

(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2017-155346

(P2017-155346A)

(43) 公開日 平成29年9月7日(2017.9.7)

(51) Int.Cl.

D21H 21/14 (2006.01)

F1

D21H 21/14

Z

テーマコード (参考)

4L055

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2016-36806 (P2016-36806)
(22) 出願日 平成28年2月29日 (2016.2.29)

(71) 出願人 504174180
国立大学法人高知大学
高知県高知市曙町二丁目5番1号
(71) 出願人 592002776
河野製紙株式会社
高知県高知市下島町71番地
(74) 代理人 100091281
弁理士 森田 雄一
(72) 発明者 市浦 英明
高知県高知市曙町二丁目5番1号 国立大
学法人高知大学内
(72) 発明者 廣瀬 友香
高知県高知市曙町二丁目5番1号 国立大
学法人高知大学内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粒子状物質保持紙の製造方法

(57) 【要約】

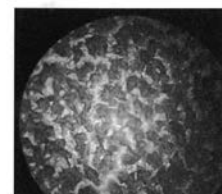
【課題】 イオン液体及び貧溶媒を用いて粒子状物質を紙にバインダーレスで定着させ、乾燥強度及び湿潤強度を向上させた粒子状物質保持紙の製造方法を提供する。

【解決手段】 粒子状物質を予め含有させた紙にイオン液体を含浸させ、または、粒子状物質を分散させたイオン液体に紙を浸漬する工程、もしくは、粒子状物質を分散させたイオン液体を紙に塗布する工程の何れかを行って、セルロースを部分的に溶解させる。この工程に続けて、紙をエタノール等の貧溶媒に浸漬してセルロースを析出させ、粒子状物質を定着させる。更に、この粒子状物質保持紙を水により洗浄してプレス乾燥等により乾燥させる。

【選択図】 図2



(a) 表面写真



(b) 顕微鏡写真

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

粒子状物質を予め含有する紙にイオン液体を含浸させ、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、

を有することを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 2】

粒子状物質を分散させたイオン液体に紙を浸漬し、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、

を有することを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 3】

粒子状物質を分散させたイオン液体を紙に塗布し、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、

を有することを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 4】

請求項 1～請求項 3 の何れか一項に記載の粒子状物質保持紙の製造方法において、

前記貧溶媒浸漬工程を経た紙を乾燥させる乾燥工程を有することを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 5】

請求項 4 に記載の粒子状物質保持紙の製造方法において、

前記乾燥工程は、温度が $100 \sim 120$ [°C]、加圧圧力が $1.1 \sim 2.0$ [Mpa]、及び、乾燥時間が $1 \sim 5$ 分間の条件にて行うプレス乾燥工程を含むことを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 6】

請求項 1～請求項 5 の何れか一項に記載の粒子状物質保持紙の製造方法において、

前記部分溶解工程では、イオン液体を含浸させた紙を、 5 [sec]～ 48 [hour]の間で選択された時間により加熱することを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 7】

請求項 1～請求項 6 の何れか一項に記載の粒子状物質保持紙の製造方法において、

前記セルロースは、木材パルプを含む植物繊維であることを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【請求項 8】

請求項 1～請求項 7 の何れか一項に記載の粒子状物質保持紙の製造方法において、

前記貧溶媒は、セルロースの貧溶媒であることを特徴とする粒子状物質保持紙の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、バインダーを用いずに粒子状物質を保持させると共に、乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度を向上させた紙の製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

紙は、活性炭等の粒子状物質の担体として利活用されている。しかしながら、粒子状物質を保持させた紙は、繊維間結合の阻害により乾燥紙力強度が低下することが知られている。

10

20

30

40

50

【0003】

粒子状物質を保持した紙を、何ら処理せずに水中で使用した場合、紙は水に対する抵抗性がないため、粒子状物質が水中に漏出する。粒子状物質の漏出を防止するためには、例えば、湿潤紙力増強剤及びバインダーを併用し、または、粒子状物質を保持した紙に疎水性の物質をコーティングする方法等が知られている。

【0004】

ここで、湿潤紙力増強剤は、紙を水に浸漬した後の湿潤強度を維持するために使用されるもので、例えば、ポリアミドーポリアミンエピクロルヒドリン系樹脂、メラミンーホルムアルデヒド系樹脂、尿素ーホルムアルデヒド系樹脂等が知られている。これらの湿潤紙力増強剤の製造方法や性能は、例えば特許文献1～3に開示されている。

