



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 106164348 A

(43)申请公布日 2016.11.23

(21)申请号 201580016555.8

F-G·尼姆茨

(22)申请日 2015.04.06

(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 11038

(30)优先权数据

代理人 宁家成

61/978,323 2014.04.11 US

14/677,011 2015.04.02 US

(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2016.09.27

(51)Int.Cl.

D01F 6/14(2006.01)

D01F 1/10(2006.01)

C08J 5/18(2006.01)

D21C 5/02(2006.01)

D21H 11/14(2006.01)

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/US2015/024507 2015.04.06

D21H 11/18(2006.01)

D21H 17/25(2006.01)

D21H 17/36(2006.01)

D21H 17/69(2006.01)

B29C 47/00(2006.01)

(87)PCT国际申请的公布数据

W02015/157168 EN 2015.10.15

(71)申请人 佐治亚-太平洋消费产品有限合伙
公司

地址 美国佐治亚

(72)发明人 D·W·萨姆尼彻特 T·舒尔茨

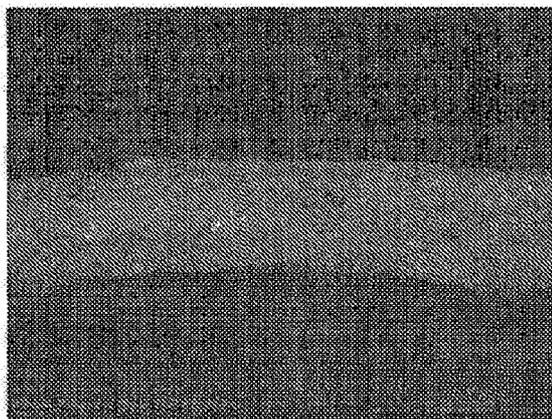
权利要求书2页 说明书15页 附图3页

(54)发明名称

具有填料的纤维

(57)摘要

本发明涉及包括纤维和薄膜在内的制品及其制造方法。按照本发明,所述制品包括用填料浸渍或包封填料的粘结剂。所述粘结剂是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。



1. 包含粘结剂和填料的制品,所述粘结剂是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。

2. 权利要求1的制品,其中所述制品是纤维或薄膜。

3. 权利要求2的制品,其中所述粘结剂被用所述填料浸渍。

4. 权利要求2的制品,其中所述粘结剂包封所述填料。

5. 权利要求2的制品,其中所述填料以在约1wt.%-约80wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

6. 权利要求2的制品,其中所述PVOH以在约20wt.%-约99wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

7. 权利要求2的制品,其中所述纤维素微纤丝以在约1wt.%-约80wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

8. 权利要求2的制品,其中所述灰分是沉淀碳酸钙,重质碳酸钙,石膏,二氧化钛,粘土,二氧化硅,或它们的任何组合。

9. 权利要求2的制品,其中所述填料包含具有直径小于约20微米的平均尺寸的颗粒。

10. 权利要求2的制品,还包含加工助剂。

11. 权利要求10的制品,其中所述加工助剂以在约0.5wt.%-约10wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

12. 权利要求10的制品,其中所述加工助剂是羧甲基纤维素,淀粉,乙二醛,戊二醛,二醛类硼酸碳酸酯,碳酸铅铵,乙二醛化的聚丙烯酰胺,聚酰胺-表氯醇,多胺-表氯醇,脲-甲醛,密胺-甲醛,聚乙烯亚胺,丙二醇,二乙二醇,三乙二醇,二丙二醇,甘油,或它们的任何组合。

13. 包含权利要求2的制品的纸幅,其中所述制品是纤维。

14. 包含权利要求1的制品的纸幅,其中所述纸幅包含具有表面的纤维素基材,并且所述制品被实质上布置在所述表面上或渗透所述纤维素基材。

15. 权利要求14的纸幅,其中所述制品渗透所述纤维素基材并具有平均直径在约1微米和约80微米之间范围内的颗粒大小。

16. 包含纤维素微纤丝和填料的制品,所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述纤维素微纤丝是微纤丝化的纤维素或纤维素沉析纤维中的至少一种。

17. 权利要求16的制品,其中所述制品是纤维或薄膜。

18. 权利要求17的制品,其中所述纤维素微纤丝用所述填料浸渍。

19. 权利要求17的制品,其中所述纤维素微纤丝包封所述填料。

20. 权利要求17的制品,其中所述填料以在约5wt.%-约50wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

21. 包含PVOH和填料的制品,所述PVOH以在基于总纤维重量计约20wt.%-约85wt.%范围内的量存在,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。

22. 权利要求21的制品,其中所述制品是纤维或薄膜。

23. 权利要求21的制品,其中所述PVOH具有在约500-约3,000范围内的聚合度。

24. 权利要求23的制品,其中所述聚合度在约1,000-约1,600的范围内。

25. 权利要求21的制品,其中所述PVOH具有大于约95%的水解度。

26. 权利要求25的制品,其中所述PVOH具有大于约98%的水解度。

27. 制造制品的方法,该方法包括:

用填料浸渍或包封粘结剂,所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合;和
制备可挤出的纺丝原液。

28. 权利要求27的方法,其中所述制品是纤维或薄膜。

29. 权利要求28的方法,还包括湿法纺丝、干法纺丝、剪切纺丝或狭缝挤出所述可挤出的纺丝原液以形成所述纤维或所述薄膜的步骤。

30. 权利要求28的方法,其中所述纤维素微纤丝是纤维素微纤丝或纤维素沉析纤维中的至少一种。

31. 权利要求28的方法,还包括均化木浆纤维或其它可原纤化的纤维素以形成所述纤维素微纤丝的步骤。

具有填料的纤维

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 本申请基于2014年4月11日提交的美国临时申请号61/978,323,该申请整体结合到本文中。

技术领域

[0003] 本发明总体涉及纤维、薄膜和纸。更具体而言,本发明涉及具有填料的纤维、薄膜和纸。

[0004] 发明背景

[0005] 纸再循环是将废纸转化成可用的纸产品的过程。纸再循环通过减少对用于新鲜纸浆的砍伐树木的需求而有益于环境和社会。“脱墨”是一种类型的工业纸再循环方法,其中印刷油墨和其它污染物被从再循环的纸中除去以生产“脱墨的纸浆”,该脱墨的纸浆可以被用于生产纸产品如薄纸。

[0006] 再循环纸的约三分之二提供可用的纤维,其余三分之一是废固体物或“污泥”。废固体物包括约50%的来自纸填料的灰分和50%的被称为“细粉”的小纤维素颗粒。其它污染物包括墨颗粒和“粘着剂”如压敏黏合剂。由于它们的小尺寸和深色的墨颗粒,废固体物不适合用于纸产品,这阻止了所述填料被直接再利用。传统上,废固体物被通过各种方法弃去,所述方法包括废渣填埋法、焚烧法和陆地分散法。然而,废渣填埋法的成本随着时间过去而增加。而且,对环境可持续性的增加的关注导致一些组织不赞成废渣填埋法。结果,许多消费者要求来自纸产品公司的环境可持续性证明。

[0007] 由于上述原因,存在对被废弃的废纸材料如废固体物的实用应用的需要。因此,本发明意图解决该需要和其它需要。

[0008] 发明概述

[0009] 本发明涉及制品。在一个方面,所述制品是纤维或薄膜。按照本发明,所述制品包括粘结剂和填料。所述粘结剂是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。所述粘结剂可以用所述填料浸渍,或者所述粘结剂可以包封所述填料。在一个方面,纸幅包括所述制品。任选地,加工助剂如羧甲基纤维素被包括。

