

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* 山崎利樹 田中翔悟** 山下晶平

Study of applying TEMPO oxidation method and defibration 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¹⁾による製造エネルギーの削減効果を検証した。

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)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

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
製紙用湿式粉砕装置	ラボリファイナー SDR-14(相川鉄工株製)	回転刃周速 24m/s 流量 0.15m ³ /min	TEMPO 酸化：20 分, 5 回処理 未処理：20 分, 5 回処理

* 現 企業局西部事務所水質管理センター、** 現 工業技術研究所 化学材料科

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。

2.2 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、投入した分散液の重さを除して分散液 1 kg 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 72.4Wh/kg と低くなった。

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)

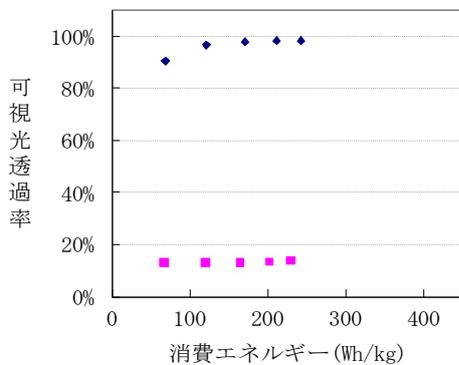


図 1 高圧ホモジナイザー処理(ノズル式)後の可視光透過率

◆ TEMPO 酸化 ■ 未処理(ボールミル 6h 処理)

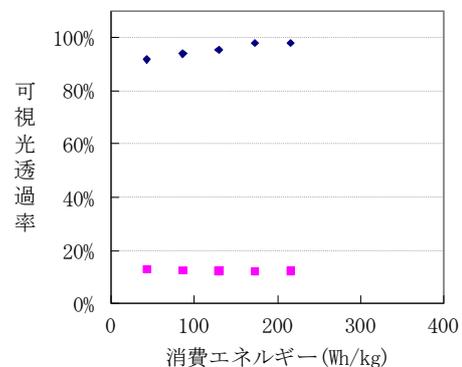


図 2 高圧ホモジナイザー処理(パルプ式)後の可視光透過率

◆ TEMPO 酸化 ■ 未処理(ボールミル 6h 処理)

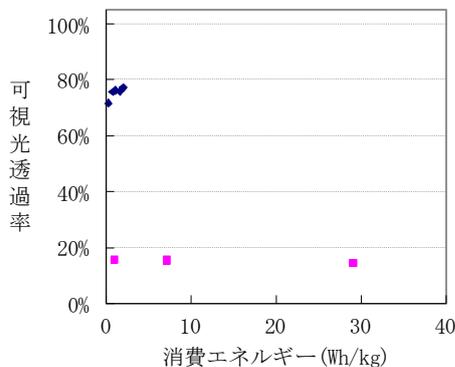


図 3 グラインダー処理後の可視光透過率

◆ TEMPO 酸化 ■ 未処理(粗粉碎)

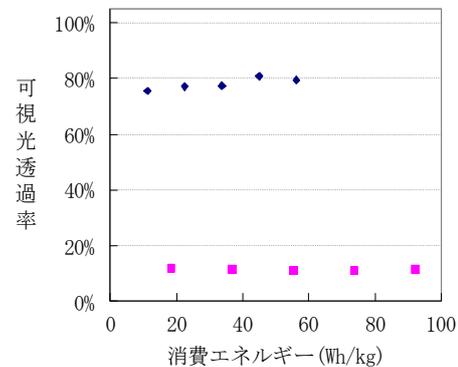


図 4 リファイナー処理後の可視光透過率

◆ TEMPO 酸化 ■ 未処理(粗粉碎)