

微細孔シートの抄紙技術に関する研究(第1報)

河瀬剛、神山真一

Study on refining process for making paper with micropore (I)

Takeshi KAWASE and Shinichi KOHYAMA

産業資材として使用される微細孔を有する紙は、原料である繊維の加工により、細孔径特性が決まる。本研究では、耐熱性繊維であるアラミドパルプを対象に、シートの微細孔化に寄与する繊維を効率的に得る叩解処理技術について検討した。その結果、摩砕機を用いて叩解したパルプは、繊維切断は少ない反面、ろ水度は120mL CFS程度にとどまった。

1. はじめに

一部の紙は多孔質性を活かし電池セパレータやフィルタ等の産業資材として利用されている。電池の高エネルギー密度化、フィルタの表面積増大を目指し薄葉化と微細孔化が進められ、従来の乾式不織布から微細繊維を用いた紙(湿式不織布)への期待がされている。

微細孔シートの開発でキーとなる微細繊維は、繊維メーカーが提供するものの他に、製紙企業が叩解可能な繊維を加工し得られるものがある。セルロース繊維の他、アクリルやアラミドなどの繊維があげられる。これらの繊維を原料調整において、機械的に切りほぐしたり押しつぶしたりする「叩解」は、紙の特性を決める重要な工程であり、県内製紙企業は独自の技術やノウハウを持っており、各社特色ある紙製品を製造している。

一方、二次電池用セパレータとして一般的に利用されているポリオレフィン系セパレータは、電池の高エネルギー密度化、大型化を図る上で、耐熱不足が指摘され、事故発生時の被害が甚大になることが危惧されており、より安全性の高いセパレータ開発が進められている。その対策のひとつの方法として、耐熱性繊維による湿式製造がある。湿式製造は乾式に比べ低コストであるが、シートの微細孔径はポリオレフィン系セパレータには及ばない。

本研究では、二次電池用セパレータを想定し耐熱性繊維を対象に、シートの微細孔化に寄与する繊維を効率的に得る叩解処理技術について検討し、得られた繊維およびその繊維からなるシートの特性を評価し、微細孔シートの抄紙に必要な技術を追究する。耐熱性繊維はアラミドパルプを使用し、試験用ディスクリファイナー及び試験用摩砕機を用いて叩解試験を行った。

この叩解試験では、繊維長を保持しながら、ろ水度を100mL CSF以下を目指した。ディスクリファイナーのディスク形状は繊維切断の少ないものを選択した。また、摩砕機は、セルロースナノファイバーを機械的解繊で製造する方法として使われるが、その砥石は、金属製のリファイナーのディスクより柔らかく、条件によっては、繊維切断は少ない叩解が可能と考えた。その他、繊維間の擦り合わせによる繊維切断が少ない叩解を目指すべく、原料の濃度を濃くする

ことを試みた。本書では、これらの叩解試験の結果について報告する。

2. 実験

2.1 叩解試験及びパルプ性能試験

熊谷理機工業製の試験用高濃度ディスクリファイナーを用いてアラミドパルプの叩解試験を行った。試験に用いたディスク形状は、繊維の切断が少ない精砕用や材料排出が容易なものを選択した(表1及び図1)。同社のカタログによると低濃度(3%)領域から高濃度(30%)領域まで処理可能であり、高濃度の原料の加工も試みた。

表1 叩解試験を行ったディスク

ディスク	用途	円周線の有無	その他の特徴
B	中砕	無	円周線がなく排出を容易に
D	精砕	無	繊維の切断が少ない
H	精砕	有	マッチ棒状にしたチップの摩砕に効果的
J	精砕	無	比較的カッティングが少ない



図1 ディスクの形状

また、叩解条件は表2の通りとし、2Lのスラリーを用意し、1

パス後に約500mLを採取し、さらに5パス後に約500mLを採取し、残ったスラリーで10パスまで試験する方法で行った。各条件で叩解試験をし、得られたアラミドパルプのろ水度(カナダ標準型フリーネステスター。ふるい板はカナデアン用ワイヤ 180 μ を使用、いずれも東洋精機製作所製)と繊維長(Fiber Tester、Lorentzen & Wettre社製)を測定した。