[0010] 在另一方面,制品包括纤维素微纤丝和填料。所述填料是具有灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述纤维素微纤丝是微纤丝化的纤维素或纤维素沉析纤维中的至少一种。所述纤维素微纤丝可以用所述填料浸渍,或者所述纤维素微纤丝可以包封所述填料。所述制品可以是纤维或薄膜。

[0011] 在又一方面,制品包括PVOH和填料。所述PVOH以在约20wt.%-约85wt.%范围内的量存在,基于总纤维重量计。所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。所述制品可以是纤维或薄膜。

[0012] 在另一方面,薄膜包含粘结剂、填料和任选地包含木浆纤维。所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的

脱墨废固体物。

[0013] 在又一方面,制造制品的方法包括用填料浸渍或包封粘结剂,和制备可挤出的纺丝原液。所述填料是具有灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。所述制品可以是纤维或薄膜。

[0014] 应该明白,本文中采用的措辞和术语是为了描述的目的并且不应该被认为是限制性的。这样,本领域技术人员将理解,本公开所基于的概念可以被容易地用作用于实施本发明的其它结构、方法和系统的设计的基础。因此重要的是,权利要求书被认为包括这样的等价结构,只要它们不偏离本发明的精神和范围。

[0015] 从以下结合显示本发明一些方面的实施例所做的描述,本发明的其它优势和能力将是显而易见的。

[0016] 附图简要说明

[0017] 当考虑以下对本发明的详细描述时,本发明将被更好地理解并且上述目的以及除上面所述那些目的外的其它目的将变得显而易见。这样的描述参考了所附的附图,其中:

[0018] 图1是干燥的微纤丝化纤维素的表面的显微照片;

[0019] 图2A和2B是包含废固体物填料和微纤丝化纤维素粘结剂的纤维(实施例1)的显微照片;

[0020] 图3A(实施例2)、3B(实施例3)和3C(实施例4)是包含废固体物填料和PVOH粘结剂的纤维的显微照片;

[0021] 图4(实施例5)是通过剪切凝结生产的沉析纤维的显微照片;和

[0022] 图5(实施例6)是通过狭缝挤出生成的、包含废固体物和木浆填料以及PVOH粘结剂的粉碎薄膜的显微照片。

[0023] 本发明的详细描述

[0024] 为了更全面地理解本发明的性质和希望的目的,应参考上面和下面结合附图所做的详细描述。当参考所述附图时,在所述数个附图中同样的标记号指代相应的部件。

[0025] 本文中使用的术语具有其普通含义,与下面所述的示例性定义一致;mg是指毫克和 m^2 是指平方米等。除非另外指明,%是指百分重量。

[0026] 本文中使用的术语“制成品”或“制品”是指纤维、薄膜和其它成型的物品。所述制品包括粘结剂和填料。所述粘结剂是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。

[0027] 本文中使用的术语“纤维”是指其中长度与直径比大于约10的制品。或者,纤维可以具有在约10和约300微米之间的范围内的平均直径。

[0028] 本文中使用的术语“薄膜”是指一种制品,它是薄的、柔性的条形物。薄膜可以具有在约10和约200微米之间的范围内的平均厚度。

[0029] 本文中使用的术语“木浆”和“纸浆”是指按照化学制浆方法生产的、由木材得到的纤维素材料,所述化学制浆方法包括但不限于亚硫酸盐制浆方法、硫酸盐制浆方法、多硫化物制浆方法和碱法制浆方法。木浆的非限制性实例包括阔叶木硫酸盐纸浆,软木硫酸盐纸浆,阔叶木亚硫酸盐纸浆,软木亚硫酸盐纸浆,或它们的任何组合。本发明的纤维素纤维可以衍生自任何类型的木浆。所述纸浆可以通过化学手段漂白,例如通过二氧化氯、氧气、碱性过氧化物等漂白。

[0030] 本文中使用的术语“造纸纤维”包括新鲜纸浆衍生的纤维、循环(二次)纤维素纤维和包含纤维素纤维的纤维混合物。合适的造纸纤维包括但不限于:非木材纤维,例如棉纤维或棉衍生物纤维,蕉麻纤维,洋麻纤维,印度草(sabai grass)纤维,竹纤维,亚麻纤维,针茅草(esparto grass)纤维,草纤维,黄麻纤维,甘蔗渣纤维,乳草绒纤维(milkweed floss fibers)和菠萝叶纤维;和木纤维,例如得自落叶和针叶树的那些,包括软木纤维如北方和南方软木硫酸盐纤维;阔叶木纤维如桉树纤维,枫树纤维,桦树纤维,杨树纤维,等等。

[0031] 硫酸盐软木纤维是通过牛皮纸浆(硫酸盐)制浆方法由针叶木材料制造的低收率纤维,并且包括北方和南方软木硫酸盐纤维、花旗松牛皮纸纤维等等。硫酸盐阔叶木纤维通过硫酸盐制浆法由阔叶木资源如桉树制造。天然存在的纸浆衍生的纤维在本文中被简称为“纸浆衍生的”造纸纤维。本发明的纤维、薄膜、纸和产品可以包括常规纤维(衍生自新鲜纸浆或再循环资源)的共混物。

[0032] 本文中使用的术语“薄纸配料”是指包括本发明的纤维、纤维素纤维、造纸纤维或它们的任何组合的水性组合物。任选地,薄纸配料包括用于制造纸产品的湿强度树脂、剥离剂等。

[0033] 本文中使用的术语“废纸”是指纸或硬纸板,其在使用后被以再循环的纤维的形式回收和然后再次用于生产用于某些其它工业目的的纸、硬纸板或纸产品。“再循环的”纤维因此是指以前已经被用在纸或硬纸板产品中的纤维材料。

[0034] 本文中使用的术语“纤维素微纤丝”是指“微纤丝化的纤维素”(NFC),“微纤化的纤维素”(MFC),纤维素沉析纤维,原纤化的莱赛尔纤维,或它们的任何组合。本文中使用的术语NFC和MFC可互换使用。纤维素微纤丝衍生自植物细胞壁,其包含由各个纤维素链构成的微纤维或微纤丝。所述微纤维或微纤丝可以以各个分离的纤维素微纤维或微纤丝的集合体或束的形式被分离(这在下面描述)。纤维素微纤丝可以包含阔叶木硫酸盐纸浆,软木硫酸盐纸浆,阔叶木亚硫酸盐纸浆,软木亚硫酸盐纸浆,或它们的任何组合。MFC和NFC可以具有在约300纳米(nm)-约4,500nm范围内的平均长度。另外,MFC和NFC可以具有在约3nm-约100nm范围内的平均直径。长径比为约100-约150。NFC的、使得其可以用作粘结剂的重要性能是它的在干燥后牢固结合到其自身上以至于在再次润湿时它不会重新分散成各个微纤丝的能力。

[0035] 本文中使用的术语“纤维素沉析纤维”是指通过将纤维素再生(在下面详细描述)生产的细纤维素纤维。纤维素沉析纤维可以具有在约300nm-约4,500nm范围内的平均长度。另外,纤维素沉析纤维可以具有在约3nm-约100nm范围内的平均直径。长径比为约100-150。

