

X線CTによるPP/CNF複合材の分散性評価

CNF科 田中翔悟

Evaluation of the CNF dispersibility of PP/CNF composites by X-ray CT

TANAKA Shogo

Keywords : CNF, Cellulose nanofiber, CNF Composite, polypropylene, X-ray CT

木材等の植物繊維を微細化した素材であるセルロースナノファイバー（CNF）は、樹脂の強化材として使用すると多くの付加価値を付与できることが期待されている。当センターでは県の新成長戦略研究として、従来の素材を代替して軽量化することができるポリプロピレン（PP）/CNF複合材の開発を行っている。開発中のPP/CNF複合材について、X線CTにより材料内部のCNFの分布状態を観察した結果、CNFを20wt%含む複合材でもセルロース繊維の凝集は生じていないことがわかった。また、CT画像を二値化法により抽出し、セルロース繊維の量を簡易的に数値評価した結果、CNFの配合率に応じて観察されたセルロース繊維の量が増加することがわかった。

キーワード：CNF、セルロースナノファイバー、CNF複合材、ポリプロピレン、X線CT

1 はじめに

木材等の植物繊維を微細化した素材であるセルロースナノファイバー（CNF）は、樹脂の強化材として使用すると多くの付加価値を付与できることが期待されている。当センターでは令和元年度から県の新成長戦略研究として、従来の素材を代替して軽量化することができるポリプロピレン（PP）/CNF複合材の開発を行っている。CNFを樹脂に複合する際、強化材として有効に働くためには、CNFの繊維が樹脂中に良好に分散している必要がある。開発中のPP/CNF複合材について、X線CTを使用して試料内部のCNFの分布状態を観察し、さらに二値化法によりセルロース繊維の量を簡易的に数値評価した。

2 方法

試料の作成条件を表に示す。CNFと分散剤(MAPP)の反応混合物（種材）を二軸混練機によりPPと混練し、マスターバッチ（MB）を作製した。MBをPPと希釈混練し、PP/CNF複合材ペレットを得た。

X線CT測定には高分解能3D X線顕微鏡 nano 3DX（株式会社）を使用し、PP/CNF複合材ペレットを1mm×1mm×3mm程度の角柱状に調製したものを測定に供した。測定条件を以下に示す。

X線源（ターゲット）：Cu（管電圧40kV、管電流30mA）
測定視野：φ 0.9mm×0.7mm

画素サイズ：0.81μm/voxel

撮影枚数：600枚

照射時間：16sec/枚

1試料あたりのCT撮影時間：2時間54分

グレースケールのCT画像をもとに、0.5mm×0.5mm×0.7mmの観察領域において画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース分を抽出し、観察されたセルロース繊維の量（体積率）を求めることにより数値評価を行った。また、観察されたセルロースの体積率をCNF配合量と比較した。

表 試料作成条件

試料名	CNF濃度 (wt%)			PPグレード
	種材	MB	複合材ペレット	
トライ1	50	10	1,5,10	ホモ
トライ2	50	20	1,5,20	ブロック

3 結果および考察

PP/CNF複合材のCT像について、トライ1の結果を図1に、トライ2の結果を図2に示す。今回測定した中で最も高濃度のPP/CNF20wt%複合材においてもセルロース繊維の凝集は観察されず、分散性は良好だった。一方で、マトリックス樹脂相に比べて明度の高い（密度の高い）領域が点在していることが観察された。マトリックス相であるPPの密度が0.9g/cm³、セルロースの真密度が1.5 g/cm³であり、分散剤として添加

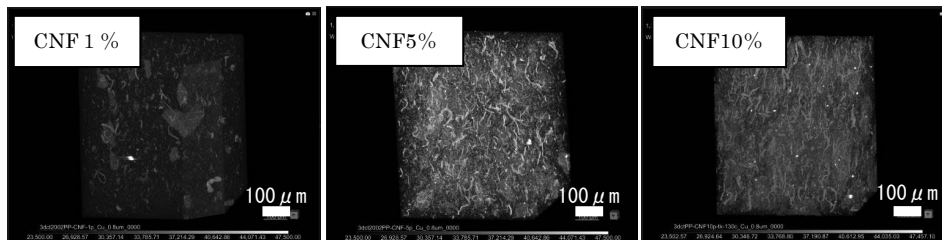


図1 PP/CNF 複合材 (トライ1) のCT像

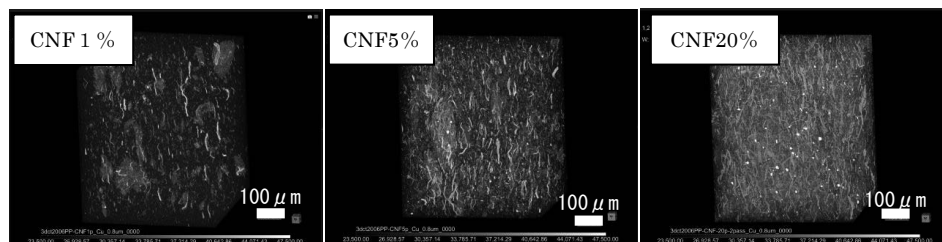


図2 PP/CNF 複合材 (トライ2) のCT像

しているMAPPの密度はPPと同様0.9g/cm³程度であるため、この塊は周囲よりCNFを多く含む領域であり、種材の粒子が一部残留していることが示唆されたものと考えられる。

CT画像をもとに画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース繊維の量を数値評価した結果(図3)、

CNF配合量に応じて、観察されたセルロースの体積率が増加することがわかった。また、トライ2は、トライ1に比べて配合量に対する観察されたセルロースの体積率の増加量が小さく、セルロース繊維の分散性が向上したことがわかった。

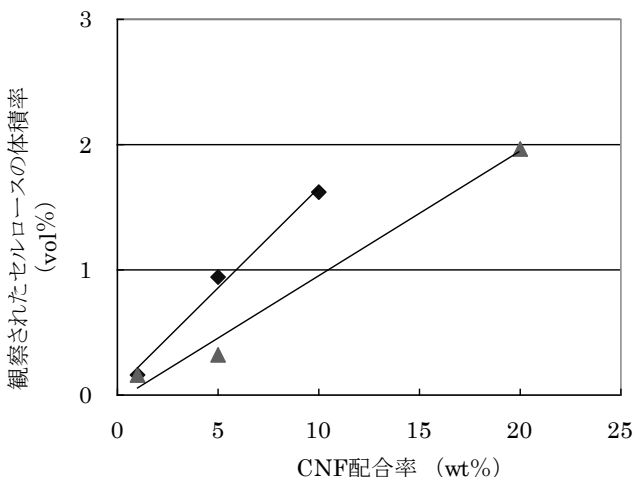


図3 CNF 配合率に対する観察されたセルロースの体積率

◆ : トライ1、▲ : トライ2

4 まとめ

本研究で作製したPP/CNF複合材のペレットをX線CT測定により観察した結果、PP/CNF20wt%複合材においてもセルロースの繊維がPP樹脂中で凝集を生じずに良好に分散していることが確認できた。また、CT画像をもとに画素の輝度を基準とした二値化法によりセルロース繊維の量を数値評価した結果、CNF配合量に応じて、観察されたセルロースの体積率が増加した。また、トライ2は、トライ1に比べてセルロース繊維の分散性が向上したことがわかった。