

(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 (II)

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

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）

セルロース系不織布およびシート（セロハン）の小角 X 線散乱（SAXS）測定を行った。不織布の SAXS プロファイルは 2 種類に大別できた。いずれも小角側では同一のプロファイルに漸近したことから、より大きなオーダーでの構造に差異はないと考えられた。一方、広角側でのプロファイルの立ち上がりは空隙による散乱と考えられ、不織布の原料となる繊維を調製する際の溶媒の違いが空隙構造に影響を与えている可能性が示唆された。セロハンでは、製造条件による違いは見られず、プロファイルの広角側での立ち上がりはより顕著であった。

(English)

Small-angle X-ray scattering (SAXS) measurements of the cellulosic non-woven fabric and sheets (cellophane) have been performed. The SAXS profiles for non-woven fabric can be categorized into two types. As each profile approached to the one curve on the low q range, there should be no difference in the structure in the larger scales. On the other hand, the rising profile on the high q range is attributed to the scattering from voids, suggesting that the difference in the solvents used to prepare the fibers as the raw material of the non-woven fabric may affect the void structure. In the cellophane's profiles, no difference was found depending on the manufacturing conditions, and the rises on the high q range of the profile was more remarkable.

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。CNF の高強度特性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 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。本年度の第 II 期の利用では、CNF サスペンションの SAXS 測定を行った。

今回（第 III 期）は、CNF データの対照としてセルロース系材料の基礎データを収集するべく、既存のセルロース系材料の SAXS 測定を行った。用いた試料は不織布（繊維の集合体）およびシート（分子の集合体）であり、サイズの CNF は両者の中間に位置すると考えられる。

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、不織布およびシートを用いた。シートは、いわゆるセロハンである。製造条件の異なる不織布を23種類、シートを10種類用いた。

上記の不織布およびシートをホルダーに固定し、BL11において $E = 8.0 \text{ keV}$ 、検出にはPILATUS 300kを用いてSAXS測定を行った。なお、カメラ長は2596 mmとした（図1）。得られたSAXS像はFit2Dを用いて円環平均し、 $\log I(q)$ vs $\log q$ のグラフを作成した。

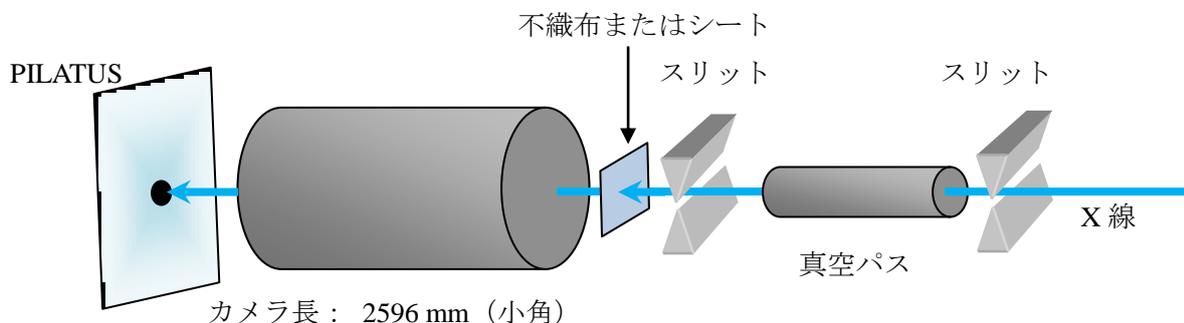


図1 実験レイアウト

4. 実験結果と考察

図2に、各種不織布およびシートのSAXSプロファイルを示す。不織布のプロファイルは2種類に大別できた。左図の赤および黒はそれぞれセルロースを溶解させる溶媒が異なっており、溶媒の違いがプロファイルに影響していることが示唆された。なお、いずれのプロットも小角側ではほぼ一本の曲線に漸近していることから、より大きなオーダーでは構造に差異はないことが示唆される。また、広角側 ($\log q = 0$ 以上) でのプロファイルの立ち上がりはvoidによる散乱と予想され¹⁾、溶媒の差異がvoid構造に影響を与えていることが考えられる。

一方、シート（図2右）では、用いた10種類のセロハンでほぼ同じプロファイルを示した。シートのプロファイルは、小角側で不織布のそれとほぼ同様の値を示し、広角側で曲線の立ち上がりがより顕著となった。

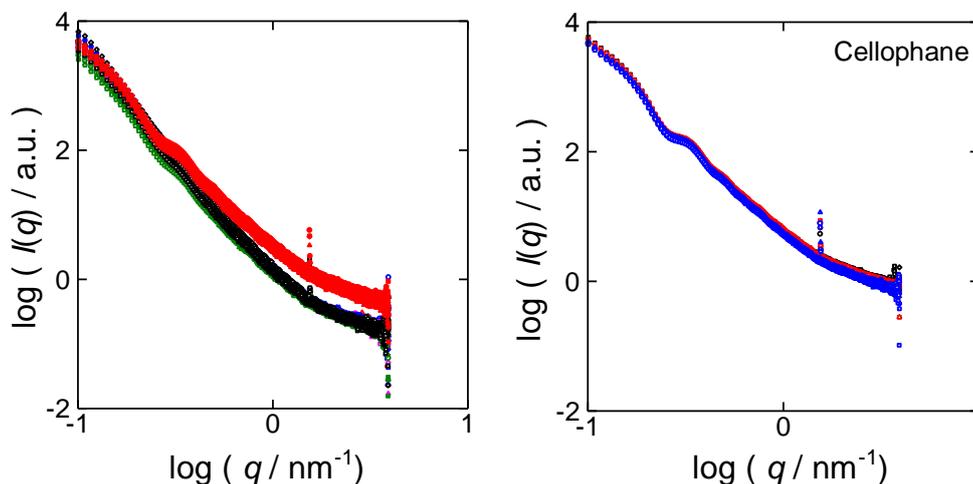


図2 各種セルロース不織布（繊維；左）およびシート（セロハン；右）のSAXSプロファイル

5. 今後の課題

今回は、CNFデータの対照とするべく、既存のセルロース系材料（不織布およびシート）のSAXS測定を行った。今後はこれをふまえて、CNFについてパラメータ（微細化の程度、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) Alexander, L. E., 高分子の X 線回折, 浜田文将, 梶 慶輔 訳, 化学同人, 京都, (1973)

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)

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)

不織布、セロハン、小角 X 線散乱

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)