[0036] 本文中使用的术语“原纤化的莱赛尔纤维(lyocell)”是指一种纤维素纤维,其通过首先进行有机溶剂纺丝方法并接着进行导致纤维素微纤丝的机械处理得到。所述有机溶剂包含有机化学品和水的混合物,并且所述溶剂纺丝方法包括将纤维素溶解在所述有机溶剂中以形成溶液,该溶液被泵送通过喷丝板以生产纤维,不形成纤维素的衍生物。

[0037] 本文中使用的术语“填料”是指衍生自二次再循环纸的脱墨“废固体物”。术语“脱墨”或“脱墨的”是指一种类型的工业纸再循环方法,其中印刷油墨和其它污染物被从再循环的纸中除去以生产脱墨的纸浆和废固体物。术语脱墨“废固体物”或“污泥”是指脱墨的纸的通常不能用的部分,其主要包含灰分和非灰分组分(纤维素细粉)。

[0038] 本文中使用的术语“灰分”是指废固体物的在高温如525℃氧化后剩余的无机部

分。灰分由废弃的纸的填料如沉淀碳酸钙和某些纸涂层的无机部分如高岭土组成。废固体物的有机组分如纤维素细粉、聚合物、墨、粘合剂等在高温如525℃下被烧毁。

[0039] 本文中使用的术语“粘结剂”是指呈纤维素微纤丝形式的任何纤维素颗粒,例如得自纤维素纤维或纤维素沉析纤维的纤维素微纤丝,其在干燥后形成不再可分散在水中成为原纤的固体。当纤维素微纤丝被用作粘结剂时,可以使用其它加工助剂如羧甲基纤维素。聚乙烯醇(PVOH)是另一种粘结剂,其最初是水溶性的,但是通过后处理可以使得其几乎或完全不溶于水,所述后处理可以包括热处理、热伸张或通过缩甲醛化将醇基团恢复成乙酸酯基团。粘结剂和填料的组合可以被用于形成纤维和薄膜。而且,填料和粘结剂的混合物可以被施加到纸上或结合在纸内。

[0040] 本文中使用的术语“聚合度”(DP)是指聚合物中单体单元的数目。对于均聚物如PVOH来说,仅有一种类型的单体单元;这样,数均DP通过 M_n/M_0 给出。 M_n 是所述聚合物的平均分子量,并且 M_0 是单体单元的分子量。

[0041] 本文中使用的术语“水解度”是指聚乙酸乙烯基酯中已经被转化成醇基团以形成所述聚乙烯醇的乙酸酯基团的比例。

[0042] 本文中使用的术语“可挤出的纺丝原液”和“可挤出的纺丝物料(spin mass)”可互换使用,并且是指包括粘结剂、填料和任选包括加工助剂的组合物,该组合物可通过孔(例如喷丝板)挤出以形成成型制品如纤维和薄膜。所述粘结剂是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。

[0043] 用于制造各种类型的印刷品的纸,例如报纸、杂志、无纤维纸和其它纸,可以包括添加剂。所述添加剂可以是涂层、填料、颜料和着色剂,并且所述各种添加剂的相对比例可以改变,取决于印刷纸的类型。

[0044] 当由再循环的、印刷的纸(废纸)回收再循环的纤维时,对所述纸进行清洁处理以便将所述纤维脱色和脱墨并除去杂质。废纸通常提供约三分之二可用的纤维。各种废弃物的其余三分之一然后被合并以产生具有比较高水含量的脱墨“废固体物”或“污泥”。“灰化”是指加热到高的温度(例如525℃)的方法。传统上,所述废固体物被填埋、焚烧、撒在陆地上或通过各种其它方法弃去。然而,随着时间的过去,填埋变得代价高昂。而且,考虑到环境可持续性,填埋可能是不希望的。因此,将废固体物结合到可用的纤维中是有益的。

[0045] 粘结剂如PVOH或纤维素微纤丝可以与废固体物(作为填料)合并以形成制品,包括纤维、薄膜或其它成型的物品。因为它们包括循环使用的材料,所述制品与利用新鲜材料的其它纤维、薄膜或成型物品相比将具有更深的颜色。尽管因它们的小尺寸废固体物将被以低的薄纸配料的百分比保留,本发明的含填料的纤维可以被以非常高的比例保留在纸如薄纸或其它产品中。另外,通过将含粘结剂的废固体物包括在薄纸配料中,废固体物可以被直接结合到纸产品中。或者,所述废固体物可以与粘结剂合并和然后布置到纸产品的表面。在另一个替代的方案中,废固体物可以被结合到粘结剂中,制成干燥的薄膜,并研磨成可以被保留在纸幅中的颗粒大小。纸幅和纸产品包括但不限于薄纸,湿纸巾,餐巾纸,厨房纸巾,擦面纸,滤纸等。

[0046] 如本文中描述的,本发明提供了包括粘结剂和填料的制品。所述制品可以是纤维或薄膜。所述粘结剂可以用所述填料浸渍,或者所述粘结剂可以包封所述填料。所述粘结剂

是聚乙烯醇(PVOH),纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是主要包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。

[0047] 在一个方面,制品(其可以是纤维或薄膜)包括纤维素微纤丝和填料。所述纤维素微纤丝用所述填料浸渍,或者所述纤维素微纤丝包封所述填料。所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述纤维素微纤丝是微纤丝化的纤维素或纤维素沉析纤维中的至少一种。

[0048] 在另一方面,制品包括PVOH和填料。所述制品可以是纤维或薄膜。所述PVOH以在约20wt.%-约85wt.%范围内的量存在,基于总纤维重量计,并且所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物。所述制品可以是纤维或薄膜。

[0049] 本发明的纤维的平均直径可以是任何直径,取决于应用。在一个方面,所述纤维具有小于约300微米的平均直径。在另一方面,所述纤维具有在约100微米-约250微米范围内的平均直径。在又一方面,所述纤维具有在约50微米-约100微米范围内的平均直径。在又一方面,所述纤维具有在约10微米-约50微米范围内的平均直径。在又一方面,所述纤维具有约10,20,30,40,50,60,70,80,90,100,110,120,130,140,150,160,170,180,190,200,210,220,230,240,250,260,270,280,290和300微米或在约10,20,30,40,50,60,70,80,90,100,110,120,130,140,150,160,170,180,190,200,210,220,230,240,250,260,270,280,290和300微米之间的范围内的平均直径。

[0050] 填料

[0051] 废固体物的灰分部分包括脱墨残余物,例如纸填料。所述灰分可以包括但不限于沉淀碳酸钙,重质碳酸钙,石膏,二氧化钛,粘土,二氧化硅,镁铝硅酸盐,水合硅酸铝,硅酸钡,硅酸钙,硅酸镁,硅酸锶,滑石,云母,高岭土,丝云母,白云母,磷云母,黑云母,蛭石,沸石,硫酸钡,煅烧硫酸钙,羟基磷灰石,陶瓷粉,胶态二氧化硅,氮化硼,或它们的任何组合。

[0052] 废固体物的非灰分部分包括纤维素细粉,其是指具有在约20-约200微米范围内的长度的小纤维素颗粒。在另一方面,所述纤维素细粉可以具有在约1微米-约40微米范围内的平均直径。在又一方面,所述纤维素细粉具有约1,10,20,30,40,50,60,70,80,90,100,110,120,130,140,150,160,170,180,190和200微米或在约1,10,20,30,40,50,60,70,80,90,100,110,120,130,140,150,160,170,180,190和200微米之间的范围内的平均直径。所述填料的灰分部分可以包括具有直径小于约20微米的平均尺寸的颗粒。在一个方面,所述填料包括具有在约0.5微米-约18微米范围内的平均直径的颗粒。在另一方面,所述填料包括具有在约1微米-约5微米范围内的平均直径的颗粒。在又一方面,所述填料包括具有约0.5,1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17和18微米或在约0.5,1,2,3,4,5,6,7,8,9,10,11,12,13,14,15,16,17和18微米之间的范围内的平均直径的颗粒。

