

(様式第 5 号)

小角 X 線散乱測定によるセルロースナノファイバー分散系の 構造解析

Structural analysis of cellulose nanofiber suspensions by using small-angle X-ray scattering

巽 大輔
Daisuke Tatsumi

九州大学 大学院農学研究院
Faculty of Agriculture, Kyushu University

- ※ 1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※ 2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後 2 年以内に研究成果公開（論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表）が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※ 3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※ 4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より 1 人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

セルロースナノファイバーサスペンションの小角 X 線散乱（SAXS）測定を行った。サスペンションの SAXS プロファイルを Debye-Bueche プロット ($I^{-1/2}$ vs q^2) で示したところ、得られた相関長 a はナノファイバーの幅を表していることが示された。この値は、セルロースの原料によって異なり、また原料に竹さらしクラフトパルプを用いた場合は a の値は加圧により減少することが示された。

(English)

Small-angle X-ray scattering (SAXS) measurements of cellulose nanofiber suspensions have been performed. By fitting Debye-Bueche equation ($I^{-1/2}$ vs q^2) to the SAXS profile of the suspension, it is shown that the correlation length, a , represents the width of the nanofibers. This values were different depending on the raw material of cellulose, and it was shown that the a value was decreased by pressurization when bamboo kraft pulp was used as the raw material.

2. 背景と目的

近年、セルロースナノファイバー（CNF）がその優れた特性のために注目されている。高強度を生かした複合材料への応用事例が多数見受けられるが、そのほとんどが既存の繊維複合材料（FRP）の技術をそのまま転用したものである。これは、CNF 自体および CNF 分散系の性質には未知の部分が多いためである。そこで、本申請研究では、CNF 分散系の構造解析を行うため、シンクロトロン光を用いた小角 X 線散乱（SAXS）測定を行うこととした。

われわれは、これまでにセルロース溶液およびそれから調製したゲルについて SAXS 測定を行い、溶液あるいはゲルの物性を大きく左右する数十 nm オーダーの構造を明らかにしてきた[1]。これらの値は相関長とよばれ、溶液やゲルの場合は構成要素のネットワーク密度と高い相関がある。これらの成果をふまえ、CNF 分散系について、その相関長を SAXS 測定により検討することにした。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

セルロース試料として、木材由来の微結晶セルロース（MCCs: funacel II、フナコシ(株)）および竹さらしクラフトパルプ（BBKPs、中越パルプ工業(株)）を用いた。これらを、水中カウンターコロジヨン（ACC）法を用いてナノ微細化した[2, 3]。

5. 今後の課題

今回は、セルロース試料の原料の違いおよびサスペンションへの加圧の有無がパラメータであったが、今後はさらに他のパラメータ（ACC 衝突回数、サスペンション濃度、原料）を変えながら測定を行う予定である。

6. 参考文献

1. Tamai, N., Aono, H., Tatsumi, D., Matsumoto, T., *Nihon Reorogi Gakkaishi*, **31**, 119-130 (2003).
2. Kondo, T., Morita, M., Hayakawa, K., Onda, Y., US Patent 7,357,339 (2008).
3. Kondo, T., Kose, R., Naito, H., Kasai, W., *Carbohydr. Polym.*, **112**, 284-290 (2014).

7. 論文発表・特許（注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果）

第 69 回日本木材学会大会（2019 年 3 月 14 日～ 16 日、函館）にて発表。

8. キーワード（注：試料及び実験方法を特定する用語を 2～3）

セルロースナノファイバー、小角 X 線散乱、サスペンション

9. 研究成果公開について（注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文（査読付）発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください（2018 年度実施課題は 2020 年度末が期限となります）。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文（査読付）発表の報告 （報告時期：2021 年 3 月）