10

【0005】

一方、近年では、環境配慮の観点から、天然素材を用いて紙の湿潤紙力を増強させる方法が試みられている。例えば、特許文献4には、天然素材であるバルカナイズドファイバーの湿潤寸法安定性を向上させる方法が開示されており、絶縁材料や各種容器等への応用が期待されている。

また、紙に粒子状物質を保持させるバインダーとして熱可塑性樹脂を利用する技術が、例えば特許文献5に開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0006】

20

【特許文献1】特開2014-55223号公報

【特許文献2】特開2006-97218号公報

【特許文献3】特開平10-245794号公報

【特許文献4】特開2005-240253号公報

【特許文献5】特開2009-174114号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかしながら、上記従来技術には以下のような問題がある。

まず、バルカナイズドファイバーにより湿潤紙力を増強させる方法では、バルカナイズドファイバーの製造時に腐食性を有する塩化亜鉛溶液を使用するため、製造工程で耐腐食性のある高価な設備を要することになり、コストが著しく増大する。

30

また、熱可塑性樹脂等からなるバインダーを用いて粒子状物質を保持させる方法や、紙に疎水性物質をコーティングして粒子状物質の漏出を防ぐ方法では、例えば活性炭等の粒子状物質が持つ汚染物質吸着機能が、バインダーまたは疎水性物質によって阻害され、低下する等の問題があった。

【0008】

そこで、本発明は上記の課題を解決するためになされたものであり、その目的は、粒子状物質をバインダーレスにて紙に定着させ、粒子状物質本来の機能を発揮させると共に、乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度を向上させた粒子状物質含有紙の製造方法を提供することにある。

40

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記課題を解決するため、請求項1に係る発明は、粒子状物質を予め含有する紙にイオン液体を含浸させ、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、を有するものである。

【0010】

また、請求項2に係る発明は、粒子状物質を分散させたイオン液体に紙を浸漬し、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

50

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、を有するものである。

【0011】

更に、請求項3に係る発明は、粒子状物質を分散させたイオン液体を紙に塗布し、セルロースを部分的に溶解させる部分溶解工程と、

前記部分溶解工程を経た紙を貧溶媒に浸漬し、析出したセルロースに粒子状物質を定着させて紙に粒子状物質を固着させる貧溶媒浸漬工程と、を有するものである。

【0012】

なお、本発明は、請求項4に記載するように、前記貧溶媒浸漬工程を経た紙を乾燥させる乾燥工程を更に有していても良い。

10

この場合、乾燥工程としては、請求項5に記載するように、温度が100～120〔℃〕、加圧圧力が1.1～2.0〔Mpa〕、及び、乾燥時間が1～5分間の条件にて行うプレス乾燥工程を含むことが望ましい。

【0013】

また、請求項6に記載するように、前記部分溶解工程では、イオン液体を含浸させた紙を、5〔sec〕～48〔hour〕の間で選択された時間により加熱しても良い。

【0014】

請求項7に記載するように、紙のセルロースは、木材パルプを含む植物繊維であることが望ましく、請求項8に記載するように、前記貧溶媒は、セルロースの貧溶媒であることが望ましい。

20

【発明の効果】

【0015】

本発明によれば、粒子状物質をバインダーレスにて紙に定着させ、乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度に優れた粒子状物質保持紙を製造することができる。また、粒子状物質が有する機能をバインダーによって阻害するおそれがないので、粒子状物質保持紙の機能性を高めることができる。

更に、天然素材であるセルロースを主成分として粒子状物質保持紙が構成されるため、環境に配慮した製造方法を実現することができ、製造設備も比較的安価である。

加えて、イオン液体も従来の有機溶媒と比較して環境への負荷が少ないことから、環境保護に資することができる。

30

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】実施例及び比較例のほぐれやすさ試験結果を示す図面代用写真である。

【図2】実施例6における粒子状物質の定着状態を示す図面代用写真であり、図2（a）は表面写真、図2（b）は顕微鏡写真である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下、本発明の実施形態について説明する。

本発明の第1～第3実施形態に係る粒子状物質含有紙の製造方法は、（1）部分溶解工程、（2）貧溶媒浸漬工程、（3）乾燥工程の順に紙を製造するものである。ここで、各実施形態では、（1）部分溶解工程の内容がそれぞれ異なり、（2）貧溶媒浸漬工程、（3）乾燥工程は何れも共通している。