[0053] 所述填料可以以在约1wt.%-约80wt.%范围内的量存在所述纤维中,基于所述纤维的总重量计。在另一方面,所述填料以在约5wt.%-约50wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。在又一方面,所述填料以在约20wt.%-约60wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。在又一方面,所述填料以在约30wt.%-约50wt.%范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。在又一方面,所述填料以约1,2.5,5,7.5,10,12.5,15,17.5,20,25,30,35,40,42.4,45,47.5和50wt.%或在约1,2.5,5,7.5,10,12.5,15,17.5,20,25,30,35,40,42.4,45,47.5和50wt.%之间的范围内的量存在,基于所述纤维的总重量计。

[0054] 本发明的粘结剂(纤维素微纤丝和PVOH)的物理性质使得能够在与填料组合后形成固体制品。所述随后的制品在干燥和后处理后具有有限的溶解度。特别地,所述制品可以干燥成纤维、薄膜或其它成型的物品。当与废固体物合并时,所述粘结剂在所述纺丝原液被通过喷丝板挤出以形成所述制品时可以捕获、包封和粘结废固体物中的小颗粒。当浸没在水中或水性环境中时,所述纤维和薄膜基本上保持它们的成型的形态。然后所述物品可以被容易地形成成为纸幅、保留在纸幅中和粘结到纸幅中。

[0055] 如上面指出的,本发明的制品包括粘结剂和填料。所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或PVOH和纤维素微纤丝的组合,并且所述填料是包含灰分、纤维素细粉和木浆纤维的脱墨废固体物。所述粘结剂可以用所述填料浸渍,或者所述粘结剂可以包封所述填料。在一个方面,所述制品是薄膜。所述薄膜可以具有任何平均厚度,该平均厚度取决于应用。在一个方面,所述薄膜具有在约10微米-约200微米范围内的平均厚度。在另一方面,所述薄膜具有在约50微米-约150微米范围内的平均厚度。在又一方面,所述薄膜具有在约40微米-约100微米范围内的平均厚度。

[0056] 本发明的纤维可以被用于形成纸幅。在本发明的另一方面,纸幅具有有表面的纤维素基材,并且本发明的制品被实质上布置在所述基材的所述表面上。或者,所述制品可以灌注所述纤维素基材。所述制品可以通过形成包括填料和粘结剂的混合物来形成。所述填料是脱墨废固体物,并且所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。所述混合物被干燥和研磨至具有在约1和约80微米之间的范围内的平均直径的颗粒大小。

[0057] 微纤丝化的纤维素

[0058] 包括NFC在内的纤维素微纤丝可以与所述填料(废固体物)和任何合适的添加剂或加工助剂合并或混合,以形成纺丝原液。通过木浆中植物细胞壁的机械崩解可以分离NFC。除机械力外,各种化学前处理如强水解可以被使用。NFC自纤维素原材料、纤维素纸浆、木浆或精制纸浆的机械崩解采用任何合适的设备如精制机、研磨机、均化器、胶体磨、摩擦机(friction grinder),超声处理器(ultrasound sonicator),射流均质机(fluidizer)如微射流均质机、宏观射流均质机或射流均质机型均化器进行。Heiskanen等人的美国专利公布号2012/0214979A1(现在的美国专利号8,747,612),其通过引用整体结合进本文中,公开了一种分离NFC的示例性方法。

[0059] NFC也可以被化学或物理改性以形成纤维素或微纤维束的衍生物。所述化学改性可以基于例如纤维素分子的羧甲基化、氧化、酯化或醚化反应。改性也通过阴离子、阳离子、非离子物质或它们的任何组合在纤维素表面上的物理吸附完成。所描述的改性可以在NFC的生产之前、之后或期间进行。

[0060] 任何上述用于生产纤维素微纤丝的方法可以被用在本发明中。另外,本领域中已知的任何其它合适的方法可以被用于生产所述纤维素微纤丝。

[0061] 纤维素沉析纤维

[0062] 纤维素沉析纤维可以通过再生纤维素来生产,例如通过首先将纤维素或纤维素衍生物溶解在溶剂中以生产纤维素纺丝原液。在溶解在合适的溶剂中后,在高剪切混合器中混合可以生产细分散的纤维素沉析纤维。这些沉析纤维如NFC足够细,使得它们形成在水中润湿后不会重新分散的薄膜和其它结构。纤维素沉析纤维可以与废固体物和任何合适的添

加剂或加工助剂合并和混合以形成纺丝原液。随后,所述纺丝原液可以被通过喷丝板挤出以形成所述纤维和薄膜。

[0063] 形成纤维素沉析纤维的示例性方法被公开在Morgan的美国专利号2,999,788和Cowen等人的美国专利号6,451,884中,它们二者都通过引用整体结合进本文中。如U.S.2,999,788中公开的,纤维素沉析纤维可以通过在湍动条件下将纤维素的纺丝溶液和凝结液混合在一起制备。这样的纺丝溶液的一个实例是粘胶,其含有纤维素黄原酸钠。用于粘胶的凝结液的实例包括但不限于水性盐溶液和水性酸溶液。

[0064] 加拿大专利号CA 2,313,213(其通过引用整体结合进本文中)描述了沉析纤维生产的一种示例性方法,该方法使用用N-甲基吗啉N-氧化物(NMMO或NMMNO)制备的纤维素纺丝原液的剪切凝结。简单而言,一种生产反应性纤维样纤维素凝结物的方法包括以下步骤:提供纤维素在含有水和NMMO的混合物中的溶液,并且然后在具有剪切场的、含有水和NMMO的沉淀浴中处理所述溶液。所述方法的优点是,不要求在空气中在另一非沉淀介质中的拉伸或牵拉来使纤维素分子沿纤维轴取向。代之地,可以在使用剪切场发生器的沉淀浴中直接得到所述凝结物。所述剪切场可以通过肩并肩紧密排列并且相对于彼此可移动的表面产生。

[0065] 用于溶解纤维素以生产纤维素纺丝原液的一种方法被公开在McCorsley的美国专利号4,246,221中,该专利通过引用整体结合进本文中。另外,纤维素可以被溶解在叔胺N-氧化物的溶液中来生产纺丝原液。用于将纤维素溶解在叔胺N-氧化物中的一种方法被公开在例如Graenacher等人的美国专利号2,179,181中,该专利通过引用整体结合进本文中。按照所述公开,可以使用三甲基胺,三乙基胺,三丙基胺,单甲基二乙基胺,二甲基单乙基胺,单甲基二丙基胺,N-二甲基-,N-二乙基-或N-二丙基环己基胺,N-二甲基甲基环己基胺和吡啶的氧化物。Johnson的美国专利号3,447,939公开了用于将纤维素溶解在无水叔胺N-氧化物中的方法,该专利通过引用整体结合进本文中。环状单(N-甲基胺-N-氧化物)化合物如NMMO被用作所述溶剂。

