ノート

セルロースナノファイバー(CNF)を用いた材料の加工技術開発

岡田　英樹[*]　阿部　淑人[*]　内山　雅彦[*]　笠原　勝次[*]　村木　智彦[*]　小林　豊[**]　磯部　錦平[***]
岡田　喜仁[****]　楚山　智彦[****]　中俣　恵一[****]　田村　篤[****]
根本　純司[****]　込山　英秋[****]　福島　彰太[****]

Development of Shaping Technologies for All-Cellulose Materials

OKADA Hideki[*], ABE Yoshito[*], UCHIYAMA Masahiko[*], KASAHARA Katsuji[*], MURAKI Tomohiko[*],
KOBAYASHI Yutaka[**], ISOBE Kohei[***],
OKADA Yoshihito[****], SOYAMA Toshihiko[****], NAKAMATA Keiichi[****], TAMURA Atsushi[****],
NEMOTO Junji[****], KOMIYAMA Hideaki[****] and FUKUSHIMA Shota[****]

1. 緒　　言

プラスチック材料による海洋汚染が深刻化する中，脱プラスチックの流れが加速し，生分解性プラスチック材料や天然由来の素材への転換が検討され，環境負荷の小さい新素材の開発が進んでいる。北越コーポレーション（株）のグループ会社では，バルカナイズド・ファイバー（Vulcanized Fiber: 以下VF）と呼ばれる天然由来のオールセルロース材料を開発，製造しており，緻密で強靭，絶縁性が高いといった特長を持つことからプラスチック材料の置き換えが期待できるものである。VFは綿や木材パルプを抄紙した原紙を重ね合わせて塩化亜鉛溶液を含浸し，洗浄，乾燥工程を経て得られる。近年，セルロースナノファイバー（Cellulose Nano Fiber: 以下CNF）に注目が集まる中，VFの持つセルロースの微細構造について詳細に調査した結果，パルプ繊維の隙間をCNFゲルが補強するような構造であることが確認され，特徴的な物性が報告された[1)]。

一方，CNFは世界的に用途開発が進んでいるが，製品化まで至っているものは少ない。そこで平成30年度の共同研究事業では，CNFの商品化を目指して，CNFの粒子分散安定機能や木材や紙との親和性を生かした塗料を開発した[2)]。

開発した塗料によるコーティングとVFの新たな加工技術を組み合わせることで新たな植物由来の製品開発が期待できる。

本共同研究では，CNFを含有したオールセルロース材料であるVFの加工技術を開発し，プラスチック材料などの代替としてVFを活用した製品への展開を目指した。

ここでは，VFの加工性を評価するために実施したVFの機械的性質の把握とプレス加工性評価について報告する。

2. 実　　験

2.1　VFの機械的性質の把握

VFの機械的性質（引張強さと引張破断伸び）に及ぼす板厚の影響，引張速度の影響，含水率の影響を把握するために引張試験を行った。試験片はVFのシートから10×180mmに切り出し，23℃，相対湿度50%環境下に24時間以上放置して供試した（以下この条件を標準条件とする）。引張試験には精密万能試験機AG-250kNI（（株）島津製作所製）を用いて，試験を3回行い，その平均値を引張強さと引張破断ひずみとした。

*　研究開発センター
**　下越技術支援センター
***　県央技術支援センター加茂センター
****　北越コーポレーション株式会社

板厚の影響は，0.8，1.0，1.2mmのVFを用いて標準条件で保管し，引張速度10mm/minで試験した。

引張速度の影響は，1，10，100mm/minの引張速度で試験し，板厚1.2mmのものを標準条件で保管して供試した。

また，含水率の影響については，標準条件で保管した後，超純水に浸漬する時間(40，130，300，1440min)を変えて供試した。比較のために110℃で100時間乾燥した試料（絶乾）についても試験を実施した。板厚は1.2mmのものを用い，引張速度10mm/minで試験した。

なお，抄紙機の流れ方向をMD(Machine Direction)，横方向をTD(Transverse Direction)と表記する。

2.2　プレス加工性評価

VFの絞り成形性を把握するために，JIS Z 2247 エリクセン試験方法 に準じて張出し加工時の塑性変形特性を評価した。当該試験は本来金属薄板に対するものであるが，VFが30%程度の湿潤伸びを示すという報告もあり[1)]，金属との比較検討も考慮してこの方法で行うこととした。