40

【0018】

始めに、第1実施形態に係る製造方法について、各工程を説明する。

（1）部分溶解工程

この部分溶解工程では、粒子状物質を予め含有させた紙にイオン液体を含浸させ、紙のセルロースを部分的に溶解させる。なお、紙にイオン液体を含浸させる方法としては、紙をイオン液体に浸漬する、紙にイオン液体をスプレー等により噴射する、紙にイオン液体を転写ロール等により転写する、等の方法があるが、ここでは、紙をイオン液体に浸漬する方法を採った。

50

【0019】

本実施形態が適用される紙は、木材パルプやリントパルプを用いて抄紙したものであり、セルロースの種類は特に限定されず、例えば、木材パルプ等の植物繊維、または、植物繊維にセラミック繊維等の無機繊維を混合させたものを使用することができる。

この紙に予め含有させる粒子状物質としては、ゼオライト、活性炭、酸化チタン等が挙げられる。なお、粒子状物質を調製する際には、歩留まり向上剤等を使用することが望ましい。

【0020】

粒子状物質を含有させた紙に含浸させるイオン液体の成分は、特に限定されないが、後述する「貧溶媒浸漬工程」における貧溶媒として水やエタノールを使用する場合を考慮すると、イオン液体は、水溶性またはエタノール溶解性であることが望ましい。

これらの条件を満たすイオン液体としては、例えば、1-アルキル-3-メチルイミダゾリウム塩、1-アリル-3-アルキルイミダゾリウム塩、1-アルキル-2, 3-ジメチルイミダゾリウム塩、N-アルキルピリジウム塩、メチル-N-ブチルピリジニウム塩等が挙げられる。

【0021】

これらのイオン液体の代表的なものとしては、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムブロマイド、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド、1-エチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド、1-エチル-3-メチルイミダゾリウムブロマイド、1-アリル-3-メチルイミダゾリウムブロマイド、1-ヘキシル-3-メチルイミダゾリウムクロライド、1-オクチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド、1-アリル-3-メチルイミダゾリウムクロライド、1-アリル-3-エチルイミダゾリウムブロマイド、1-エチル-2, 3-ジメチルイミダゾリウムクロライド、N-エチルピリジニウムクロライド、3-メチル-N-ブチルピリジニウムクロライド等が挙げられる。

本実施形態におけるイオン液体としては、特に、低融点で水溶性、エタノール溶解性を共に有する1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドを用いることが好ましい。

【0022】

部分溶解工程は、常温下または加熱環境下で行うことができる。一例として、イオン液体に1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドを用いた場合には、加熱環境下で行うことが好ましい。この場合、粒子状物質を含有させた紙を、好ましくは80～100 [°C] の温度を有するイオン液体に浸漬して紙全体にイオン液体を含浸させ、その後に、加熱したガラス板等の加熱体に紙を挟んで加熱する。この加熱体はイオン液体の不透過材である。加熱体による紙の加熱温度は、好ましくは80～100 [°C] の範囲である。

イオン液体の温度及び加熱体による加熱温度が80 [°C] を下回るとセルロースの溶解が進まず、100 [°C] を上回るとエネルギーコストが嵩むため、好ましくない。

【0023】

また、加熱体による紙の加熱時間は、5 [sec] 以上であることが望ましい。セルロースは、加熱時間が長くなるほど溶解が進行するものであり、5 [sec] 未満でセルロースを溶解させることは難しい。本実施形態では、5 [sec] ～48 [hour] の間で加熱時間を選択可能としているが、エネルギーコストを考慮すると、好ましくは60 [sec] 以内、より好ましくは30 [sec] 以内である。

この部分溶解工程によれば、粒子状物質を保持し、かつ、イオン液体が含浸された紙を所定の条件のもとで常温下におき、または加熱することにより、セルロースの一部が部分的に溶解する。

【0024】

(2) 貧溶媒浸漬工程

上述した(1)の部分溶解工程に続き、紙を貧溶媒に浸漬し、部分溶解工程により生じたセルロース溶液からセルロースを紙の表面上または紙中に析出させ、粒子状物質を定着させる。

