

2023年度（第19回）研究助成報告

研究題名	世界で活躍する機能性繊維を食品系産業廃棄物から - セルロースナノファイバー (CNF) への資源化技術開発 -
研究期間	2023年4月1日～2024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. 研究成果の概要

本研究の目的は「食品系加工残渣からセルロースナノファイバー (CNF) 創製の資源化・構造評価・品質安定化技術確立」である。CNF はセルロースを含む木材などを原料とし、漂白・抽出といったセルロース以外の成分を除去するパルプ化工程と、機械的・化学的処理により繊維径 100 nm 以下に解く解纖工程から成る。水中で粘性のある流体を形成し、低濃度でも高粘度を示すとともに、グルコース由来の水酸基を多く持っていることから、様々な異種材料との複合化が可能となる。CNF を機能性材料として用いるためには、どのような原料から作った CNF がどのような構造を持ち、どのような性質を発揮するか、をミクロ～マクロな視点で明らかにする必要がある。本研究では、ビール製造過程で排出される麦芽加工残渣、エゴマ油搾取過程で排出されるエゴマ加工残渣、寒天製造過程で排出される海藻テングサの加工残渣を原料とし、CNF への資源化工程を検討し、その構造評価、品質安定化技術の確立を目指した。これにより、CNF の活躍が期待できる分野をより拡大できると期待できる。

2. 助成期間内での研究成果の概要

本研究では以下の三点について検討したので報告する。

- 資源化技術**：各加工残渣を漂白・酸塩基抽出処理によりセルロース以外の成分を除去後、機械的にナノサイズに解纖する条件を決定した。寒天残渣を例に挙げると、漂白、塩基抽出の後、再度漂白処理することに加え、処理前に粉碎工程を加えることで、不要成分の除去が進行することが、赤外分光光度計 (FT-IR) によるリグニン由来成分の消失、X 線回折 (XRD) によるセルロース結晶由来の増加、加熱重量減少 (TG-DTA) による低分子化合物の減少により確認した。
- 構造評価技術**：各加工残渣の各処理工程が、細胞表面のセルロースやヘミセルロース、リグニンなど化合物の除去にどのような影響を与えており、顕微鏡観察を併用して明らかにするとともに、加工残渣間でどのような違いがあるかを整理した。例えば木片は、リグニンを豊富に含むため漂白処理を入念に行う必要があるが、寒天残渣はリグニンが少ないので穏やかな条件で促進させることができる。麦芽や荏胡麻残渣は外殻が硬く処理が進行しにくいため粉碎処理とともに高圧処理をするなど工夫が必要であることが分かった。
- 品質管理技術**：100 nm 以下の繊維径を持つ CNF は、水中で繊維同士が絡まり合い、粘性のある流体を形成する。特徴的なレオロジー特性としてチキソトロピー性を持つ。そして、これらの特徴は複合体など機能性材料として用いる際に重要な性質となる。しかし、CNF は経時変化を起こすため、品質管理が必要である。CNF の構造をミクロ～マクロで知るためには、各スケールにおいて適した評価手法を選択する必要がある。例えば、サブミクロンスケールのマクロな構造はレオロジー、ナノスケールは繊維径、さらに小さなスケールでは結晶性を評価して総合的に判断する。しかし、日々の品質評価として用いるには、これらの分析をすべて行うことは時間・コスト的に難しい。そこで、時間領域核磁気共鳴 (TD-NMR) を用いた分析方法を検討した。

TD-NMR の特徴として、サンプルの固体濃度や粘度に制限がなく、前処理が不要で測定時間が短いことが挙げられる。そのため日々の管理手法として適した測定だと考えた。しかしながら得られた緩和時間変化が何を表しているのかを調べる必要があった。水中に絡まり合って存在するCNF 同士のマクロ構造を、CNF 同士の相互作用を考慮して分析することが可能であることが分かった。これは、レオロジー特性や小角 X 線散乱をベースとした解析ともよく一致し、約 20 秒という短時間の測定で CNF の構造評価が可能となった。

以上のように、本研究では、産業廃棄物、特に食品加工残渣という水分を多く含む廃棄物の処理にコストがかかるだけでなく、乾燥による CO₂ 排出といった環境への負荷が懸念されている課題に対して、これらを原料として新しい材料を作り、それを機能性材料として用いるための評価手法を確立する基盤を作った。今後、これらを機能性材料として用いる際に、マトリックスや添加剤などと CNF との親和性を整理し、どのような原料から作った CNF が、どのような材料や分野に適しているのか、という関係性を明らかにしていく。

3. 研究発表

<招待講演>

1. 高井千加、粉の魅力を引き出すための評価技術、MEET UP CHUBU WORKSHOP 2024 2025 年 1 月 31 日
2. 高井千加、粉の魅力を引き出す粉体評価技術～ナノ粒子から昆虫糞まで～、令和 6 年度 第 2 回微粒子ナノテクノロジー分科会 2025 年 1 月 16 日
3. 高井千加、粉の魅力を引き出す粉体技術、国際粉体工業展東京 2024 年 11 月 27 日
4. 高井千加、粉の魅力を引き出す評価技術～時間領域核磁気共鳴(TD-NMR)を用いて 粉の表面を知る！～、2024 年度第 2 回粉体グリーンプロセス研究会 2024 年 10 月 28 日

<口頭発表およびポスター発表>

1. Chika Takai-Yamashita, Junko Ikeda, Seiji Yamashita, A time-domain nuclear magnetic resonance (TD-NMR) as a tool to characterize larval droppings, 11stNagoya Biomimetics International Symposium (NaBIS) 2024 年 11 月 29 日
2. 長友志絵美、片桐千紗季、館 佳加、高井千加、未利用資源のパルプ化とその工程における構造分析、粉体工学会 2024 年度 秋期研究発表会 2024 年 11 月 26 日
3. Chika Takai-Yamashita, Junko Ikeda, A time-domain nuclear magnetic resonance (TD-NMR) as a tool to characterize surface of variable particles, CRCGP-MSSP2024 2024 年 11 月 18 日
4. 高井千加、粉の魅力を引き出す評価技術—時間領域核磁気共鳴 (TD-NMR) を用いたパン製造工程への展開—、パンシンポジウム 2024 2024 年 11 月 3 日
5. 高井 千加, 池田 純子, 永田 航輝, Kimani Paul, 山縣 義文, 時間領域核磁気共鳴 (TD-NMR) を用いたセルロースナノファイバー (CNF) の評価, 公益社団法人日本セラミックス協会 第 37 回秋季シンポジウム 2024 年 9 月 10 日
6. 高井(山下)千加, 池田純子, 時間領域核磁気共鳴 (TD-NMR) を用いて 粉体の表面を知る！, JASIS2024 最先端科学・分析システム&ソリューション展 2024 年 9 月 4 日
7. 永田 航輝、片桐千紗季、高井千加、食品系廃棄物を原料に用いたパルプ化工程の検討、セルロース学会第 31 回年次大会 2024 年 7 月 11 日
8. 永田 航輝、和田雄也, 池田純子, 高井千加、水分散セルロースナノファイバーの表面改質と評価、粉体工学会春期研究発表会 2024 年 5 月 14 日