試験片のサイズは50 × 50 × 1.2mmとし，標準条件で保管したものを湿潤の影響を確認するために7，22.5，32℃の超純水に0～90min浸漬してから供試した。試験機は高温用エリクセン試験機（（株）広井工機製）を用い，パンチ温度は22.5℃，試験速度は5mm/minとした。試験は3回行い，平均値をエリクセン値とした。

油圧ハンドプレスを用いて簡易プレス実験を実施した。簡易型の製作には光造形3DプリンタForm2（Formlabs製）を使用し，材料としてハイテンプレジンを用いた。型の形状を図1に示す。

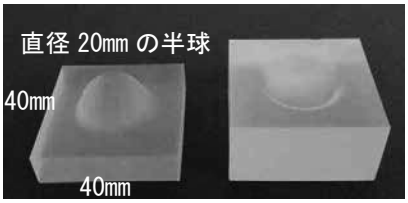


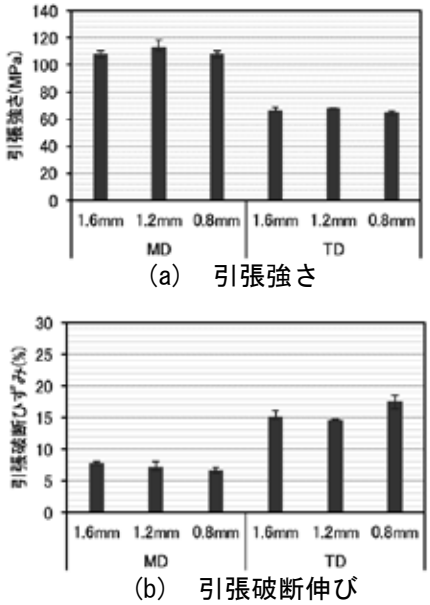
図 1　簡易プレス実験に用いた型形状

試験片サイズは40 × 40 ×1.0mmとした。VFの前処理として，標準条件下で保管したものと30min水に浸漬したものを用いた。

3. 実験結果と考察

3.1　機械的性質の把握

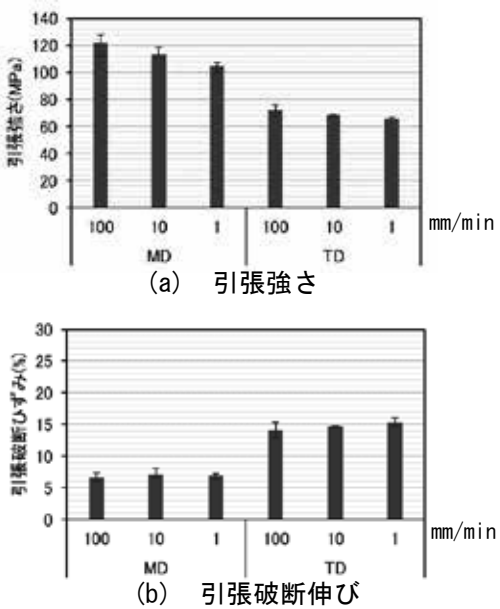
図2に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす板厚の影響を示す。0.8mmのTD方向の引張破断伸びが若干大きいものの，引張強さ，引張破断伸びともに板厚の影響は殆どみられなかった。



(a)　引張強さ

(b)　引張破断伸び

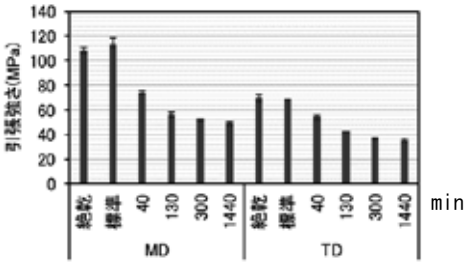
図 2　引張試験結果（板厚）



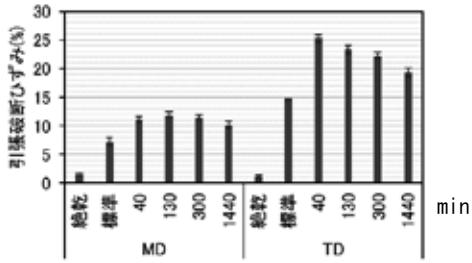
(a)　引張強さ

(b)　引張破断伸び

図 3　引張試験結果（引張速度）



(a)　引張強さ



(b)　引張破断伸び

図 4　引張試験結果（浸漬時間）

製造方向では，MD方向の引張強さはTD方向に対して約1.6倍大きく，引張破断伸びは約半分であり,材料の異方性は大きいことが確認された。

図3に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす引張速度の影響を示す。引張強さは，製造方向に関係なく引張速度が速いほど大きい傾向があった。引張破断伸びは，MD方向では影響はみられないが, TD方向では引張速度が遅いほど伸びる傾向がみられた。

