イオン液体を用いた雑草由来再生セルロース繊維の 開発および特性評価:セルロースパルプ精製度の影響

(京工繊大院・工) 〇樫本 明和、(京工繊大・繊) 岡久 陽子

【緒言】再生セルロース繊維(RCF)は天然セルロースを誘導体化もしくは金属錯体を形成させることによって紡糸する技術であり、環境志向が高まる昨今において再度注目されている。しかし往来の手法となるレーヨン法や N-Methylmorpholine N-oxide を用いたリヨセル法では作製工程における爆発の危険性や溶媒廃液の環境負荷が大きいことが懸念点として挙げられる。そこで 2002 年に温和な条件下でセルロースを溶解し、溶媒回収も可能なイオン液体が発見されて $^{(1)}$ 以降、再生繊維化する動きが活発化し、現在では往来の RCF にも及ぶ高い強度を有している $^{(2)}$ 。しかし、この方法によって作製されたセルロースパルプの精製度が RCF に対してどのような影響を生むかは十分な検討がなされていない。本研究では未利用資源である雑草を原料に α -セルロース率を変化させながらセルロースを精製し、1-Butyl-3-metylimidazolium Chloride (BmimCl) を用いて RCF の開発と特性評価を行った。

【実験】図 1 は本研究の概要図を示す。1)セルロースパルプの作製:メリケンカルカヤ(Andropogon virginicus L.)を京都府高野川にて採取し、60 mesh pass 程度に分級し、脱脂した。これに 6 wt%水酸化カリウム溶液を加えて洗浄(80°C、2 hurs)した後に、水と亜塩素酸ナトリウムと酢酸を 3 回加え(pH=4、75°C)、反応させた。このホロセルロースに 6 wt%水酸化カリウム溶液を加えて加熱(80°C、2 hurs)した。この処理を 1-3 回行いセルロースパルプの精製度合いを変化させた。2) α -セルロース定量:それぞれの試料に 17.5%水酸化ナトリウム溶液を加え、セルロースの純度を測定した。3)紡糸液の調製:脱脂試料、高純度のセルロース試料に BmimCl とジメチルスルホオキシド(DMSO)の混合溶媒(w/w=7:3)を加え、撹拌・溶解させた(100°C、減圧下)。4)紡糸液の観察:偏光顕微鏡(POM、NEO-1600、Nikon Co.)を用いて紡糸液内の溶け残りの有無を確認した。

【結果・考察】 1) α -セルロース率 評価: 脱脂草粉,HC,Cell-1,Cell-2,Cell-3 の α -セルロース率はそれぞれ 30.6,79.8,87.7,90.3,90.1%となった。アルカリの処理行程を増やすことによってセルロースパルプの精製度も上昇した。しかし Cell-2 以降では 90%以上の純度が見込めないことがわかった。2)スピニングドープの作製および観察:表 1 では脱脂草粉および Cell-2 で得た試料をイオン液体混合

溶媒によって溶解した紡糸液の外観とそれを POM によって観察した結果である。Cell-2 の外観はやや 黄色がかった透明であり、セルロースの残存はほぼ確認できなかった。他方で、脱脂試料を溶解させると一部溶解したものの液相は茶色となり、多量の溶け残りを観察した。これは非セルロース成分がセルロースの溶解を阻害していたことが考えられる。当日の発表では異なる α-セルロース率を 有したセルロースパルプから紡糸液の作製と湿式 紡糸による RCF 開発と特性評価を行い、セルロースパルプの精製度の影響を比較・検討を行う。

【参考文献】1) R.P. Swatloski *et al.*, *J. Am. Chem. Soc.*, **124**. 4974, (2002), 2) J. Zhang *et al.*, *J. Appl. Polym. Sci.*, **137**, 48681, (2019)

←粉砕・脱脂

←洗浄

6 wt% KOH aq (80°C, 2 hrus) ←亜塩素酸塩法 (pH=4, 75°C)

<u>ホロセルロース(HC)</u>

←精製処理

6 wt%KOH aq (80°C, 2 hurs)

セルロース-1 (Cell-1)

←精製処理

6 wt%KOH aq (80°C, 2 hurs)

セルロース-2 (Cell-2)

←精製処理

6 wt%KOH aq (80°C, 2 hurs)

セ<u>ルロース-3 (Cell-3)</u>

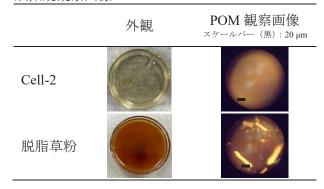
←セルロース溶解 BmimCl:DMSO=6:4 (w/w) (80°C, 2 hurs)

紡糸液

RCF

図1 本研究の概要

表 1 紡糸液(Cell-2, 脱脂草粉)の外観と偏光 顕微鏡観察画像



Preparation and characterization of regenerated cellulose fibers derived weed with ionic liquids; Effect of cellulose purification., Akikazu KASHIMOTO¹ and Yoko OKAHISA²: ¹Graduate school of Science and Technology, Kyoto Institute of Technology, ²Faculty of Fiber Science and Engineering, Kyoto institute of technology, Sakyo-ku, Kyoto, 606-8585, Japan, Tel:075-724-7298, E-mail: m2661018@edu.kit.ac.jp