

## 2022年度 新産業創出研究会「研究成果報告書」

### 「超軽量・高強度セルロース（CNF）繊維を実現する高配向繊維紡糸ノズルの開発」

[岡山大学 副理事・教授] [林 靖彦]

[化繊ノズル株式会社・所員] [亀山 龍仁]

#### 1. はじめに

バイオマス資源であるセルロースナノファイバー（CNF）は、（１）軽量で高強度、（２）熱変形が小さい、（３）比表面積が大きい、（４）透明性が高い、（５）チキソエントロピー性を持ち、（６）ガスバリア性を発現するといった多様な特性を備えている。図 1 に、他の材料との比較を示す。他の材料に比べ、CNF は「堅く、強い」といった特長を有している。このため、これらの特長を活かし、塗料から食品、化粧品、電気・電子部品や筐体、自動車部材、建材など、CNF を基材としたマルチビジネスに展開することが期待されている。CNF のマルチビジネスを実現するため、CNF 本来の特性を最大限引き出す、製造プロセス技術の開発が不可欠である。

多くの企業は、CNF を樹脂に混ぜ合わせる技術が基盤となっているが、CNF は疎水性である樹脂に均一に分散させることが非常に難しい材料で（水と油を混ぜるような難しさがある）、樹脂内での CNF の凝集、配向性、長さなど、仕様に明記できる再現性・信頼性が望めない。さらに、CNF 製品の「品質保証」、「品質管理」の面で課題となる。

本研究では、「混ぜ合わせる」を脱却し、CNF 繊維（糸）を基本材料として、これを使った製品化につなげる。CNF 繊維は、炭素繊維強化プラスチック（CFRP）の炭素繊維（トウ）のような基本材料として捉えることができ、織物（ファブリックやクロス）につながり、この織物に樹脂を含浸させたシート状中間素材「プリプレグ」の製造ができ、CNF の分野においても炭素繊維と同様なプリプレグ方式がメインとなる大きなきっかけにもなると期待される。

#### 2. 概要

先行技術により CNF 繊維を製造する際、以下の課題がある。

##### 課題（ア）

これまでに、図 1 に示すように「湿式紡糸」により CNF 繊維の連続製造が報告されている。この方法は、濃縮した CNF 溶液をシリンジから凝固を促進する溶液に射出して繊維化する。しかし、射出時に人為的に CNT を配向させるプロセスが導入されていないため、図 5 に示すように、CNF 単繊維の機械強度の向上が見込めない。

##### 課題（イ）

CNF 溶液をシリンジから凝固を促進する溶液に射出するため、CNF 繊維の繊維径を均一にすることができない。さらに、細径化することが困難であり、繊維径  $10\mu\text{m}$  以下 CNF 繊維の製造が困難である。

### 課題 (ウ)

図 1 の先行技術で示すように、凝固液に浸漬することで CNT 繊維を製造するため、CNF 繊維の高速製造が困難である。

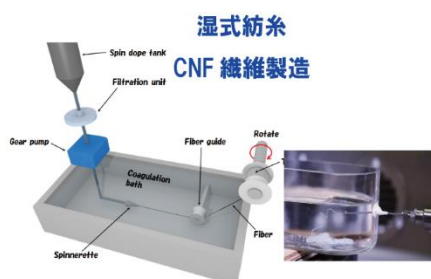
### 課題 (エ)

(ア) および (イ) のため、CNF 繊維の機械特性の向上が困難である。

本開発は、最初に CNF 繊維を製造し、これを基本材として CFRP の炭素繊維の場合と同様なプロセスにより、製品製造につなげる。このために、CNF を一方向に配向させた CNT 繊維を製造する「2 流体紡糸ノズル」の設計・試作を行った。本研究で開発するノズルのイメージを図 1 に示す。

ナノレベルまで細分化し均一にした CNF 分散濃縮集液をノズルに投入し、均一分散を維持した状態でノズル先端に送り込む。そこに、外周から高速で CNF 繊維の凝固液を流し込み (2 流体ノズル)、高速の流動場 (伸長流) を誘起し CNF を流れの方向に配向させつつ、アセトンの拡散により凝固させ CNF 繊維を連続製造する。