[0066] 任何上述生产纤维素沉析纤维的方法可以被用在本发明中。另外,本领域中已知的任何其它合适的方法可以被用于生产所述纤维素沉析纤维。

[0067] 任何上述本发明的纤维素微纤丝可以具有小于约800微米的平均长度。在另一方面,所述纤维素微纤丝具有在约300微米-约700微米范围内的平均长度。在又一方面,所述纤维素微纤丝具有在约100微米-约500微米范围内的平均长度。在又一方面,所述纤维素微纤丝具有小于约200微米的平均长度。在一个方面,所述纤维素微纤丝具有约100,150,200,250,300,350,400,450,500,550,600,650,700,750和800微米或在约100,150,200,250,300,350,400,450,500,550,600,650,700,750和800微米之间的范围内的平均长度。

[0068] 任何所述纤维素微纤丝可以以在约1wt.%-约80wt.%范围内的量存在在本发明的制品(其可以是纤维或薄膜)中,基于所述制品的总重量计。在另一方面,所述纤维素微纤丝可以以在约5wt.%-约70wt.%范围内的量存在在所述制品中,基于所述制品的总重量计。在又一方面,所述纤维素微纤丝可以以在约20wt.%-约50wt.%范围内的量存在,基于所述制品的总重量计。在又一方面,所述纤维素微纤丝可以以约1,5,10,15,20,25,30,35,40,45,50,55,60,65,70,75和80wt.%或在约1,5,10,15,20,25,30,35,40,45,50,55,60,65,70,75和80wt.%之间的范围内的量存在,基于所述制品的总重量计。

[0069] PVOH

[0070] 所述PVOH可以具有在约500-约3,000范围内的平均聚合度。在一个方面,所述PVOH具有在约1,000-约1,600范围内的平均聚合度。在又一方面,所述PVOH具有约1,400的平均聚合度。在又一方面,所述PVOH具有约500,750,1000,1250,1350,1400,1500,1600,1700,2000,2500和3000或在约500,750,1000,1250,1350,1400,1500,1600,1700,2000,2500和3000之间的范围内的平均聚合度。

[0071] 所述PVOH可以具有大于约95%的平均水解度。在另一方面,PVOH具有大于约98%的平均水解度。在又一方面,所述PVOH具有在约95%-约99%范围内的平均水解度。在又一方面,所述PVOH具有约95,96,97,98,99或100%或在约95,96,97,98,99或100%范围内的平均水解度。

[0072] 所述PVOH可以以在约20wt.%-约80wt.%范围内的量存在在所述制品中,基于所述制品的总重量计。所述制品可以是纤维或薄膜。在一个方面,所述PVOH以在约20wt.%-约99wt.%范围内的量存在。在又一方面,所述PVOH以在约40wt.%-约60wt.%范围内的量存在。在又一方面,所述PVOH可以以在约20wt.%-约99wt.%范围内的量存在。在另一方面,所述PVOH以约20,25,30,35,40,45,50,55,60,65,70,75,80,85,90,95和99wt.%或在约20,25,30,35,40,45,50,55,60,65,70,75,80,85,90,95和99wt.%之间的范围内的量存在。

[0073] 在一个方面,本发明的制品呈纤维的形式。在另一方面,制品呈沉析纤维的形式。PVOH沉析纤维可以通过将PVOH与填料混合以形成纺丝物料和然后在凝结浴如饱和硫酸钠溶液中用剪切场处理所述纺丝物料以形成PVOH沉析纤维来生产。例如,上述在CA 2,313,213中公开的用于纤维素沉析纤维的方法可以被用于生产含填料的PVOH沉析纤维。含填料的PVOH沉析纤维可以具有约200-约2500微米的平均长度。在另一方面,含填料的PVOH沉析纤维可以具有约600-约2000微米的平均长度。在又一个方面,含填料的PVOH沉析纤维可以具有约800-约1500微米的平均长度。

[0074] 加工助剂

[0075] 本发明的制品(其可以是纤维、薄膜或其它成型的制品)可以包括任何合适的加工助剂或添加剂,其可以帮助形成可纺的或可挤出的纺丝原液。所述加工助剂可以以在约0.5wt.%-约10wt.%范围内的量存在。在另一方面,所述添加剂可以以在约0.3wt.%-约5wt.%范围内的量存在在所述纺丝物料中。在又一方面,所述添加剂可以以在约0.5wt.%-约2wt.%范围内的量存在。在又一方面,所述加工助剂以约0.1,0.2,0.5,0.7,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0,3.5,4.0,4.5和5.0wt.%或在约0.1,0.2,0.5,0.7,1.0,1.5,2.0,2.5,3.0,3.5,4.0,4.5和5.0wt.%之间的范围内的量存在。合适的加工助剂的非限制性实例包括羧甲基纤维素,淀粉,乙二醛,戊二醛,硼酸碳酸酯,碳酸铅铵,乙二醛化的聚丙烯酰胺,聚酰胺-表氯醇,多胺-表氯醇,脲-甲醛,密胺-甲醛,聚乙烯亚胺,丙二醇,二乙二醇,三乙二醇,二丙二醇,甘油,三醋精(甘油三乙酸酯),二乙二醇二乙酸酯,三乙二醇二乙酸酯,甘油三丙酸酯,乙酰柠檬酸三乙酯,柠檬酸三乙酯,或它们的任何组合。

[0076] 任选地,酸可以被添加到所述粘结剂和填料组合中以产生CO₂,其导致膨胀的纤维并且可以导致更大体积的纸幅。或者,可以添加碳酸氢钠来产生甚至更多的CO₂。任选的酸包括硫酸、盐酸、硝酸、磷酸或它们的任何组合。

[0077] 制造方法

[0078] 按照本发明,制造本发明的制品的方法包括用填料浸渍或包封粘结剂和然后制备可挤出的纺丝原液或纺丝物料。所述方法可以被用于制造纤维或薄膜。所述填料是具有废弃的灰分(或废纸填料)和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。所述废固体物在脱墨磨中生产,在那里再循环的纸或木浆被脱墨,如上所述。

[0079] 首先,将所述粘结剂与填料和加工助剂混合以形成可挤出的纺丝物料。当纤维素微纤丝、纤维素纳米晶体或纤维素沉析纤维被用作粘结剂时,可以添加添加剂如羧甲基纤维素来增加所述纺丝物料的可延展性。当PVOH是所述粘结剂时,选择所述PVOH的性能来得到希望的流变性。可以使用包括例如湿法纺丝、干法纺丝、剪切纺丝或狭缝挤出在内的各种方法由所述纺丝物料形成所述纤维。薄膜也可以通过挤出方法形成。在溶液纺丝方法中,所述可挤出的纺丝原液被送到喷丝板的孔。如本领域技术人员将理解的,喷丝板是指纤维形成装置的一部分,其递送熔融的液体或溶解的材料通过孔以挤出到外部环境。喷丝板包括约1-约500,000个孔/米喷丝板长度。喷丝板可以采用通过板钻或蚀刻的孔来实施,或者采用任何其它能够导致希望的纤维的结构来实施。通过经狭槽型孔挤出来生产薄膜。

[0080] 在从所述喷丝板出来后,所述粘结剂-填料组合固化以形成所述纤维或薄膜。在湿法溶液纺丝方法中,所述喷丝板可以浸没在凝结浴或纺丝浴(例如化学浴)中,使得在离开所述喷丝板后一种或多种材料可以沉淀和形成固体纤维。所述纺丝浴的组成可以变化,取决于所得到的纤维的希望的应用。例如,所述纺丝浴可以是水,酸性溶液(例如包括硫酸的弱酸溶液),胺氧化物的溶液,或使用例如硫酸钠的盐浴。在干法溶液纺丝方法中,一种或多种材料可以在温热的空气中从所述喷丝板出来并因溶剂(例如丙酮)在所述温热的空气中蒸发而固化。