表2 リファイナーでの叩解試験の条件

ディスク間隔	0.05mm
原料濃度	1wt%、3wt%
パス回数	1回、5回、10回
回転数	3000rpm

2. 2 摩砕機による叩解試験

次に試験用摩砕機(スーパーマスコロイダー MKCA6-2、増幸産業製)を用いてアラミドパルプの叩解試験を行った。試験した摩砕機の砥石は、軟質材料用及び繊維質用の3種類で、それぞれの特徴を表3及び図2に示す。摩砕機は、間隔を自由に調整できる2枚の砥石から構成され、砥石の内側から材料が入り、図3に示す円周部にあるフラット面を通り抜ける際に摩砕され、表面の粗さを示す砥石粒度の値が大きいほど、材料をより細かい粉砕物に加工することができる。

表3 摩砕機の砥石

略称	砥石型番	用途	砥石粒度
E16	MKE6-16 深溝K	軟質材料用	16#
E46	MKE6-46 深溝K		46#
GC80	MKGC6-80 標準	繊維質の微粉砕	80#



図2 砥石の形状(全体)

この3種類の砥石を用いて、叩解試験を行った。叩解条件は、ディスクリファイナーの叩解試験と比較するため表4の通りとし、2Lのスラリーを用意し、1パス後と5パス後にそれぞれ約500mLを採取し、残ったスラリーで10パスまで試験するリファイナーでの叩解試験と同じ方法で行った。また、叩解試

験で得られたアラミドパルプも同様にろ水度と繊維長を測定した。



図3 砥石の形状(円周部、図2を拡大)

表4 摩砕機での叩解試験の条件

砥石間隔	0.05mm
原料濃度	1wt%、3wt%
パス回数	1回、5回、10回
回転数	1500rpm

3. 結果及び考察

3. 1 リファイナーによる叩解繊維の特性

はじめに、ディスクDとHを用いて叩解した繊維のろ水度と長さ加重平均繊維長のグラフを図4に示す。図中の丸数字は、パス回数を示し、ディスクHは、繊維切断が進んでいることがわかる。さらにディスクHの濃度3wt%は、試験を繰り返すとろ水度が大幅に下がり、6パス目以降は、試験が続けられなかった。これは、ディスクHの円周線を乗り越える際に繊維が強力に摩砕されたと推測される。

また、他のディスクでも濃度3wt%のスラリーは、リファイナーからの排出が悪く、取扱いがしづらい傾向にある、さらに、繊維が切断される傾向が見受けられるため、高濃度化による繊維長の保持は困難であると思われる。

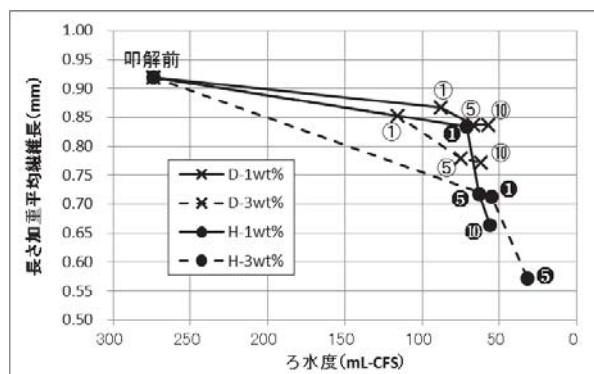


図4 ろ水度と繊維長(ディスクD、H)

次に、4種類のディスクを用いて濃度1wt%のスラリーを叩

解した繊維のろ水度と長さ加重平均繊維長のグラフを図5に示す。ディスクDは、幾分、繊維を切断するが、効率的にろ水度を下げることができる。また、ディスクBは、Dに比べるとろ水度の下がり具合は緩やかであるが、繊維の切断が少なく、目的にあった叩解条件と思われる。ディスクJは、1パス以降は繰り返し試験しても、ろ水度も繊維長もあまり変化がなかった。

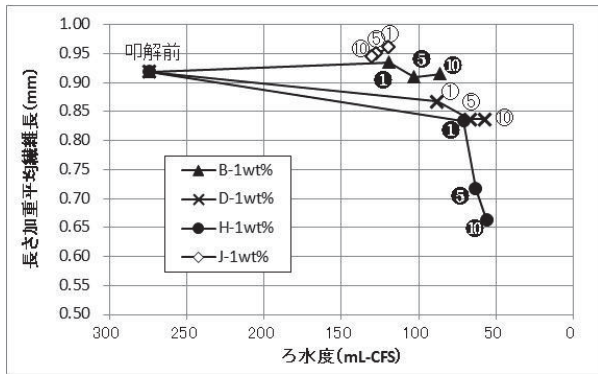


図5 ろ水度と繊維長(スラリー濃度1wt%)