貧溶媒は、例えば、水及びメタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコール

10

20

30

40

50

類であり、更には、これらの混合溶媒を使用することができる。

貧溶媒は、使用後にイオン液体との混合溶媒となる。従って、イオン液体及び貧溶媒の再利用を考慮した場合、減圧蒸留の可能性、再利用の容易さ及びコスト等の観点から、貧溶媒にはエタノールを使用することが最も望ましい。

【0025】

(3) 乾燥工程

この乾燥工程は、(2)の貧溶媒浸漬工程を経た紙を乾燥させる工程であり、例えば、水を用いて紙を洗浄することにより過剰のイオン液体を除去し、その後に紙を乾燥させる。

乾燥手段としては、プレス乾燥を用いることができる。プレス乾燥は、例えば、温度が100～120[℃]、より好ましくは105[℃]、加圧圧力が1.1[MPa]、乾燥時間が1～5分間の条件で行うことが望ましく、これによって紙が保有する水分を簡便に除去することができる。

なお、乾燥手段はプレス乾燥に限定されず、例えば熱風を吹き付ける送風乾燥や、これらの乾燥装置を用いない自然乾燥を行っても良い。

【0026】

上述した製造方法によれば、(1)の部分溶解工程でイオン液体により紙のセルロースが部分的に溶解し、その後の(2)の貧溶媒浸漬工程で析出したセルロース内に粒子状物質が取り込まれ、更に(3)の乾燥工程により、粒子状物質を確実に紙に定着させることができる。このため、いわゆるバインダーレスにより粒子状物質保持紙を製造することができる。

また、(1)の部分溶解工程においてイオン液体により部分的に溶解したセルロースがフィルム化する結果、セルロースフィルムの繊維結合維持機能により、乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度を高めることができる。

【0027】

次に、本発明の第2実施形態に係る製造方法について説明する。

この第2実施形態では、(1)の部分溶解工程において、粒子状物質が分散しているイオン液体に紙を浸漬することにより、紙のセルロースを部分的に溶解させる。

【0028】

この部分溶解工程で用いる紙は、第1実施形態とは異なり、粒子状物質が保持されていない紙である。紙のセルロースの種類は、第1実施形態と同様である。

粒子状物質が保持されていない紙を、ゼオライト、活性炭、酸化チタン等の粒子状物質を分散させたイオン液体に浸漬することにより、イオン液体が紙全体に含浸してセルロースを部分的に溶解し、溶解したセルロースに粒子状物質が定着する。イオン液体には、第1実施形態と同様のものを用いれば良い。

【0029】

なお、この第2実施形態では、粒子状物質を分散させたイオン液体を加熱しておき、そのイオン液体に紙を浸漬することができる。この場合のイオン液体として、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドを用いた場合の温度や紙の浸漬時間(加熱時間)は、第1実施形態に例として挙げた紙の加熱温度、加熱時間とそれぞれ同様で良い。

【0030】

上記の部分溶解工程の後に、前述の(2)貧溶媒浸漬工程、(3)乾燥工程を順に実行することにより、粒子状物質保持紙を製造することができる。

この第2実施形態によれば、(1)の部分溶解工程により、紙に対するイオン液体の含浸と粒子状物質の保持とを同時進行的に実現することができる。

【0031】

続いて、本発明の第3実施形態に係る製造方法について説明する。

この第3実施形態では、(1)の部分溶解工程において、粒子状物質が分散しているイオン液体を紙に塗布することにより、紙のセルロースを部分的に溶解させる。

【0032】

10

20

30

40

50

本実施形態と第2実施形態とは、粒子状物質が分散しているイオン液体を紙に含浸させる具体的な方法が相違するだけである。本実施形態においてイオン液体を塗布する方法としては、紙にイオン液体をスプレー等により噴射する、紙にイオン液体を転写ロール等により転写する等の方法がある。

イオン液体として1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライドを用いた場合における、イオン液体を塗布した紙を加熱体に挟んで加熱する際の加熱温度、加熱時間は、第1実施形態に例として挙げた条件と同様にすることができる。

【0033】

本実施形態においても、(1)の部分溶解工程の後に、(2)貧溶媒浸漬工程、(3)乾燥工程を順に実行して粒子状物質保持紙を製造可能であり、部分溶解工程により、紙に対するイオン液体の含浸と粒子状物質の保持とを同時進行的に実現することができる。