[0081] 在从所述喷丝板出来后,纤维可以被利用导丝辊或抽气机牵拉或拉伸。例如,从所述喷丝板出来的纤维可以形成向下移动的纤维的垂直取向幕帘,所述纤维在被卷绕在线轴上或切成常产纤维之前被在可变速度的导丝辊之间牵拉。从所述喷丝板出来的纤维还可以在纺丝浴内形成水平取向的幕帘,并且可以被在可变速度的导丝辊之间牵拉。作为另一个例子,从所述喷丝板出来的纤维在进入位于所述喷丝板下面的长的狭槽型抽气机前可以被至少部分地骤冷。所述抽气机可以引入通过压缩空气从一个或多个空气吸气喷嘴产生的、快速的、向下移动的空气物流。所述空气物流可以在所述纤维上产生牵引力,使得它们被在所述喷丝板和所述空气喷嘴之间牵拉和使所述纤维变细。在纤维形成方法的该部分的过程中,形成所述纤维的一种或多种聚合物材料可以逐渐固化。

[0082] 在从所述喷丝板挤出之后,可以通过任何合适的方法干燥所述成型的纤维或薄膜。例如,所述纤维或薄膜可以被空气干燥。或者,所述纤维或薄膜可以被在热空气物流中干燥。这些纤维可以被结合到纸幅中。

[0083] 可以采用或不采用另外的填料形成纤维,以生产有益于纸性能的独特纤维素成型物。Hagewood等人的U.S.2006/0012072公开了用于形成各种成型纤维的方法,该专利申请通过引用整体结合进本文中。

[0084] 在本发明的一个方面,一种造纸方法包括首先形成填料和粘结剂的混合物(或者复合材料)。然后,所述方法包括将所述混合物引入到薄纸配料中(或者将所述复合材料添加到所述薄纸配料中),形成初生纸幅,并且然后干燥所述初生纸幅以形成所述纸。或者,所

述方法包括形成初生纸幅,将所述初生纸幅脱水,将所述混合物实质上布置在所述初生纸幅的表面上,和然后干燥所述初生纸幅以形成所述纸。所述填料是包含灰分和纤维素细粉的脱墨废固体物,并且所述粘结剂是PVOH,纤维素微纤丝,或者PVOH和纤维素微纤丝的组合。

[0085] 任选地,在被添加到所述薄纸配料中之前,所述含填料的纤维被切成短的常产纤维。采用常产纤维的一种潜在优点是可以形成更各向同性的纸幅,因为与更长的纤维相比,所述常产纤维可以在所述纸幅中更随机地取向。

[0086] 在另一方面,包含纤维素纤维的薄纸配料可以被沉积在形成表面上以形成初生纸幅。然后,可以通过喷雾或任何合适的施加方法将粘结剂和填料的混合物实质上布置在所述初生纸幅的表面上。或者,可以在初始干燥方法后将所述混合物实质上布置在所述纸的表面。例如,可以在在Yankee干燥器上干燥后但在通过第二干燥方法干燥之前将所述混合物实质上布置(即通过喷雾)在所述纸的表面上。

[0087] 在另一方面,将填料和粘结剂合并以形成混合物,并且然后所述混合物被干燥和研磨至在约1微米-约80微米范围内的平均颗粒大小。在又一方面,所述混合物被干燥和研磨至在约5微米-约50微米范围内的平均颗粒大小。在又一方面,所述混合物被干燥和研磨至在约10微米-约25微米范围内的平均颗粒大小。在一个方面,所述混合物被干燥和研磨至在约1,5,10,15,20,25,30,35,40,45,50,55,60,65,70,75和80微米之间的范围内的平均颗粒大小。然后,所述混合物可以被添加到配料中。如果需要,可以向所述配料中添加保留助剂。或者,所述混合物被喷雾干燥至可以被保持在薄纸配料中的颗粒大小。一种喷雾干燥方法被描述在Gardner等人的美国专利号8,372,320中,其通过引用整体结合进本文中。

实施例

[0088] 实施例1

[0089] 由包含NFC(粘结剂)、废固体物(填料)和5wt.%羧甲基纤维素(CMC)的可挤出的纺丝原液制备纤维。采用注射器将所述纺丝原液通过20-尺度的针挤出到铝箔上并在105°C烘箱中干燥。图2A和2B图示了所述纤维的图像。将所述纤维保持在水中轻轻搅动至少30分钟。

[0090] 实施例2

[0091] 在实施例2中,将MOWIOL 10/98(聚乙烯醇)(可得自KURARAY Europe GmbH, Hattersheim am Main, Germany)(聚合度:约1400;分子量:约60,000g/mol;20°C粘度(4%水溶液): $10 \pm 1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$)用作所有纺丝试验的标准物。

[0092] 从废纸再循环方法收集含有小的墨颗粒、被抛弃的纸填料和细纤维素颗粒(纤维素细粉)的脱墨残余物。将脱墨残余物在525°C灰化。所述灰分主要是被抛弃的纸填料,例如沉淀碳酸钙、高岭土和二氧化钛。非灰分组分基本上是在脱墨过程中除去的纤维素细粉。约99%的所述填料通过具有76微米孔的200目筛。表1显示了在本实施例中用作填料的所述残余物的某些性能。

[0093] 表1. 填料组成

[0094]	灰分 (%)	63.3
	非灰分 (%)	36.7
	200 目 Britt jar 通过 (%)	99.1

[0095] 首先使用标准滤纸将填料悬浮液脱水,并且然后确定湿滤饼的固体物含量。将所述脱水的填料放置在配有搅拌器、温度计和回流冷凝器的双夹套1.5L玻璃反应器中。添加足够的去离子水以达到最终的目标固体物水平。将所述悬浮液在搅拌下加热到60°C,并且添加PVOH以达到1:1的PVOH:填料比。在60°C充分混合后,所述混合物开始变得均匀。表2显示了所述工艺条件。

[0096] 表2.湿法纺制纤维的工艺条件

[0097]

聚合物	PVOH, 完全水解的 $\geq 98\%$ (MOWIOL 10/98)
纺丝物料的组成:	
聚乙烯醇	50 g (16.7%)
水	200 g (66.7 %)
填料	~ 50 g (16.7%)
溶解温度	105 °C
纺丝溶液(纺丝原液) 浓度	20 % (w/w), 关于 PVOH
平均聚合度	1,400
溶剂	水
纺丝时纺丝原液的温 度	60°C
喷丝板 凝结	0.2mm (48 孔), 浸入的 饱和 Na_2SO_4 溶液, 48°C, 2m 纺丝浴 槽
导出速度	---
纺丝物料计量加入速 率	5 ml/min

[0098] 在湿法纺丝后,允许所述纤维在室温干燥。然后,将所述纤维在200°C(循环空气)

退火10分钟,用50℃温水洗涤,并且再次在室温干燥。图3A图示了包含50%PVOH和50%填料的所述纤维的图像。

[0099] 实施例3

[0100] 在实施例3中,如实施例2中所描述的采用PVOH和填料但是采用不同的填料组成(表3)湿法纺制纤维。以约2:1的更高的PVOH:填料比引入所述填料组合物。另外,使用更大的喷丝板(0.5mm)。表4概括了用于由所述纺丝物料湿法纺制纤维的工艺条件。

