

# セルロースナノファイバー製造時のエネルギー低減のための TEMPO 酸化法の適用及び解繊方法の検討

CNF科 ○中島大介\*1 山崎利樹 田中翔悟\*2 山下晶平

## Study of applying TEMPO oxidation method and refinement methods for energy reduction in cellulose nanofiber production

NAKASHIMA Daisuke, YAMAZAKI Toshiki, TANAKA Shogo and YAMASHITA Shohei

Keywords : CNF , TEMPO oxidation , refinement process

セルロースナノファイバー(以下、CNF)は木材などの植物繊維の主成分であるセルロースをナノサイズまで微細化したバイオマス資源として、製品の付加価値向上やカーボンニュートラルに向けた用途開発に用いられているが、微細化プロセスにおけるエネルギー消費に起因するコスト高が課題となっている。そこで本研究では、エネルギー低減に有効とされる TEMPO 酸化法を適用した際の微細化エネルギー低減率を見積もるために4種類の微細化装置を用いて評価した。さらに得られた CNF 性状を調べ、装置毎の微細化プロセスの特徴を明らかにした。

キーワード: CNF、TEMPO 酸化、微細化処理

### 1 はじめに

CNFは自然由来材料であり、かつ材料の補強効果が高いことから、カーボンニュートラルに資する材料として応用が広がっているが、製造の際に膨大なエネルギーが必要となるため、社会実装の妨げとなっている。

本研究では、化学的な製造手法である TEMPO 酸化法<sup>1)</sup>による製造エネルギーの削減効果を検証した。

をパルパーで離解したものと市販の TEMPO 酸化済みパルプ(置換度:1.46mmol/g)を用意した。パルプに蒸留水を加え1wt%に調製した分散液を表1の条件で繰り返し処理をし、1回の処理毎に分散液を回収した。なお、未処理のパルプについては装置の目詰まりを防ぐため、同装置による事前の粗粉碎もしくはボールミル PM400(株Retsch 製)による6時間の前粉碎を行った。

### 2 方法

#### 2.1 CNF の試作

試作に供したパルプにはドライパルプシート(NBKP)

#### 2.2 評価方法

試作中の消費電力量をクランプオンパワーロガー PW3365-10(日置電機株製)で測定し、投入した分散液

表1 試作条件一覧

微細化処理	装置	処理条件	処理時間
ノズル式 高圧ホモジナイザー	ナノマイスターND-10 (株大川原製作所製)	圧力 150MPa	TEMPO 酸化 : 1 時間半, 5 回処理 未処理 : 1 時間半, 5 回処理
バルブ式 高圧ホモジナイザー	H3-1D (三丸機械工業株)	圧力 100MPa	TEMPO 酸化 : 10 分, 5 回処理 未処理 : 10 分, 5 回処理
グラインダー	マスコロイダーMKCA-5JR (増幸産業株製)	磨砕用特殊砥石 MKGC-6-80 使用	TEMPO 酸化 : 50 分, 5 回処理 未処理 : 3 時間半, 3 回処理
製紙用湿式粉碎装置	ラボリファイナーSDR-14 (相川鉄工株製)	回転円周速 24m/s 流量 0.15m <sup>3</sup> /min	TEMPO 酸化 : 20 分, 5 回処理 未処理 : 20 分, 5 回処理

\*1 現 静岡県企業局西部事務所水質管理センター

\*2 現 静岡県工業技術研究所化学材料科

の重さを除して分散液1kgの微細化処理にかかる消費電力量を計算した。CNFは微細化が進行すると分散液の透明度が高まるため、得られたCNF分散液の可視光透過率を紫外可視近赤外分光光度計V-770(日本分光(株)製)により光路長10mmで測定し、微細化の進行度合いの指標とした。

### 3 結果および考察

どの微細化方法においても、TEMPO酸化を施した場合には1回の処理で半透明のCNFが得られた。

可視光透過率と消費エネルギーの関係を図1～図4に示す。いずれの微細化方法においても、TEMPO酸化を施したものは1回の処理で70%以上の可視光透過率が得られたが、未処理のパルプから試作したものは5回処理後もこれを上回ることはなかった。また、グラインダーとリファイナーについてはTEMPO酸化を施すことで5回処理時の消費エネルギーがそれぞれ2.0Wh/kg及び56.2Wh/kgと低くなった。

