する、請求項 16 に記載の紙製品。

【請求項 18】

約 0.1 ~ 約 5 質量 % のマイクロフィブリル化セルロースを含む、請求項 17 に記載の紙製品。

【請求項 19】

最大 50 質量 % の無機粒子材料を更に含む、請求項 17 に記載の紙製品。

【請求項 20】

前記動的剪断要素が、高剪断ロータ / ステータ混合装置内に収容されており、該方法が、前記ロータ / ステータ混合装置内で、マイクロフィブリル化セルロースを含む前記水性懸濁液に高剪断を施して、前記マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更することを含む、請求項 1 に記載の方法。

【請求項 21】

前記マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更することが、前記マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を改善することを含む、請求項 20 に記載の方法。

【請求項 22】

水性環境におけるセルロースを含む纖維基材の前記マイクロフィブリル化が、更に無機粒子材料の存在下である、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 2 3】

前記炭酸カルシウムが、 $2 \mu\text{m}$ 未満の e . s . d . を有する、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 2 4】

前記カオリンの少なくとも 50 %が、 $2 \mu\text{m}$ 未満の e . s . d . を有する、請求項 9 に記載の方法。

【請求項 2 5】

マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性が、少なくとも 5 %上昇する、請求項 1 1 に記載の方法。

【請求項 2 6】

マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性が、少なくとも 10 %上昇する、請求項 1 1 に記載の方法。

【請求項 2 7】

約 0 . 1 ~ 約 5 質量 % のマイクロフィブリル化セルロースを含む、請求項 1 6 に記載の紙製品。

【請求項 2 8】

最大 50 質量 % の無機粒子材料を含む、請求項 1 6 に記載の紙製品。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0 1 1 3

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0 1 1 3】

結果は、無機物の充填量 30 %についてプロットし、シートにおける、2 %の M F C レベルに内挿した。これらを 20 % 充填量における対照となる填料と比較した。表 7 に結果をまとめている。

【表 7】

表7.

試験	対照GCC	共粉碎MFC	高剪断処理した共粉碎MFC
破裂指数, $\text{kPa m}^2 \text{g}^{-1}$	1.07	1.23	1.36
縦方向の引張指数, Nm g^{-1}	31.1	31.2	33.3
横方向の引裂指数, $\text{mN m}^2 \text{g}^{-1}$	5.34	5.42	5.88
インターナル(スコット)ボンド強度, J m^{-2}	79	129	192
ベントセン透気度, $\text{cm}^3 \text{min}^{-1}$	3750	1050	800
ベントセン平滑度, $\text{cm}^3 \text{min}^{-1}$	720	555	695
不透明度, 80 gm^{-2} , %	86.9	88.9	89.1

本発明のまた別の態様は、以下のとおりであってもよい。

〔1〕マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更するための方法であって、マイクロフィブリル化セルロースを含み、無機粒子材料を含んでもよい水性懸濁液に、少なくとも部分的に動的剪断要素により生じる高剪断を施して、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更することを含む、方法。

〔2〕マイクロフィブリル化セルロースを含み、無機粒子材料を含んでもよい水性懸濁液に高剪断を施して、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を改善することを含む、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を改善するための、前記〔1〕に記載の方法。

〔3〕前記動的剪断要素が、高剪断ロータ / ステータ混合装置内に収容されており、前記ロータ / ステータ混合装置内で、マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液に高

剪断を施して、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性を変更、例えば改善することを含む、前記〔1〕または〔2〕に記載の方法。

〔4〕(i)マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液のマイクロフィブリル化セルロースが、高剪断前に、約20～約50の纖維勾配を有し、および/または(ii)マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液のマイクロフィブリル化セルロースが、高剪断前に、少なくとも約50μmの纖維のd₅₀を有する、前記〔1〕～〔3〕のいずれか1項に記載の方法。

〔5〕マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液を得ることをさらに含み、マイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液は、粉碎媒体の存在下で、かつ纖維材料を含み、無機材料を含んでもよい無機粒子材料懸濁液の存在下でもよく、水性環境において、セルロースを含む纖維基材をマイクロフィブリル化することを含む加工により得られてもよい、前記〔1〕～〔4〕のいずれか1項に記載の方法。

〔6〕前記マイクロフィブリル化工程が、粉碎媒体の存在下で、かつ無機粒子材料の存在下でもよく、セルロースを含む纖維基材を粉碎することを含む、前記〔5〕に記載の方法。

〔7〕無機粒子材料が、存在する場合、炭酸カルシウム、例えば、天然炭酸カルシウムおよび/または沈降炭酸カルシウム、炭酸マグネシウムなどの炭酸アルカリ土類金属塩または硫酸アルカリ土類金属塩、ドロマイト、石膏、含水カンダイトクレイ、例えば、カオリソ、ハロイサイトまたはボールクレイ、無水(焼成)カンダイトクレイ、例えば、メタカオリソまたは完全焼成カオリソ、タルク、雲母、パーライトまたは珪藻土、または水酸化マグネシウム、または三水和アルミニウム、またはそれらの組合せである、前記〔1〕～〔6〕のいずれか1項に記載の方法。

〔8〕(i)無機粒子が、炭酸カルシウムであり、炭酸カルシウムの少なくとも約50質量%が、約2μm未満のe.s.d.を有してもよく、または(ii)無機粒子材料が、カオリソであり、カオリソの少なくとも約50質量%が、約2μm未満のe.s.d.を有してもよい、前記〔7〕に記載の方法。

〔9〕高剪断後、マイクロフィブリル化セルロースの纖維のd₅₀が低下、例えば、少なくとも約1%、または少なくとも約5%、または少なくとも約10%、または少なくとも約50%低下する、前記〔1〕～〔8〕のいずれか1項に記載の方法。

〔10〕高剪断後、マイクロフィブリル化セルロースの紙破裂強度強化属性が、少なくとも約1%、例えば、少なくとも約5%、または少なくとも約10%上昇する、前記〔1〕～〔9〕のいずれか1項に記載の方法。

〔11〕高剪断の前および/または該工程中に、混合用タンクでマイクロフィブリル化セルロースを含む水性懸濁液を攪拌する、前記〔1〕～〔10〕のいずれか1項に記載の方法。

〔12〕前記〔1〕～〔11〕のいずれかに記載の方法により得ることができる、マイクロフィブリル化セルロースを含み、無機粒子材料を含んでもよい、製紙用組成物を調製することをさらに含み、前記製紙用組成物から紙製品を調製することをさらに含んでもよい、前記〔1〕～〔11〕のいずれか1項に記載の方法。

〔13〕前記〔1〕～〔11〕のいずれか1項に記載の方法により得ることができる、マイクロフィブリル化セルロースを含み、無機粒子材料を含んでもよい水性懸濁液。

〔14〕前記〔12〕に記載の方法により得ることができる、製紙用組成物。

〔15〕前記〔13〕の方法により得ることができる紙製品であって、(高剪断前の)前記〔1〕および〔4〕のいずれか1項において定義されたマイクロフィブリル化セルロースを等量含む比較可能紙製品の第2の破裂強度よりも大きな第1の破裂強度を有し、約0.1～約5質量%のマイクロフィブリル化セルロースを含んでもよく、最大約50質量%の無機粒子材料を含んでもよい、紙製品。