[0101] 表3. 填料组成

[0102]

灰分(%)	54.8
非灰分(%)	45.2
200目Britt jar通过(%)	99.4

[0103] 表4. 湿法纺制纤维的工艺条件

[0104]

聚合物	PVOH, 完全水解的 ≥ 98% (MOWIOL 10/98)
纺丝物料的组成: 聚乙烯醇 水 填料	112 g (8 %) 450 g (18 %) ~ 50 g (74 %)
溶解温度	105 °C
纺丝溶液(纺丝原液)浓度	20 % (w/w), 关于 PVOH
平均聚合度	1,400
溶剂	水
纺丝时的纺丝原液温度	60 °C
喷丝板	0.2mm(48孔), 浸入的
凝结	饱和 Na ₂ SO ₄ 溶液, 48°C, 2m 纺丝浴槽
纺丝物料计量加入速率	5 ml/min

[0105] 在湿法纺丝后,允许所述纤维在室温干燥。然后,将所述纤维在200℃(循环空气)退火10分钟,用50℃温水洗涤,并且再次在室温干燥。图3B图示了包含69%PVOH和31%填料的所述纤维的图像。

[0106] 实施例4

[0107] 在实施例4中,以1:0.22的PVOH:填料比制备了含脱墨废固体物的湿法纺制纤维(图3C)。将来自脱墨工艺的废弃物在以下条件下研磨以降低颗粒大小。(研磨条件:FRYMA MS-12型球磨机;固体物含量:7.5%(w/w);生产能力:270ml/min;2000rpm;磨球:300ml 二氧化锆-硅酸盐(0.8-1mm);持续时间:4h(最终温度:60℃))。

[0108] 将研磨过的废弃材料均匀分散在一定量的自来水中,使得在以后添加PVOH时得到

1:0.22的PVOH:填料比和20%的聚合物浓度(组成参见表5)。将所述淤浆转移到配有搅拌器、温度计和回流冷凝器的双夹套10L钢制反应器中。在添加计算量的PVOH碎屑后,允许所述悬浮液在60°C溶胀20分钟,然后将夹套温度升高到98°C。在注意到完全溶解后,将所形成的灰色溶液/分散体在95°C再搅拌10分钟,然后将外部加热循环温度重新设定在60°C。当内温度降低到约65-70°C时,将所述纺丝物料转移到纺丝装置的储槽。按照表5中的参数纺制纤维。

[0109] 表5.湿法纺制纤维的工艺条件

[0110]

聚合物	PVOH, 完全水解的 $\geq 98\%$ (MOWIOL 10/98)
纺丝物料的组成:	
聚乙烯醇	380 g (27.5%)
水	917 g (66.4 %)
填料	~ 83 g (6.0%)
溶解温度	95°C(夹套加热 98°C)
纺丝溶液(纺丝原液)的浓度	29 % (w/w), 关于 PVOH
平均聚合度	1400
溶剂	水
纺丝时的纺丝原液温度	60°C
喷丝板	0.15mm(30孔), 浸入的
凝结	饱和 Na ₂ SO ₄ 溶液, 48°C, 2m 纺丝浴槽
导出速度	24 ml/min
纺丝物料计量加入速率	7.5 ml/min

[0111] 在湿法纺丝后,允许所述纤维在室温干燥。然后,将所述纤维在200°C(循环空气)退火10分钟,用50°C温水洗涤,并且再次在室温干燥。图3C图示了包含82%PVOH和18%填料的所述纤维的图像。

[0112] 实施例5

[0113] 按照表6中的参数,采用剪切凝结,将实施例4的纺丝物料形成为沉析纤维(图4)。

[0114] 表6.剪切纺制沉析纤维的工艺条件

[0115]

聚合物	PVOH, 完全水解的 \geq 98%, MOWIOL 10/98
纺丝溶液(纺丝原液)的浓度	29% (w/w)
平均聚合度	1400
溶剂	水
纺丝时纺丝原液温度	60 °C
喷丝板	单孔, 1 mm, 浸入的
纺丝物料的组成	
聚乙烯醇	380 g (27.5%)
水	917 g (66., 4 %)
填料废弃物	~ 83 g (6.0%)
凝结剂	饱和 Na ₂ SO ₄ 水溶液
凝结浴温度	45 °C
形成工具	Ultra-TURRAX-工具, 粗 的
纺丝物料 : 凝结剂质量比	1 : 15

[0116] 处理步骤如下:1)与盐溶液分离(沉析纤维在盐溶液中的接触时间为约20min以便完成凝结,在制备过程中稳定搅拌);2)在室温干燥;3)退火(15min,200°C,要求至少10min的停留时间);4)洗涤(以除去附着的Na₂SO₄);5)最终的干燥。

[0117] 实施例6

[0118] 按照表7中的参数,在添加由被称为FibreK Lighthouse的再循环干浆板(dry lap pulp)得到的纸浆纤维后,将实施例4的纺丝物料成型为薄膜(图5)。

[0119] 表7.薄膜制备参数

[0120]

聚合物	PVOH, 完全水解的 \geq 98%, MOWIOL 10/98
溶解温度	95°C
纺丝物料的组成	
聚乙烯醇	400 g (16.6 %)
水	1600 g (66.7 %)
填料废弃物	200 g (8.3 %)
纸浆纤维	200 g (8.3 %)
纺丝溶液(纺丝原液)的浓度	20 % (w/w)
平均聚合度	1400

[0121] 利用刮浆刀(50 μ m狭缝宽度)制备薄膜,将其在75°C干燥15min(图5)。随后,将所述薄膜从支撑板上除去,在200°C退火5min,并且磨碎。

[0122] 关于以上描述,应该认识到,本发明各部分的最佳比例关系,包括组分、浓度、形状、形式、功能以及制造和使用方式的改变,被认为对本领域技术人员来说容易明白和显而易见,并且本发明意图涵盖所有与本说明书中举例说明的那些等价的关系。

[0123] 因此,前面的公开应被认为仅是本发明原则的举例说明。而且,可以在不背离本发明范围的情况下对本发明做出各种修改,并且因此希望仅仅现有技术所施加和所附权利要求书所述的限制被施加于本发明。

