



セルロースナノファイバー分散系の小角散乱による構造解析

山本勝宏^{1,2} 佐竹好輝¹

1 名古屋工業大学大学院工学研究科, 2 名古屋工業大学フロンティア研究院

キーワード：小角散乱, セルロースナノファイバー

1. 背景と研究目的

セルロースは、最も賦存量が多い天然の有機物であり、主として植物が光合成で二酸化炭素を固定化して作り出される。そのため、利活用の際に大気中の二酸化炭素濃度を向上させないカーボンニュートラルな素材として期待されている。ここ数年、微細化技術の発展とともにより細く加工できるようになったセルロースは、高吸着性や透明性、界面活性および高分散性などの性質を有する高機能素材となった。この様なセルロースはセルロースナノファイバー（以下 CNF）と称され、CNF の市場性は 1 兆円（2030 年）と見込むなど、様々な産業に貢献できる新規素材として着目されている。本課題では、水に分散した CNF の構造解析および分散状態の解析として小角散乱法を用いて評価することを目的とする。従来ナノファイバー化は電子顕微鏡観察などにより行われているが、小角散乱法は水に分散した状態をありのままに観察できることなど大きなメリットがある。

2. 実験内容

結晶性セルロース原料（旭化成セオラス 101）を 2 wt% の濃度の水分散試料を調整し、吉田機械興業社製のナノヴェータ®を用いて 150 MPa で解繊することで CNF ナノファイバーを得た。水分散 CNF 試料（2 wt%）を小角散乱専用セル（厚み 0.8 mm、カプトン膜窓）に充填し、あいちシンクロトロン光センターの BL8S3（カメラ長 4 m、波長 0.15 nm、X 線検出器 Pilatus 100K）で小角散乱測定を行った。

3. 結果および考察

Figure 1 に解繊処理することで水に分散した CNF の小角散乱プロファイルを示した（上）。解繊前の結晶性セルロースを分散させた場合は、すぐに試料が沈殿する。その上澄み液の散乱プロファイルも参照として示す（Fig.1 の下プロファイル）が、こちらはほとんど散乱は観測されない。今回の観測条件では BL8S3 の最長カメラ長で、観測 q （散乱ベクトルの大きさ）レンジは $0.03 \text{ nm}^{-1} < q < 0.7 \text{ nm}^{-1}$ であった。この範囲で、まず小角側を見ると、散乱強度が q^{-1} に比例する領域が観測されている。より小角側の観測も必要ではあるが、繊維状の散乱体が存在していることを意味する。また狭い範囲であるが、散乱強度が q^{-2} に比例する領域も観測されたことから、あるサイズスケールでは板状構造に見える領域もあることが示唆され、“きしめん”状の構造をしていることが示唆される。繊維直径は約 100 nm 程度であることが解析によりわかった。より広角側の散乱強度は q^{-3} に比例し、ファイバー表面は入り組んだ状態（表面フラクタル次数 3）となっていることがうかがえる。

本実験は、あいち重点研究プロジェクト第 II 期モノづくりを支える先進材料・加工技術開発プロジェクトにおいて遂行したものである。

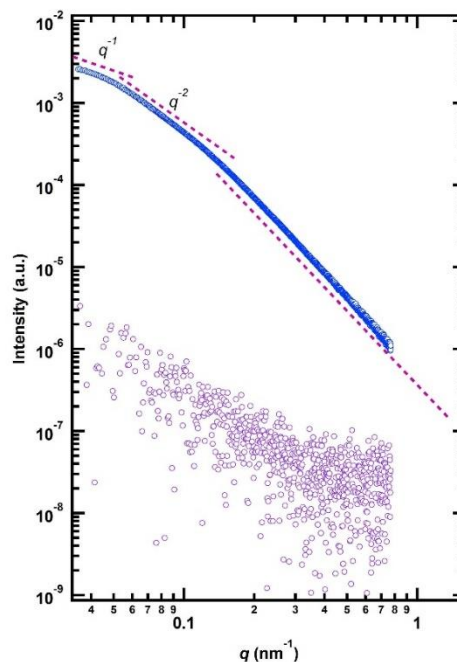


Fig.1 SAXS profiles of CNF in water (upper) and water (bottom)