

（第16回）2020年度・研究助成報告

研究題名	機械的外力がセルロースナノファイバーに与える物理化学的变化定量評価法の確立
研究期間	2020年4月1日～2022年3月31日
研究機関・所属 研究者名	岐阜大学 工学部 高井千加

1. 2020（2021）年度研究成果の概要

遊星ボールミル処理が水系セルロースナノファイバー（CNF）ゾルに与える物理化学的影響を、水中で評価する手法として時間領域核磁気共鳴（TD-NMR）を用いて評価することを試みた。水中 CNF の挙動が緩和時間変化に与える影響が未知であったため、レオロジー挙動、短径、結晶構造評価と併せて考察することで、緩和時間が、水中におけるナノ繊維の三次元的な構造変化を捉えることができることを見出した。TD-NMR は、外部環境によって敏感に変化する CNF ゾルの挙動を短時間で評価できる有用な方法である。本成果は、国際・国内学会にて発表し、また学術雑誌（Cellulose）へ掲載が決まった。

2. 助成期間内での研究成果の概要

遊星ボールミル処理を水系 CNF ゾルに施した際に繊維に与える物理化学的影響について、レオロジー、結晶構造、短径変化から総合的に評価することを試みた。低処理回転数では繊維の網目構造が解れ、高処理回転数になるにつれ結晶性の低下および短径減少が確認された。そして、凍結乾燥した CNF 粉体の水蒸気吸着量から、ボールミルの回転速度増加とともに表面活性が増加するという知見を得た。つまり、機械的処理により、酸化物の複合化サイトとなるだろう OH 基の露出が確認できた。しかしながら、水中でのナノ繊維表面活性化は未知であった。そこで TD-NMR を用いて計測した水中 CNF の緩和時間から、高回転数で処理した CNF 表面の水への濡れ性が向上していることが分かった。遊星ボールミル処理によってボールと繊維の摩擦、そして繊維が長手方向に裂けたことによる新生面に新たに OH 基が露出したといえる。この新生面の OH 基は、例えば機能性ナノ粒子との複合化サイトとなり得、短時間・省エネルギーで複合材料創製が可能なサステイナブルな複合化手法確立の基盤となると確信している。

3. 研究発表

<学会発表>

高井千加, 和田雄也, 大矢 豊, 池田純子, 山縣義文, 高崎祐一, 藤 正督, 仙名保, 時間領域核磁気共鳴を用いたセルロースナノファイバーゾルの分散性評価, 第58回粉体に関する討論会, 2021/9/6, オンライン開催

Chika Takai-Yamashita, Yuya Mabuchi, Mamoru Senna, Yutaka Ohya, Masayoshi Fuji, Microstructural and surface properties of mechanically dispersed cellulose nano fiber aqueous sol, MSE2020 online, Friday, 20-09-25

<掲載済>

Chika Takai-Yamashita, Yuya Mabuchi, Mamoru Senna, Masayoshi Fuji, Yutaka Ohya, Yoshifumi Yamagata, Microstructure and surface activity of mechanically-dispersed cellulose nanofiber aqueous sol, *Cellulose* volume 28, pages775–785 (2021)

Chika Takai-Yamashita, Junko Ikeda, Yuya Wada, Yutaka Ohya, Yoshifumi Yamagata, Yuichi Takasaki, Masayoshi Fuji, Mamoru Senna, Change in the dispersion states of short-length-cellulose nanofibers upon dilution, *Cellulose*, accepted