10

【0034】

次に、本発明の実施例について、以下に説明する。

実施例1～5は、第1実施形態の製造方法によるものであり、部分溶解工程における調製後の活性炭含有シートの加熱時間がそれぞれ異なる例である。なお、いわゆる当業者の技術常識に照らして、本発明が以下の各実施例における実験条件に限定されないのは言うまでもない。

【0035】

[実施例1]

まず、実施例1について説明する。

20

0.15 [%]の針葉樹パルプサスペンション807 [ml]をとり、600 [rpm]で1分間攪拌を行った。そこに1 [%]活性炭懸濁液(対パルプ固形分6 [%])を加え、1分間攪拌した。0.1 [%]ポリジアリルジメチルアンモニウムクロライド(対パルプ固形分0.1 [%])と0.1 [%]アニオン性ポリアクリルアミド(対パルプ固形分0.5 [%])を入れ、それぞれ1分間攪拌した。手漉き抄紙器を用いて抄紙し、プレス乾燥(110 [°C]、1.1 [MPa]、20 [min])を行って、坪量60 [g/m²]の活性炭含有シートを作成した。調製した活性炭含有シートを70 [mm]×60 [mm]に切り取り、オーブンで乾燥させた。

【0036】

次に、80 [°C]に加熱したシャーレにイオン液体である1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムクロライド(BMIMCl)を1 [g]入れた。このイオン液体に活性炭含有シートを入れ、片面にBMIMClを含浸させた。これをPTFE紙に挟み、80 [°C]に熱したガラス板に挟んで5秒間加熱した。その後、試料を取り出して、貧溶媒として50 [ml]のエタノールで1分間、50 [ml]の蒸留水を取り替えながら30分間、100 [rpm]で振とうさせながら、洗浄した。乾燥には、プレス乾燥(110 [°C]、1.1 [MPa]、5分間)を用いた。こうして得られたシートを、後述するほぐれやすさ試験、乾燥紙力試験及び湿潤紙力試験に供した。

30

【0037】

[実施例2]

調製した活性炭含有シートをBMIMClに浸漬した後、80 [°C]に熱したガラス板に挟み、5分間加熱する以外は、実施例1と同様に行った。

40

【0038】

[実施例3]

調製した活性炭含有シートをBMIMClに浸漬した後、80 [°C]に熱したガラス板に挟み、1時間加熱する以外は、実施例1と同様に行った。

【0039】

[実施例4]

調製した活性炭含有シートをBMIMClに浸漬した後、80 [°C]に熱したガラス板に挟み、16時間加熱する以外は、実施例1と同様に行った。

【0040】

50

〔実施例 5〕

調製した活性炭含有シートを B M I M C 1 に浸漬した後、80 [°C] に熱したガラス板に挟み、48 時間加熱する以外は、実施例 1 と同様に行った。

【0041】

〔比較例 1〕

サンプルとなる紙は、活性炭粉末を添加せずに針葉樹パルプのみを用いて、実施例 1 と同様に調製した。その紙を貧溶媒としてのエタノール 50 [ml] に 1 分間浸漬後、過剰のエタノールをろ紙 (φ 90 [mm]、N O . 2、A D V A N T E C 製) を用いて除去した。そして、蒸留水 50 [ml] に 1 分間浸漬した後、過剰の蒸留水をろ紙 (φ 90 [mm]、N O . 2、A D V A N T E C 製) を用いて除去した。その後、110 [°C]、1.1 [M P a] の条件で 5 分間、プレス乾燥を行ってサンプルを調製した。

10

なお、この比較例 1 では、活性炭粉末の添加及びサンプルへのイオン液体の含浸処理を行っていない。

【0042】

〔比較例 2〕

サンプルとなる紙として、実施例 1 と同様に調製した活性炭含有シートを用いた。その紙を 50 [ml] のエタノールで 1 分間、50 [ml] の蒸留水を取り替えながら 30 分間、100 [r p m] で振とうさせながら、洗浄した。乾燥にはプレス乾燥 (110 [°C]、1.1 [M P a]、5 分間) を用いた。

20

【0043】

次に、本発明の実施例 1 ～ 5 及び比較例 1、2 の評価について説明する。

各実施例及び比較例により調製したサンプル (ろ紙) に対する機能評価として、以下のよう、(a) ほぐれやすさ試験、(b) 乾燥紙力試験、及び、(c) 湿潤紙力試験を行い、更に、湿潤引張強さ残留率を算出した。

