

# CNF の長鎖脂肪酸変成が PP 中での分散性に与える影響

## Effect of long-chain fatty acid modification on the dispersibility of CNF in PP

(山形大) ○ 高野智也, (正) Sathish K. Sukumaran, (正) 杉本昌隆  
(宮城県産業技術総合センター) (協) 遠藤崇正, (正) 推野敦子, (正) 佐藤勲征

The improvement of the mechanical strength of commodity polymers by the addition of cellulose nanofibers (CNF) has fallen short of initial expectations. One reason is the difficulty of adequately dispersing the hydrophilic CNF in a hydrophobic polymer such polypropylene (PP). To make the CNF more hydrophobic, we have modified it using long chain fatty acids. In this work, we have investigated the effect of varying the degree of fatty acid substitution on the dispersibility of CNF in PP and the mechanical strength of the nanocomposites.

Keywords: CNF, hydrophobicization

### 1. 緒言

セルロースナノファイバー (CNF) 複合材料は軽量かつ高強度化が期待されている。しかし、親水性である CNF は、プラスチックに添加しても図 1 のように水素結合による自己凝集により、分散させるのは困難である。分散性が悪いと、CNF 複合材料の強度向上は見込めない。

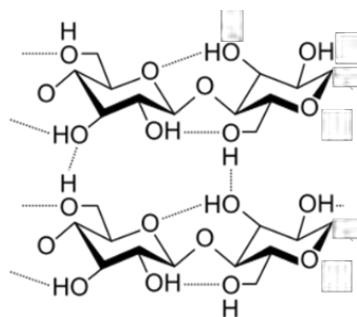


Fig. 1 Scheme of self-aggregation by hydrogen bonding of CNF

そのため CNF を疎水化処理し、プラスチック中での分散性を向上させる研究は数多くされており、疎水化処理した CNF を添加することで樹脂の引張強度が向上したという結果が報告されている。<sup>[1-2]</sup>

しかし、CNF は疎水化処理のコストを含めると従来の強化繊維に比べコストが高い。本研究では、CNF の疎水化処理に比較的安価な長鎖脂肪酸であるステアリン酸を用いて、疎水化処理が CNF の PP 中への分散性に与える影響を報告する。

### 2. 実験方法

#### 2.1 CNF 疎水化処理

サンプルとして CNF (機械解繊処理)、ステアリン酸 (純度: 95.0+%) を用いて、攪拌温度 40°C で変成反応を行った。

#### 2.2 FT-IR 測定

フーリエ変換赤外分光計 (FT-IR-460plus, 日本分光株式会社製) を用いて、CNF のステアリン酸変成を確認した。測定は ATR 法、積算回数は 512 回で行った。またスペクトルの比較のため、グリコシド結合の非対称伸縮振動ピーク ( $1050\text{cm}^{-1}$ ) を基準とした。

#### 2.3 PP/CNF 作製

ポリプロピレン (PP) (MFR=8, 230°C) に未変成 CNF, 変成 CNF を 1wt% 添加し、二軸混練機 (Xplore15, レオ・ラボ株式会社製) を用いて PP/CNF ブレンドを作成した。混練は、温度 190°C, 回転数 30rpm で PP と CNF を同時に投入後、100rpm に回転数にて 10 分間混練した。

\*Tomoya Takano, Sathish K. Sukumaran, Masataka Sugimoto, Yusaku Shidara  
Graduate School of Organic Materials Science, Yamagata University  
\*4-3-16 Jonan, Yonezawa, Yamagata, 992-8510, Japan  
Tel: 0238-26-3058, Fax: 0238-26-3411  
Email: sugimoto@yz.yamagata-u.ac.jp

## 2.4 分散性評価

PP/CNF における CNF の分散状態を評価するため、透過光学顕微鏡(BH-2, Olympus 株式会社製)を用いて試料観察を行った。観察倍率は40倍とし、確認できた CNF 凝集体の面積を測定した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 FT-IR 測定

図2に CNF のステアリン酸変成反応式を示す。CNF をステアリン酸で変成することで、凝集の原因である OH 結合がステアリン酸によって置換され、C=O 結合、CH 結合が増加すると考えられる。

