

〔経常研究 A〕

廃棄綿糸由来ナノセルロース作製の効率化に関する研究

新田恭平

1 目的

繊維廃材の利活用を目的に、廃棄綿のセルロースナノファイバー(CNF)の作製に取り組んでいる。¹⁾ 綿は、植物の中でもセルロース純度が高いため、セルロースの結晶化度も高い。また、綿糸には撚りがかかっているため、通常の植物やコットンと比較してナノ繊維化が困難である。そこで、解繊を効率的に行う上で、セルロースを脆化させるために酵素処理が有効である。²⁻³⁾ 綿糸に対し、セルラーゼ酵素を使用することによって、綿の主成分であるセルロースを分解することができる。ただし、完全に分解すると、グルコースが生成するため、適当な時間で分解反応を停止させる必要がある。また、酵素の濃度や処理時間によって、綿糸の脆化の程度が異なり、ナノファイバー化したのちの特性値などにも影響を及ぼすと推察される。本研究では、酵素処理時間における綿糸の脆化の程度を調べた。

2 実験方法

原料となる繊維廃材中にはポリエステル糸(合成繊維)が約 40%程度混入していた。この繊維廃材を 1 cm 以下に裁断した。繊維廃材または綿糸 80.0 g に対し、水 2000 mL、セルラーゼ粗酵素(エンチロン CM-40L, 洛東化成工業株) 50 mL、pH 調整剤(ブライト BAF CONC, 洛東化成工業株) 10 mL の酵素溶液(全量 2060 mL, pH4)を調製した。この酵素水溶液に綿糸を浸漬し、50℃で 6–72 h 攪拌した(図 1)。攪拌終了後、この試料を目開き 75 μm のふるいにかけて分解物を除去した。残留している酵素を 80℃の熱水に 3 h 浸漬し、失活させた。試料を流水で 10 min 洗浄し、乾燥後の重量変化を測定した。綿糸の形態観察には走査型電子顕微鏡(SEM, SU-3500, 株式会社日立ハイテクノロジーズ)を使用した。繊維廃材中の合成繊維の割合は、綿糸を溶解させ測定した。酵素処理後の試料 0.50 g を 70%硫酸 15 mL に入れ、3 min 加熱し、綿糸を溶解した。残った合成繊維を 5%アンモニア水で中和し、水洗した。乾燥させた合成繊維の重量を測定し、繊維廃材中の合成繊維の割合を算出した。



図1 繊維廃材の酵素処理方法

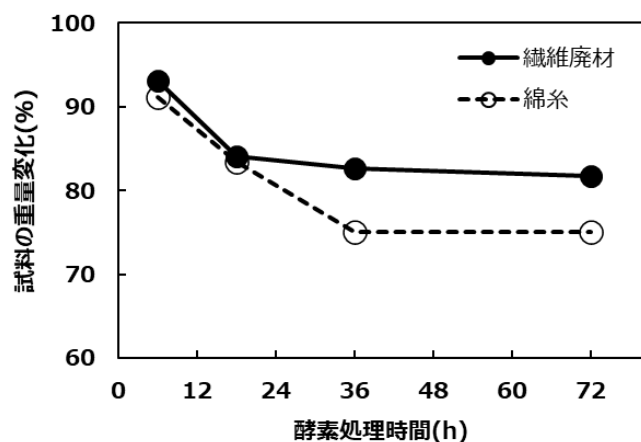


図2 試料の重量変化と酵素処理時間の関係

3 結果と考察

3.1 酵素処理後の試料の重量変化

繊維廃材中の廃棄綿糸に酵素処理を施すことによって、綿糸が毛羽立った(図1)。それぞれの試料において、酵素の処理時間の増加とともに重量の減少が確認された(図2)。繊維廃材は、処理時間6 hでは約7%、18 hでは約16%の重量減少率であった。処理時間36 h以降は、重量減少率約18%であり、ほぼ一定になっていることから、酵素の活性が低下し、その後自然に失活していると考えられる。綿糸は、処理時間6 hでは約8%、18 hでは約17%、36 h以降では約25%の減少であった。繊維廃材にはポリエステル糸が混在しているため、綿糸の割合が少なく、重量減少率も低くなった。図3に、繊維廃材の重量変化と繊維廃材中の合成繊維の存在割合の関係を示す。処理時間が増加するとともに、繊維廃材中の綿糸(セルロース成分)が分解され減量するため、相対的に合成繊維の存在割合が高くなっていることが確認された。処理時間6 hの試料では、合成繊維の存在割合が約39%であったが、18 hでは約42%、36 h以降では約48%以上が合成繊維であることがわかった。