## 先行技術



## 本研究開発製品

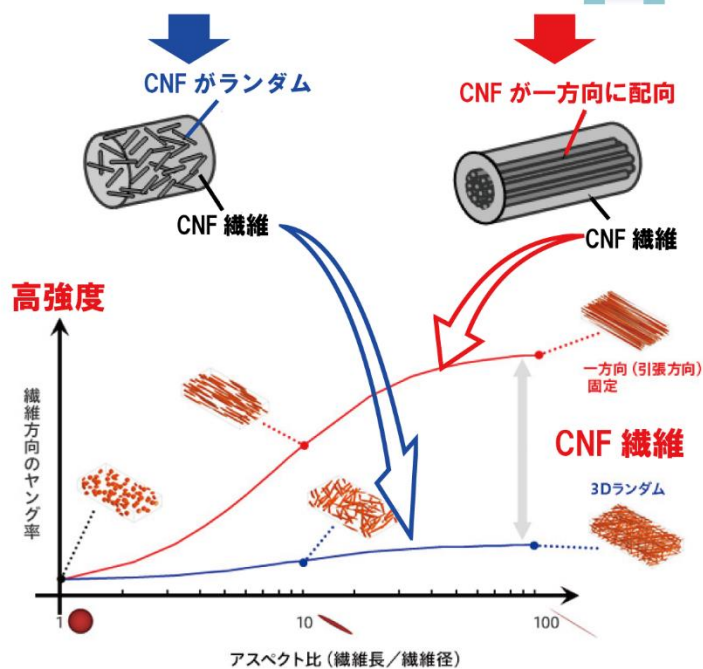
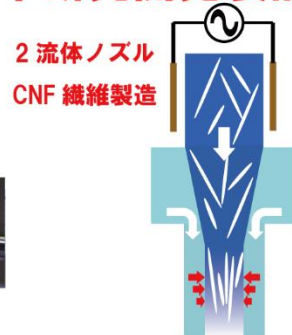


図 1. 先行技術と本研究開発技術との違いおよび CNF 繊維の強度の与える影響

## 3. 研究成果および今後の課題

### (1) 研究成果

<成果 1> 高配向 CNF 繊維を作製するため、(株) 化繊ノズル製作所と共同で半年弱かけて 2 流体紡糸ノズルの設計・試作を行った (図 2)。ノズルからの全体の吐出量、射出速度、セルロース繊維の線速度などを決め、流体シミュレーションも活用して設計そして試

作を行った。

〈成果2〉市販の疎水改質 CNF 分散液は、分散安定しているが、機能発現にはさらに安定した孤立分散が必要である。これまで、CNF 分散液に、高圧「ホモジナイザー」で機械的解繊により孤立分散を行っていた。しかし、CNF を粉碎したり、欠陥が発生し、本来の物性を引き出すことが困難であった。このため、液体同士を混ぜ合わせる際に使われる超高速「ホモキサー」を利用し、これにより CNF の孤立分散を促進した。

ホモキサーにより孤立分散した CNF 分散液を用い、成果1で試作した2流体紡糸ノズルで CNF 単繊維の作製を開始した。分散濃縮集液をノズルに投入し、そこに、外周から高速で凝固液であるアセトンをし込み（2流体ノズル）、流動場（伸長流）を誘起し CNF を流れの方向に繊維配向させつつ CNF 単繊維の配向制御の条件最適化（現在進行中）を行い、外内層流の制御が CNF の繊維配向に影響していることを明らかにした。また、CNF 単繊維断面から、CNF 繊維の配向性も確認した。これにより、ひずみが2-3%で引っ張り破断応力130MPaまで実現したが、500MPa以上の目標へは紡糸条件を最適化する必要がある。



図2. 試作したノズルの写真

## (2) 今後の課題と解決策

以下に、これまでに明らかになった課題と、その解決方針を示す。

- ✓ 2流体ノズルへの溶液導入の仕組みが不十分なため、突出する CNF 径の均一性に課題がある。
  - プランジャーポンプを新規に導入して解決する。
- ✓ 流動場（伸長流）を誘起、CNF の高配向化を促進する流動場（伸長流）を誘起条件の最適化ができていない
  - 引き続き紡糸条件の最適化を実施し解決する。
- ✓ CNF 繊維の乾燥過程で収縮が発生する課題がある。
  - CNF 繊維の収縮を抑制する乾燥システムの検討を行っている。

## 4. おわりに

高配向 CNF 繊維を作製するため、2流体紡糸ノズルの設計・試作を行った。そして、ホモキサーにより孤立分散した CNF 分散液を用いて CNF 単繊維を作製し、紡糸条件が CNF の繊維配向に影響していることを明らかにした。ひずみが2-3%で引っ張り破断応力130MPaまで実現した。引き続き、化繊ノズル株式会社と連携を深め、試作品の他用途への応用を検討していく。

## 5. 本研究の今後の計画

引き続き紡糸の最適条件を探り、CNF の高配向化を促進し、高強度 CNF 単繊維の実現を目指す。そして、CNF 単繊維連続製造プロセスにつなげるため、ラボスケール製造からのスケールアップを検討する。さらに、セルロースにカーボンナノチューブ (CNT) をフィラーとして導入した分散液を用いて、2 流体紡糸ノズルでセルロース繊維に導電性を付与したり、高機能化を図っていく。また、CNF 以外の CNT 繊維など、2 流体紡糸ノズルを他の材料へも応用していく。

## 6. その他

(1) 出願特許 (タイトル・出願番号・発明者・特許権者など)

現時点ではなし

(2) 投稿論文 (タイトル・学会名等)

現時点ではなし

(3) 本研究会の参加企業・団体名

化繊ノズル株式会社 (岡山県井原市東江原町 838)



この報告書は、競輪の補助により作成しました。

<https://jka-cycle.jp>