【0044】

(a) ほぐれやすさ試験

調製したサンプルを、100 [ml] の蒸留水が入ったサンプル管瓶 (110 [ml]) に入れ、瓶を手で持って往復で 50 回、一定速度で振とうさせた後、サンプルの状態を観察した。

【0045】

(b) 乾燥紙力試験

50 [mm] × 20 [mm] のサンプルを用いて、引張試験を行った。引張試験は、A & D 社製の S T B - 1 2 2 5 S を用いて、試験速度 10 [mm / m i n]、チャック間距離 25 [mm] にて行い、以下の数式 1 により乾燥紙力強度を算出した。

30

〔数式 1〕

乾燥紙力強度 [k N / m] = 最大荷重 [N] / サンプル幅 [mm]

【0046】

(c) 湿潤紙力試験

50 [mm] × 20 [mm] のサンプルを、蒸留水に 1 時間浸漬させた。浸漬後、サンプルを水中から取り出して吸水紙の上に置き、更に別の吸水紙を上に乗せ、軽く押さえて余分な水分を除いた。この後、直ちに引張試験を行った。引張試験条件は、乾燥紙力試験と同様であり、以下の数式 2 により湿潤紙力強度を算出した。

40

〔数式 2〕

湿潤紙力強度 [k N / m] = 最大荷重 [N] / サンプル幅 [mm]

【0047】

(d) 湿潤引張強さ残留率の算出

更に、湿潤紙力強度と乾燥紙力強度との比である湿潤引張強さ残留率を、以下の数式 3 により算出した。

〔数式 3〕

湿潤引張強さ残留率 [%] = 湿潤紙力強度 [k N / m] / 乾燥紙力強度 [k N / m]

50

× 1 0 0

【 0 0 4 8 】

続いて、評価結果について説明する。

(a) ほぐれやすさ試験の評価結果について

図 1 は、実施例 1 ～ 5，比較例 1，2 のほぐれやすさ試験の結果を示すものである。

図 1 の比較例 1，2 では、50 回振とう後にシート形状を維持することが困難であった。また、比較例 1，2 では、粒子状物質保持機能の確認ができなかった。一方、実施例 1 ～ 5 では、加熱時間の長短に関わらずサンプルの破れが確認されず、また、活性炭の脱離も確認されなかった。このことから、実施例 1 ～ 5 によれば、粒子状物質保持機能を付与することが可能であった。

10

【 0 0 4 9 】

(b) 乾燥紙力試験、(c) 湿潤紙力試験、及び、(d) 湿潤引張強さ残留率の評価結果について

表 1 は、各サンプルの乾燥紙力強度、湿潤紙力強度、湿潤引張強さ残留率をそれぞれ示している。

【表 1】

	乾燥紙力強度 [k N/m]	湿潤紙力強度 [k N/m]	湿潤引張強さ残留率 [%]
実施例 1	14.73	2.33	15.83
実施例 2	26.67	3.12	11.70
実施例 3	26.99	3.03	11.24
実施例 4	36.92	5.15	13.95
実施例 5	57.92	5.40	9.33
比較例 1	19.47	1.29	6.64
比較例 2	24.63	2.44	9.89

20

30

【 0 0 5 0 】

表 1 によれば、実施例 1 ～ 5 の乾燥紙力強度は、加熱時間が長くなるにつれて高くなった。これは、イオン液体によるセルロースの溶解量が、加熱時間が長くなるほど増加する傾向と同じであった。同様に、実施例 1 ～ 5 の湿潤紙力強度は、加熱時間が長くなるにつれて高くなった。

更に、湿潤引張強さ残留率は、実施例 1 ～ 5 では比較例 1 よりも大幅に高くなり、実施例 1 ～ 4 では比較例 2 よりも高くなった。

【 0 0 5 1 】

上記のように、イオン液体により紙が部分的に溶解すると、湿潤紙力強度及び乾燥紙力強度が増大する。これは、イオン液体により紙のセルロースが一部溶解してセルロースがフィルム化した結果、このセルロースフィルムが有する繊維結合維持機能により、乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度が増大したためと考えられる。

40

【 0 0 5 2 】

次に、実施例 1 ～ 5 及び比較例 1，2 について、サンプルに保持された粉末状物質である活性炭の機能が維持されているか否かを確認するために、以下に述べる染料吸着能試験を行った。

【 0 0 5 3 】

[染料吸着能試験]