3.2 酵素処理した綿糸の形態観察

図4に、綿糸の形態観察像を示す。酵素処理を施すことによって、分解の進行とともに綿糸の撚りが解消されていく様子が観察された(矢印箇所)。処理時間36 hでは撚りが解消された綿糸が多く観察された。図5に、綿繊維表面の形態観察像を示す。未処理の試料と比較して、いずれの試料も酵素による分解反応によって、綿繊維表面に亀裂が出現した様子が観察された。処理時間の増加とともに亀裂が大きくなっており、36 h処理した試料は、脆化が顕著に進行していた。

4 結論

・酵素処理の重量変化率から、セルラーゼ酵素は反応時間36 hから、活性が自然に失活することが確認された。

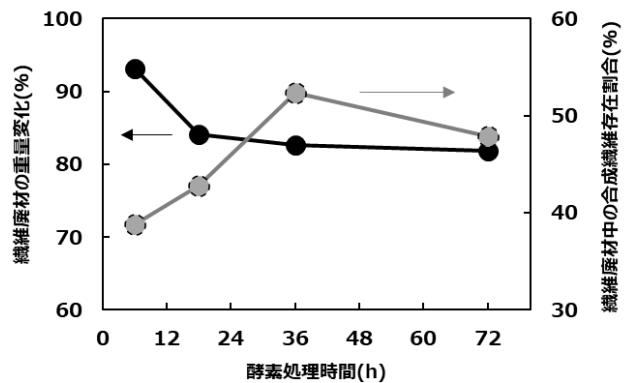


図3 繊維廃材の重量変化と合成繊維の存在割合の関係

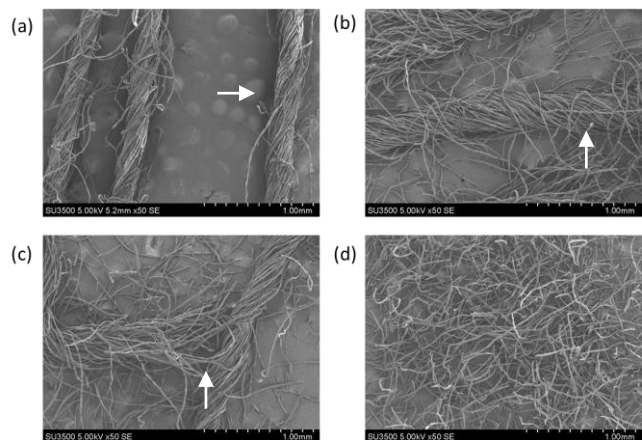


図4 綿糸の形態観察 (a) 未処理, (b) 処理時間6 h, (c) 処理時間18 h, (d) 処理時間36 h

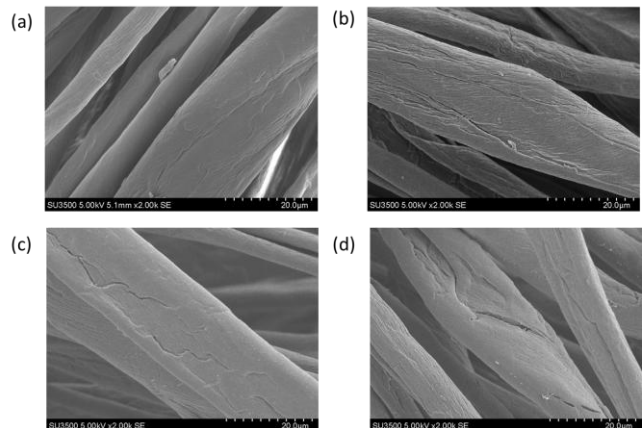


図5 綿繊維の形態観察 (a) 未処理, (b) 処理時間6 h, (c) 処理時間18 h, (d) 処理時間36 h

・綿繊維の表面状態から、36 h 以上の酵素処理した試料の脆化が顕著なので、ナノ繊維化の処理を行い易い状態であると推察する。しかしながら、合成繊維の存在比が多くなったため、合成繊維の除去について検討する必要がある。

参考文献

- 1) 新田恭平, 佐伯靖, 東山幸央, 中野恵之, 藤田浩行, 平瀬龍二, 長谷朝博, 兵庫県立工業技術センター研究報告書, 33 (2023)
- 2) ナノセルロースフォーラム, トコトンやさしいナノセルロースの本, 日刊工業新聞社, 50 (2017)
- 3) 林徳子, 森林科学, 81, 11 (2017)

(問合せ先 新田恭平)

(校 閲 東山幸央)