

Application News

No. A611

光吸収分析

孤立分散型セルロースナノファイバー (CNF)の修飾官能基評価

■はじめに

セルロースは、植物細胞壁の主成分である多糖類の一種です。中でも繊維径4~100 nm、長さ数 μ m程度、アスペクト比100以上のセルロースをセルロースナノファイバー(Cellulose Nanofiber: CNF)と呼び、最先端のバイオマス新素材として注目されています。CNFは、軽量かつ高強度であることに加え、高いガスバリア性や吸着性、透明性などの優れた機能を持ちます。また、植物繊維由来であることから生産や廃棄に関する環境負荷が小さい素材であり、今後、自動車部材、電子材料、包装材料等への応用が期待されています。

アプリケーションニュースNo.A579ではネットワーク型CNFの修飾官能基の評価を紹介しました。今回は、孤立分散型CNFの修飾官能基をフーリエ変換赤外分光光度計IRSpirit™を用いて評価した例をご紹介します。

K.Maruyama, K.Kawahara

■セルロースナノファイバー(CNF)とは

CNFには大きく分けて孤立分散型とネットワーク型があります。ネットワーク型は繊維径20~100 nm程度で、機械的解繊によって製作されます。一方、孤立分散型は繊維径3~5 nm程度で個々の繊維が分散しており、中でも、TEMPO(2,2,6,6-tetramethylpiperidine-1-oxyl)触媒酸化と呼ばれる化学反応と軽微な機械処理を組み合わせることによりナノメートルサイズにまで解きほぐされたものをTEMPO酸化CNF(TOCN)と呼びます。TEMPO酸化CNFは3~4 nmの均一な繊維径を有し、溶液中における分散性と透明度の高さが特徴です。

TEMPO酸化触媒によりネットワーク型CNFについての修飾官能基CH₂OHがCOO⁻に変わります。模式図を図1に示します。親水基が疎水基に変わるため、疎水性である樹脂との混練が可能になります。これにより樹脂やゴムとの複合材料や塗料など工業用として広く活用されることが期待されています。

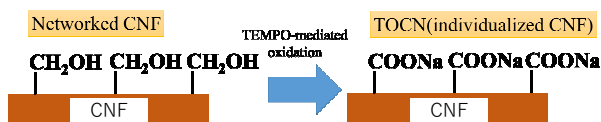


図1 TEMPO酸化触媒による修飾官能基の変化

■CNFの修飾官能基評価

孤立分散型CNFとしてTEMPO酸化CNFフィルムを用いました。ネットワーク型CNFである木質由来CNFフィルムとカルボキシメチルセルロース(CMC)フィルムを用いて比較を行いました。

図2に官能基評価に用いたフィルム状サンプルの外観を、表1に今回測定したサンプルおよび修飾官能基をそれぞれ示します。これらを図3に示すフーリエ変換赤外分光光度計IRSpirit-Tを用いてATR法で測定しました。ATR法では、図4のようにプリズムにフィルムを密着させて測定します。

表1 サンプルと修飾官能基一覧

サンプル名	原料	修飾官能基
(a) TEMPO酸化CNF	セルロース	カルボキシ基
(b) 木質由来CNF	セルロース	ヒドロキシ基
(c) CMC	カルボキシメチルセルロース	カルボキシメチル基