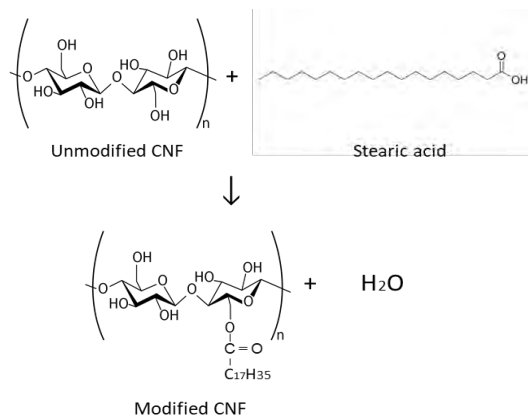


Fig. 2 Reaction scheme for surface modified CNF by stearic acid.

図3に未変成 CNF, 変成 CNF の FT-IR 測定結果を示す。図2よりステアリン酸変成することで OH 結合が減少し、C=O 結合、CH 結合が増加する。測定結果の-OH 伸縮の減少、C=O 伸縮、-CH 伸縮の増加からステアリン酸が CNF に変成できていることが確認できた。

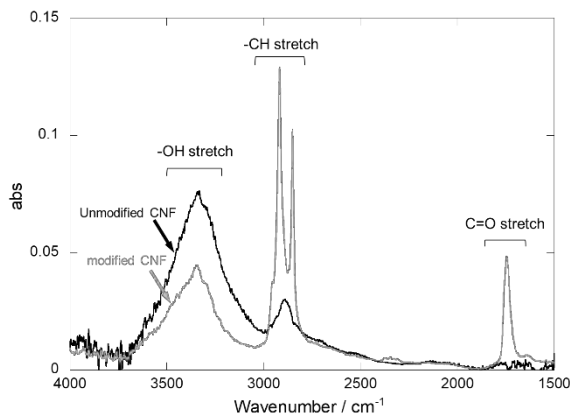


Fig. 3 FT-IR spectra of unmodified and modified CNFs.

## 3.2 分散性評価

未変成 CNF, 変成 CNF の PP 中での分散状態を図4に示す。また、図5に PP 中での未変成 CNF, 変成 CNF の凝集体面積が占める割合を示す。

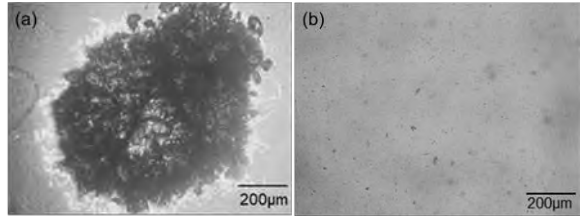


Fig. 4 Optical microscope images of PP/CNF specimens. (a):Unmodified CNF (b):Modified CNF

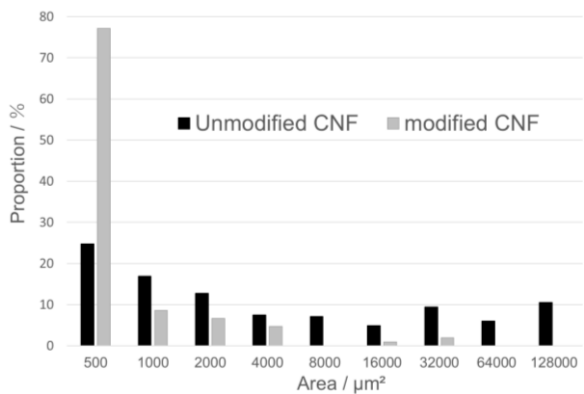


Fig. 5 Histogram of the surface area distribution for aggregates of CNF randomly selected from PP/CNF specimens.

PP/未変成 CNF は巨視的な凝集体が数多く確認できたが、PP/変成 CNF は目視できる凝集体がほとんど見られず、良好に分散していると考えられる。

## 4. 結言

本来 CNF は親水性であるため PP などの疎水性樹脂との分散性は見込めなかったが、比較的安価なステアリン酸で変成することで、PP との良好な分散性を確認することが出来た。今後は PP/CNF の力学強度を測定し、分散性との関係を見ていきたい。

## 参考文献

- 1) 矢野浩之：日本ゴム協会誌, **85**, 376-381 (2012)
- 2) 佐藤明弘：工業材料, **62**, 62-64 (2014)