

【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 2 1 H 11/18 (2006.01)

C 0 8 B 1/00 (2006.01)

【F I】

D 2 1 H 11/18

C 0 8 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、2 0 ~ 5 0 の繊維勾配を有し、および / または (i 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、少なくとも約 5 0 μ m の繊維の d_{50} 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、セルロースを含む繊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、セルロースを含む繊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繊維の 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繊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 23】

前記炭酸カルシウムが、2 μm 未満のe . s . d .を有する、請求項9に記載の方法。

【請求項 24】

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

【請求項 25】

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11に記載の方法。

【請求項 26】

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11に記載の方法。

【請求項 27】

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16に記載の紙製品。

【請求項 28】

最大50質量%の無機粒子材料を含む、請求項16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】0113

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0113】

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MFC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
横方向の引張指数, $\text{mN m}^2 \text{g}^{-1}$	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の繊維勾配を有し、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の繊維の d_{50} 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、かつ繊維材料を含み、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、セルロースを含む繊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、セルロースを含む繊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、カオリン、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、メタカオリンまたは完全焼成カオリン、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、カオリンであり、カオリンの少なくとも約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繊維の d_{50} 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。