

樹脂製品中のセルロースナノファイバー (CNF) 定量分析手法の開発

化学材料科 野澤 遼 菅野尚子* 鷺坂芳弘**

Development of a method for the quantitative analysis of cellulose nanofiber (CNF) in plastic products

NOZAWA Ryo, KANNO Naoko and SAGISAKA Yoshihiro

Keywords: cellulose nanofiber (CNF), quantitative analysis, ultra violet-visible spectrophotometer

樹脂製品中に微量の CNF を添加することにより、性能が大きく向上することがある。それら CNF 添加製品では、CNF 含有量を定量することが不可欠であるが、実製品では、共存物質が存在していることや製品中から微量の CNF を抽出することが困難であるため定量が難しい。そこで、湿式摩擦材を例に製品中の CNF 含有量を定量する分析手法を開発した。

キーワード：セルロースナノファイバー (CNF)、定量分析、紫外可視分光光度計

1 はじめに

CNF は、バイオマス素材であることから炭素循環型社会の実現に向けて注目されている¹⁾。これまでに、微量の CNF を製品へ配合することで、製品性能が大きく向上した研究結果が報告がされている。そのような製品の量産化に向けては、性能保証の観点から、製品中の微量 CNF を定量する手法が不可欠であるが、製品中の共存物質の影響により定量することは困難である。

湿式摩擦材は自動車の動力部などに使用される樹脂部品である。これまでに、湿式摩擦材に CNF を微量配合することで、従来技術では困難であったせん断強度と摩擦性能の双方が向上することが報告されている²⁾。しかし、製品化のためには、CNF の含有量が不明であるなどの課題が残されている。そこで、今回、湿式摩擦材を例に製品中の微量 CNF を定量する手法を検討した。

本検討では、摩擦材作製時の抄紙工程で排出される白水に着目し、白水中の CNF 濃度と抄紙前の CNF 濃度から、摩擦材に取り込まれた CNF を算出した。また、共存物質として配合している添加剤が本分析手法に与える影響についても評価した。

2 紫外可視分光分析装置による CNF の定量分析

2.1 検量線の作製

摩擦材の作製に使用する CNF 水溶液を希釈し 2 $\mu\text{g/mL}$ から 40 $\mu\text{g/mL}$ の濃度の異なる 5 種類の CNF 水溶液を作製した。CNF 水溶液をそれぞれ 1 mL ずつ採取した後に、5 %フェノール水溶液 1 mL を加え、さらに、5 mL の濃硫酸を滴下した。得られた溶液について、紫外可視分光分析装置 V-630 (日本分光(株)製)により、吸収スペクトルを測定した。得られたスペクトルからセルロースに由来する 488 nm の吸光度を用いて、検量線を作成した³⁾。

2.2 添加剤の評価

繊維基材であるアラミド及び添加剤 A、B、C、D の水溶液について、それぞれ検量線の作製と同様に、前処理を行った後に吸収スペクトルを測定した。

2.3 白水の分析

パルプのろ水性評価などに使用されるフリーネステスターにアラミド、添加剤 A、B、D 及び CNF 水溶液を投入し、白水を調製した。さらに、比較のため CNF を添加しない白水も別途作製した。調製した白水をそれぞれ前処理し、得られた溶液の吸収スペクトルを測定した。さらに、CNF の濃度が定量下限以下である可能性も考慮し、調製した白水をそれぞれロータリーエバポレータ R-144 (Buchi 製) で 10 倍に濃縮した試料も別途作製し、同様に前処理を

* 現 浜松工業技術支援センター 材料科、** 退職

行った後に、吸収スペクトルを測定した。

2.4 添加剤が CNF の歩留まりに及ぼす影響

添加剤 A、B、D が摩擦材中の CNF の歩留まりに及ぼす影響について評価するため、フリーネステスターにアラミド及び CNF 水溶液のみを投入し、白水を調製した。さらに、10 倍に濃縮した試料も作製し、それぞれ、同様に前処理を行った後に、吸収スペクトルを測定した。

3 結果と考察

3.1 検量線の作成

CNF の濃度が高くなるにつれて、488 nm の吸光度が大きくなり、 $R^2=0.998$ の検量線が得られた (図 1)。

3.2 添加剤の評価

添加剤 C において、488 nm 付近に極大吸収波長を有するスペクトルが得られた。このことから、添加剤 C が CNF の定量分析を妨害する夾雑物を含むことが分かった。

3.3 白水の分析

CNF を添加せずに作製した白水と比較した結果、10 倍に濃縮した白水においても、本分析手法では CNF は有意に検出されなかった。このことから、白水中の CNF 濃度は、文献³⁾により報告されている本分析手法の定量下限値 $1.9 \mu\text{g/mL}$ の $1/10$ 倍である $0.19 \mu\text{g/mL}$ 以下であることが示唆された。同白水の作製時のフリーネステスター中の CNF 濃度が $90 \mu\text{g/mL}$ であることから、摩擦材中の CNF の歩留まりは 99.7 % 以上と算出された。

3.4 添加剤が CNF の歩留まりに及ぼす影響

アラミド及び CNF 水溶液のみから作製した白水においては、10 倍に濃縮することで、488 nm 付近に吸収が観測され (図 2)、検量線との比較から白水中の CNF 濃度は $7.0 \mu\text{g/mL}$ と算出された。添加剤を使用しない白水では CNF 濃度が高くなったことから、添加剤が CNF の歩留まり向上に寄与していることが考えられる。

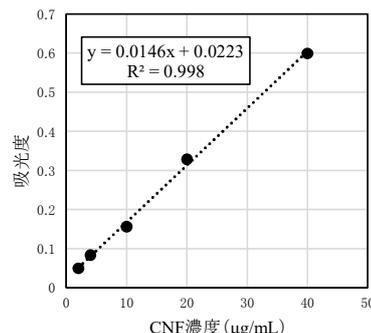


図 1 CNF 濃度と吸光度 (488 nm) の関係

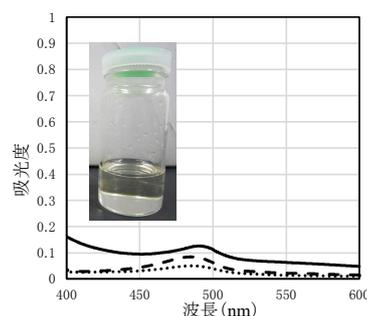


図 2 紫外可視吸収スペクトル

..... CNF 水溶液 (2 $\mu\text{g/mL}$)
 - - - CNF 水溶液 (4 $\mu\text{g/mL}$)
 — 添加剤なしの白水 (10 倍濃縮)

4 まとめ

湿式摩擦材中の CNF を定量する手法として、白水中の CNF 濃度を分析する手法を開発した。分析を妨害する添加剤 C を除いた実験では 99.7 % 以上の CNF が、湿式摩擦材に取り込まれていることが示唆された。今後は、添加剤 C が含有していても可能な CNF 定量手法の開発を目指す。

謝辞

本研究の実施にあたり、分析試料を提供いただいた NSK ワーナー株式会社の皆様に感謝いたします。

参考文献

- 1) 榎原圭太：セルロースナノファイバーの基礎と応用. 化学と教育, 70 (1), 28-31 (2022).
- 2) 瀬戸井睦 他：湿式摩擦材. および湿式摩擦材を用いた湿式摩擦板. 特開 2023-136867 (2023. 9. 29) .
- 3) 国立研究開発法人 産業技術総合研究所 他：酸分解法, 「セルロースナノファイバーの検出・定量の事例集」, 小倉勇 監修, pp. 4-12 (2020)