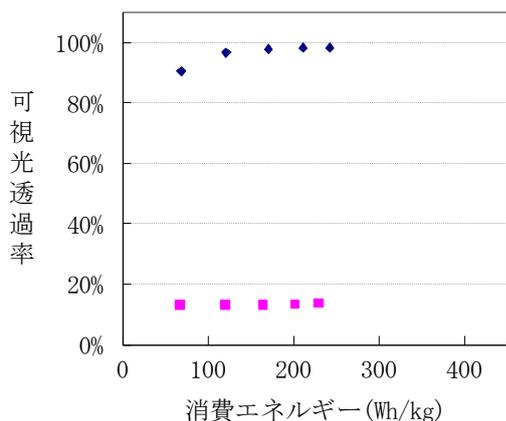


図1 高圧ホモジナイザー処理(ノズル式)後の可視光透過率  
◆ TEMPO酸化 ■ 未処理(ボールミル6h処理)

### 4 まとめ

未処理のパルプとTEMPO酸化を施したパルプを4種類の微細化装置でそれぞれ5回繰り返し処理し、得られたCNFの可視光透過率を比較することで、微細化の進行度合いと処理にかかる消費エネルギー量を評価した。5回の処理の中で通常のパルプによる試作品の可視光透過率がTEMPO酸化を施したものに並ぶことはなかった。このことから、5倍以上のエネルギーを与えたとしても、TEMPO酸化を行わずに同等のCNFを得ることは困難であると考えられた。

### 参考文献

- 1) 磯貝 明: TEMPO酸化セルロースナノファイバーの調製と特性解析. 東京大学農学部演習林報告, 126, 1-43 (2011)

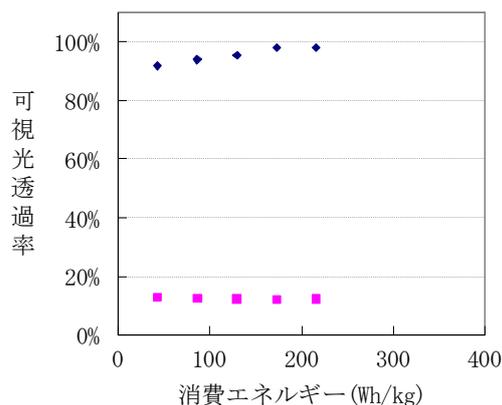


図2 高圧ホモジナイザー処理(パルプ式)後の可視光透過率  
◆ TEMPO酸化 ■ 未処理(ボールミル6h処理)

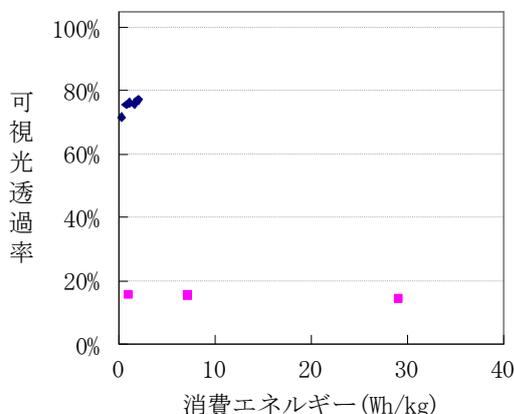


図3 グラインダー処理後の可視光透過率  
◆ TEMPO酸化 ■ 未処理(粗粉碎)

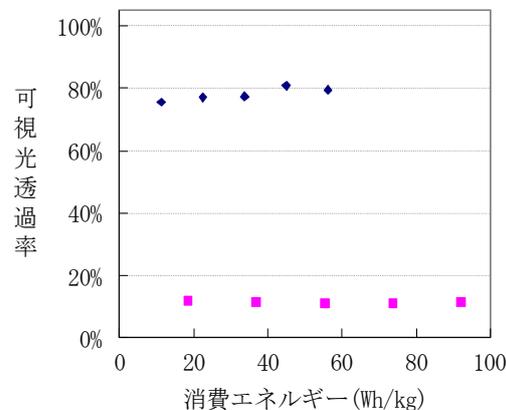


図4 リファイナー処理後の可視光透過率  
◆ TEMPO酸化 ■ 未処理(粗粉碎)