繊維の切断がなるべく少なく、ろ水度を100mL CSF以下を目指すことから、ディスクDが最も効率的と思われるが、繊維切断を極力少なくする観点でみるとディスクBも有効と思われる。

3. 2 摩砕機による叩解繊維の特性

次に、3種類の砥石を用いて濃度1wt%のスラリーを叩解した繊維のろ水度と長さ加重平均繊維長のグラフを図6に示す。繊維長は保たれるが、ろ水度が効果的に下がる傾向がないことがわかる。

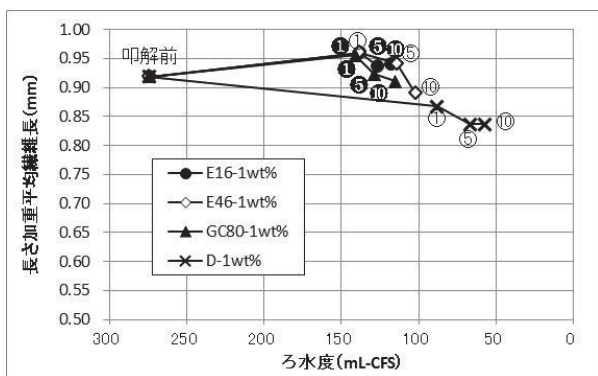


図6 ろ水度と繊維長(スラリー濃度1wt%)

次に、3種類の砥石を用いて濃度3wt%のスラリーを叩解した繊維のろ水度と長さ加重平均繊維長のグラフを図7に示す。濃度1wt%に比べると繊維が切断される傾向であることがわかる。試験中においても、スラリーが終わりに近づくともーター電流が上昇したことが観測された。これは、設定した砥石の間隔0.05mmを通り抜ける適切な濃度が3wt%より薄く、

先に水が多く含んだ状態で通り抜け、残った繊維が3wt%より濃い状態で砥石を通り抜け、より強力に繊維が摩砕されたためと推察される。

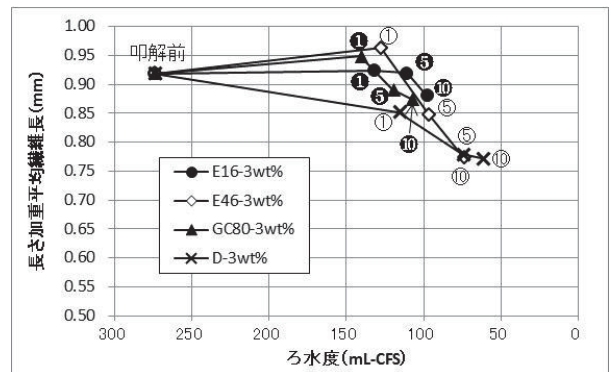


図7 ろ水度と繊維長(スラリー濃度3wt%)

今回の試験では、スラリー濃度を3wt%以上にすると繊維は切断する傾向が強くなることが分かった。また、E46が最も効率的にろ水度を下げるが、繊維切断の少ないスラリー濃度1%では、目標とした100mL CSF以下には少し届かない120mL CSF程度となった。

4. まとめ

紙は多孔質性を活かし電池セパレータやフィルタ等の産業資材として利用されている。電池の高エネルギー密度化、フィルタの表面積増大を目指し薄葉化と微細孔化が進められ、従来の乾式不織布から微細繊維を用いた紙(湿式不織布)に期待されている。本研究では、二次電池用セパレータを想定し耐熱性繊維であるアラミドパルプを対象に、シートの微細孔化に寄与する繊維を効率的に得る叩解処理技術について検討した。

その結果、いずれの叩解機でも高濃度化については、繊維切断が促進され、目標とした叩解を行うことはできなかった。また、スラリー濃度を1wt%として、リファイナーを用いると幾分の繊維切断がみられるが、効率的にろ水度を下げることができた。また、同濃度で摩砕機を用いると、繊維切断を少なく叩解することが可能であるが、ろ水度は120mL CSF程度までしか下がらなかった。

【謝 辞】

本研究を実施するにあたり、アラミドパルプを提供していただきました帝人(株)に心よりお礼申し上げます。

Abstract

A paper with micropore using industrial material, has pore size characteristics made from refining fibers. We studied a refining process for micropore sheets of aramid pulp. As a result, aramid pulp refined by grinding machine is without cutting, but its freeness was failed to around 120mL CSF.