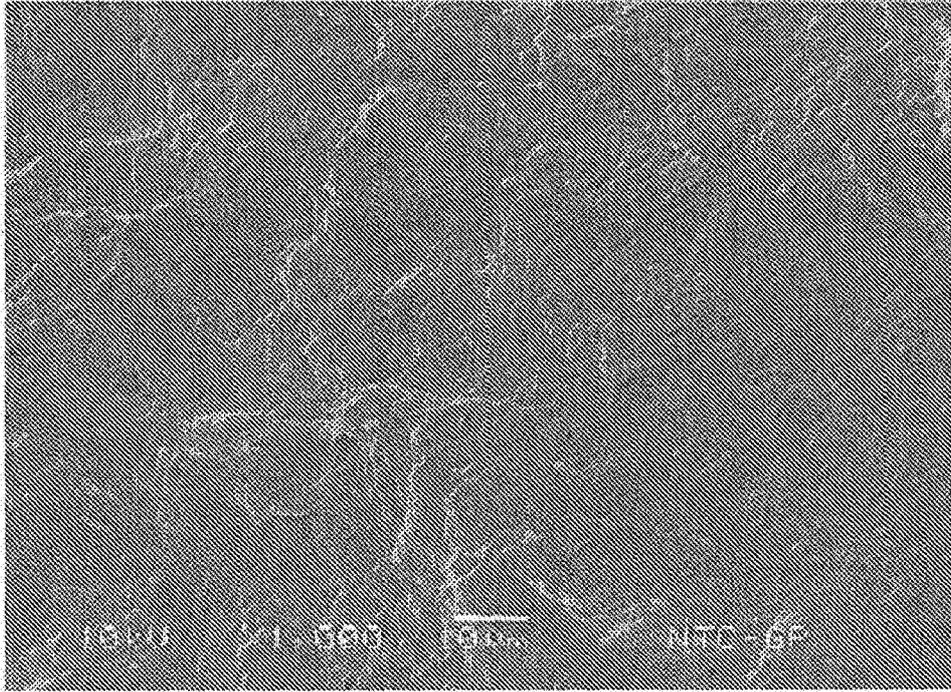


图1

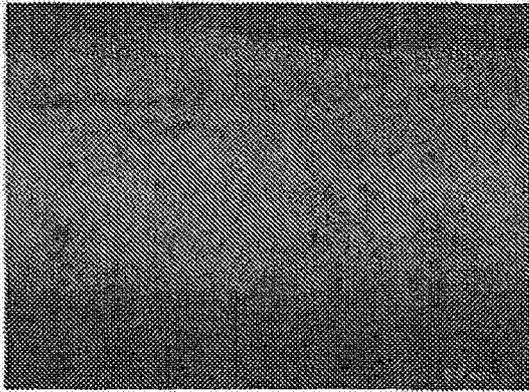


图2A

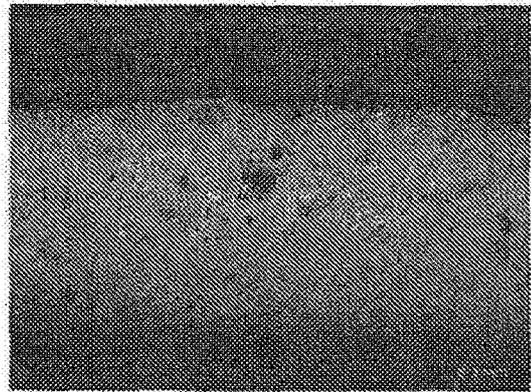


图2B



图3A



图3B

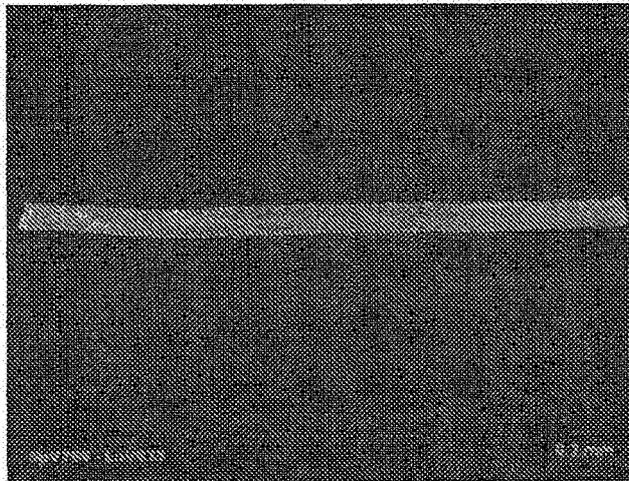


图3C

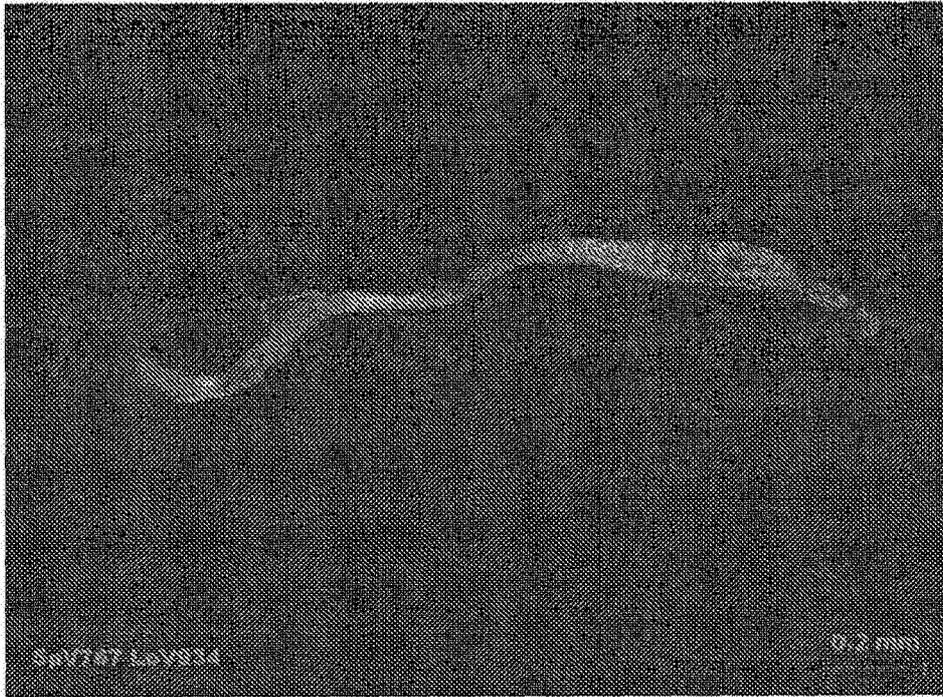


图4

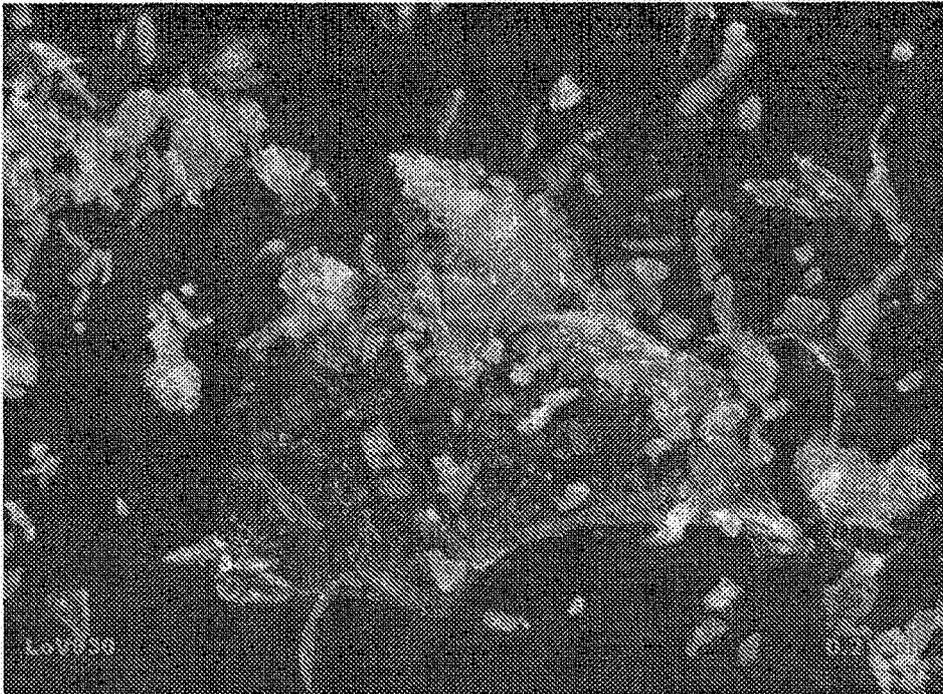


图5