サンプル管に実施例 1 ～ 5 及び比較例 1，2 のシートとメチレンブルー (MB) 水溶液

50

100 [ml] を入れ、150 [rpm] で回転させてサンプルにMBを浸透させることにより、染料吸着能実験を行った。染料吸着能は、紫外－可視分光光度計で668 [nm] の吸光度を用いて、48時間後のMBの吸着率を測定することにより、評価した。

【0054】

表2は、上記した実施例1～5、比較例1, 2の染料吸着能を示す。表2におけるMBの吸着率は、バインダーレスで紙に定着させた活性炭による物質吸着機能が維持されている程度と考えることができる。

【表2】

	メチレンブルー吸着率 [%]
実施例1	52.08
実施例2	47.13
実施例3	46.55
実施例4	41.34
実施例5	37.65
比較例1	2.16
比較例2	52.55

10

20

【0055】

表2において、サンプルに活性炭粉末の添加及びイオン液体の含浸処理を行っていない比較例1では、MBの吸着はほとんどなかった。これに対し、実施例1～5と、活性炭含有シートである比較例2とでは、顕著なMB吸着能が確認された。

つまり、イオン液体を用いて紙のセルロースを一部溶解させ、更に貧溶媒によりセルロースを析出させて紙に定着させた活性炭の物質吸着機能は、十分に維持されていることが確認された。

30

【0056】

続いて、第2実施形態による製造方法を用いた実施例6について説明する。

【実施例6】

0.25 [%] の針葉樹パルプサスペンション807 [ml] をとり、手漉き抄紙器を用いて抄紙し、プレス乾燥（110 [°C]、1.1 [MPa]、20分間）を行い、坪量100 [g/m²] の手漉きシートを作成した。

【0057】

シャーレに0.1 [g] のタルクと3.0 [g] のBMIMClとを混合して入れ、100 [°C] に加熱した。調製した手漉きシートを70 [mm] × 60 [mm] に切り取ってシャーレに入れ、上記のタルク含有BMIMClに20秒間浸漬した。その後にシートを取り出して熱水（90 [°C]）で洗浄し、プレス乾燥（110 [°C]、1.1 [MPa]、5分間）を行って乾燥させた。

40

【0058】

調製されたサンプルのタルク含有率は、8.9 [%] であった。このサンプルの表面の写真を図2（a）に示し、表面の顕微鏡写真を図2（b）に示す。

図2（b）によれば、サンプル表面のタルク粒子が確認されており、タルクの紙への保持が確認された。

【0059】

以上説明した本発明によれば、少なくとも部分溶解工程、貧溶媒浸漬工程を有することで、バインダーレスにて粒子状物質をセルロースに定着させて粒子状物質を紙に固定化する

50

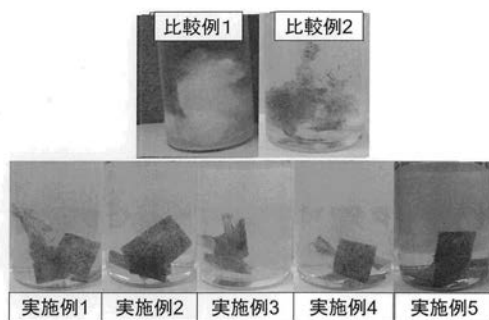
ることができると共に、セルロースのフィルム化により乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度を高めた粒子状物質保持紙を製造することができる。

【産業上の利用可能性】

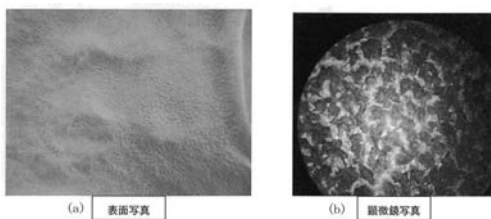
【0060】

本発明は、粒子状物質が有する機能を維持しつつ乾燥紙力強度及び湿潤紙力強度の高い紙の製造に適用可能であり、本発明により製造された粒子状物質保持紙は、水環境浄化材、機能成分含有ティッシュペーパー等、各種の用途、産業分野に利用することができる。

【図 1】



【図 2】



フロントページの続き

(72)発明者 谷口 健二

埼玉県蓮田市井沼381番地 河野製紙株式会社埼玉工場内

Fターム(参考) 4L055 AA01 AA02 AF09 AG02 AG35 AG73 AG99 AH16 BE08 BE10
EA22 EA23 EA24 FA13 FA30