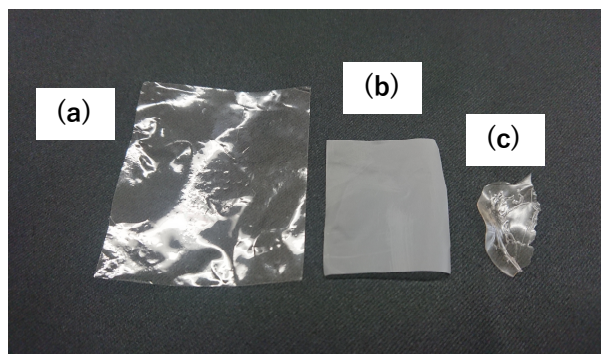


図2 フィルム状サンプルの外観
(a)TEMPO酸化CNF、(b)木質由来CNF、(c)CMC



図3 IRSpirit™シリーズ用1回反射ダイヤモンドATR付属装置QATR™-Sを装着したフーリエ変換赤外分光光度計IRSpirit™-T

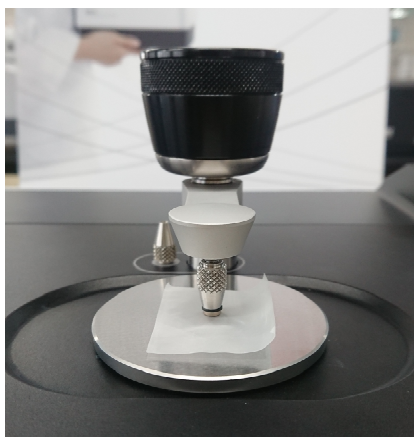


図4 ATR測定の様子

表2 測定条件

使用装置	: IRSpirit-T (KBr窓板) QATR-S (広帯域ダイヤモンドプリズム)
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 20回
アボダイズ関数	: Happ-Genzel
検出器	: DLATGS

測定条件を表2に、測定結果を図5に示します。各サンプルの赤外スペクトルには、3,600～3,200 cm⁻¹にO-H伸縮振動、1,100～900 cm⁻¹にC-O伸縮振動に由来したセルロースのピークが確認できます。また、TEMPO酸化CNFとCMCでは、カルボン酸塩のCOO⁻逆対称伸縮振動に由来したピークが1,600 cm⁻¹付近に確認できます。図6に木質由来CNFのスペクトル検索結果を示します。木質由来CNFはセルロースのライブラリスペクトルと一致しています。このようにFTIRを用いると官能基を簡単に調べることができます。

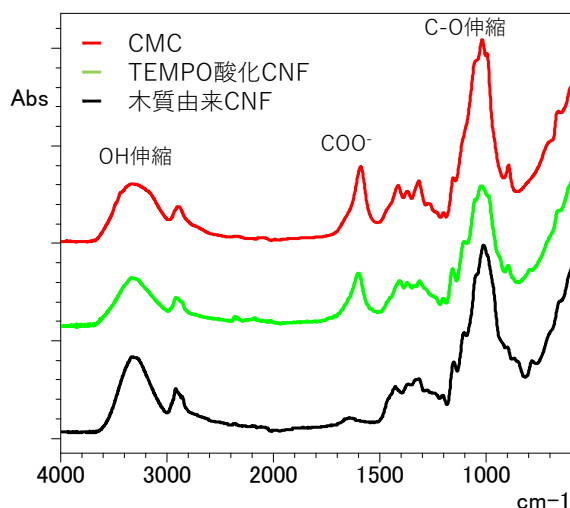


図5 各セルロースの赤外スペクトル

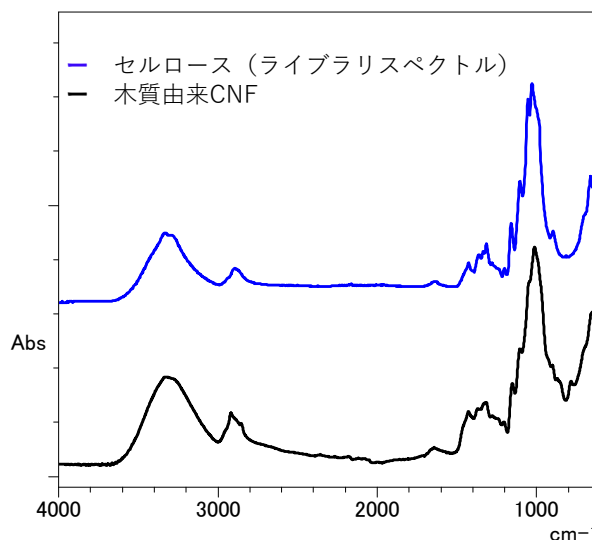


図6 木質由来CNFの検索結果

■まとめ

孤立分散型CNFについて修飾官能基をFTIRによるATR法で評価しました。孤立分散型であるTEMPO酸化CNFおよびCMCと、ネットワーク型の木質由来CNFでは修飾官能基が異なることがわかりました。特に孤立分散型CNFはカルボキシ基を有しており、木質由来CNFはセルロースのライブラリスペクトルと一致していることが簡便に確認できました。

<謝辞>

本測定を行うにあたりサンプルおよびCNFに関する知見を東京大学 磯貝 明教授よりご提供いただきました。この場をおかりして、厚く御礼申し上げます。

IRSpiritおよびQATRは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマーク、およびロゴは各社の商標および商標登録です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2020年1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ IRSpirit

フーリエ変換赤外分光光度計

関連分野

＞ 石油・化学工業

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