図4に(a)引張強さと(b)引張破断伸びに及ぼす浸漬時間の影響を示す。引張強さは，浸漬時間が長くなると低下するが，引張破断伸びは，標準条件に対して40min浸漬すると1.7倍伸びるようになり，そこからは低下することが確認された。これは引張破断伸びを最大にする含水率が存在することを示唆している。絶乾試料は，標準条件で保管したものに比べて，引張強さが若干小さくなり, 引張破断伸びは2%と大きく低下した。

3.2　プレス加工性評価

図5に7，22.5，32℃の水に浸漬した場合のVFのエリクセン値の変化を示す。水温22.5と32℃での浸漬では，エリクセン値のピークを示すのは45min付近であった。7℃浸漬では60min付近でピークとなり低温ではエリクセン値のピークまでに時間がかかるようである。ちなみに，エリクセン値がピークを示した際のVFの含水率は30%程度であった。それ以上の浸漬を続けるとエリクセン値は徐々に低下していく。

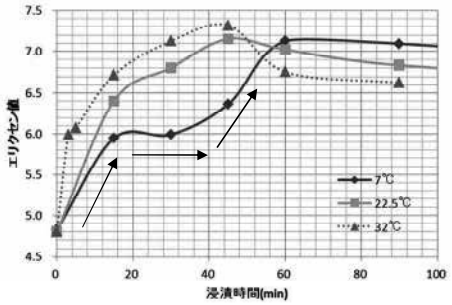
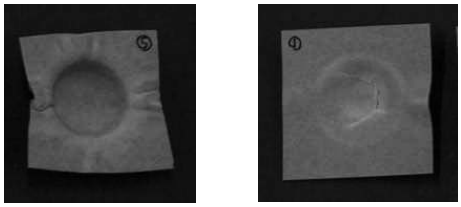


図 5　浸漬時間とエリクセン値の変化



(a)　標準条件　　(b) 30min 浸漬

図 6　簡易プレス実験結果

また,エリクセン値がピークに達するまでに，上昇が鈍る部分がある（矢印で表示）。これについては，前述の引張試験でも同様であり，この傾向は水温が低いほど明瞭である。

今回試験した中では，32℃で45min水浸漬した時のエリクセン値が7.3で最大となった。これは，一般的な金属材料に比べて高いものではないが，VFの伸びには異方性があり，今回の試験時の破断は，全て伸びの小さいMD方向で発生している。TD方向の湿潤伸びはMD方向に比べ2倍程度あることから，この異方性を解消できればさらにエリクセン値を上げ，成形性を高めることができると思われる。

図6に(a)標準条件で保管，(b)水に30min浸漬したものの簡易プレス実験の結果を示す。標準状態で保管したものは，初期段階でVFシートが破れてしまい，形を作ることができなかった。水

に浸漬したものは若干しわがあるものの半球状に形を作ることができた。この簡易プレス実験の結果は機械的性質やエリクセン試験の結果とも一致しており，水浸漬によってVFの引張強さや引張破断伸びが変化したことによって成形ができたものと推定される。

4. 結　　言

(1) 機械的性質に及ぼす板厚，引張速度，水浸漬時間の影響について調査した。その結果，材料には異方性があり，水浸漬時間の影響が大きいことがわかった。

(2) エリクセン値に及ぼす水浸漬時間の影響を把握し，簡易プレス実験を実施して，VFのプレス成形性について検討した。

参考文献

1) 根本純司ら，“セルロースナノフィブリルで接着されたオールセルロース材料の解析”，紙パ技協誌，Vol. 72，No. 9，2018，pp. 1042-1049.

2) 岡田英樹ら，“セルロースナノファイバー(CNF)を利用した表面コーティング剤の開発”，工業技術研究報告書，No. 48，2019，pp. 84-86.