

研究課題名・研究番号=リサイクルにより劣化した古紙パルプ繊維のナノ粒子化による新規資源循環システム構築に関する研究

研究期間(西暦)=2002-2004

代表研究者名=野村春治(京都工芸繊維大学・アイランド工業株式会社)

共同研究者名=岡山隆之(東京農工大学)、小名俊博(九州大学)、山口和三(和歌山県工業技術センター)、島田勝広(東京都立産業技術研究所)、加藤直樹(株式会社ニート)、大町敏雄(アイランド工業株式会社)

研究目的=日本国内の古紙の回収量は約1,650万トン/年と非常にリサイクルが進んでいる。しかしながら、再生紙生産工程から排出される、リサイクルにより劣化し、短小化した古紙パルプ繊維は、回収された古紙の30%、約500万トン/年に上る。一部はパルプモールド等で再利用されているが大部分は焼却されている。これを微粉碎ナノ粒子化し、新規な機能性材料として再生利用する資源循環システムを構築することが本研究の主目的となる。ナノ粒子を作成すること、並びにその特徴を生かした製品、例えば熱成型による生分解性透明複合樹脂材料を試作することが具体的な目標となる。ここで、古紙の主成分であるセルロースは、粉碎しても水素結合により直ちに再凝集しナノ粒子化が困難であるため、再凝集を阻止する方法について検討する。この際、ナノ粒子径を非破壊でリアルタイム測定するラマン分光システムを新規開発し、粉碎装置に付加することにより生成する粒子径をオンライン制御することを第二の目的とする。この結果、大気中への二酸化炭素の放出が大幅に削減されることが見込まれることから、地球の温暖化防止に貢献することが最終目的である。

研究方法=第一に、古紙パルプの微粉碎ナノ粒子化であるが、初期微粉碎化処理としての乾式粉碎を行う。古紙の主成分であるセルロースは、微粉碎しても水素結合により直ちに再結合しナノ粒子化が困難であるため、再結合を阻止する方法、例えば、超臨界二酸化炭素雰囲気下での超音波粉碎などについて検討する。

第二に、ナノ粒子径を非破壊でリアルタイム測定する装置であるが、まず粉碎中のスラリーを非破壊的にラマン分光法を用い粒子径を計測する手法を検討する。この際、多変量解析などを利用した新しいアルゴリズムを開発する。次に、これを含むソフトウェア、装置を開発した後、攪拌などによる粒子の流れに左右されない、リアルタイムで計測可能なアルゴリズムへと発展させる。

最後に応用であるが、生分解性ポリ乳酸樹脂との複合化についても検討する。これは、ナノ粒子化古紙パルプとの複合化による完全生分解性透明複合樹脂材料の開発となる。当然、複合材料としての成形加工技術の開発についても詳細に検討する必要がある。

これらの技術開発により、劣化古紙パルプの新規再生用途を開発し、新規資源循環システムを構築する。

結果と考察=

1. ナノ微粒子化: まづ、紙パルプのナノ微粒子化破碎に先立ち、ボールミルなどを用いた各種乾式の破碎実験を実施した結果、遊星型ボールミルによる粉碎が最適であることが示された。新聞紙ならびに紙を試料として、遊星型ボールミルを用いて粉碎処理の最適条件下では、最小約150nmで平均

約400nmのナノ粒子群が確認され、また、粒径約25μmの粒子群と1μmを境にして明確な粒度分布の分離が確認された。このことは、1μmを境界条件とした分離操作によりナノ微粒子の分別ができることを意味している。この分離操作については、予備実験において可能であることが示されているが、再現性を含めた再確認が必要であるため、ここでは言及しない。また、超臨界二酸化炭素雰囲気下での超音波処理については、ナノオーダーまでの微粒子化は出来なかったが、超臨界流体下での攪拌操作と超音波照射の効果が証明され、超臨界・超音波装置の有効性が実証された。

2. 粒子径オンライン計測手段：2種類のラマン分光光度計を用いて「オンライン非破壊粒子径計測が可能か」を検討した。すなわち、Nd;YAG(波長:1064nm)を励起レーザーとして用いたFT-ラマン分光光度計では水溶液中のポリスチレンナノ粒子の直径が非破壊的に定量可能であることが、世界で初めて実証され、学術的に有益な結果を得た。しかしながら、FT-ラマン分光光度計はオンライン計測には使用不可能であるので、波長785nmレーザーを用いた分散型ラマン分光光度計による粒子径計測実験を実施した。本装置は蛍光の影響を強く受け、種々蛍光除去を試みたが、蛍光の除去は不可能で、単純に粒子直径との相関は得られなかった。
3. 新規用途開発の検討：ナノ微粒子化紙パルプが成形加工に必要な量を調製出来なかったため、古新聞粉砕化物ならびに棒状微結晶セルロース粒子を用いて環境にやさしい生分解性プラスチックであるポリ乳酸との複合樹脂について、その成形加工性とそれらの物性について検討した。古新聞粉砕化物との複合樹脂は、樹脂本体の物性より若干低下するが、古紙パルプは約50%まで添加することができる。また、微結晶セルロースとの複合樹脂では、引っ張りならびに曲げ力学特性については、共に、弾性率はセルロースの含有率が高くなれば高くなり、降伏点の応力はセルロースの含有率が高くなれば、逆に低くなる。

結論=

1. 微粒子化技術：新聞紙ならびにろ紙の微粉碎実験の結果、最適条件下では、最小約150nmで平均約400nmのナノ粒子群が確認され、粒径約25μmの粒子群と1μmを境にして明確な粒度分布の分離が確認された。このことは、1μmを境界条件とした分離操作によりナノ微粒子の分別ができることを意味している。すなわち、ナノ粒子化に関する項目については、目的の90%は達成されたものとする。
2. ナノ粒子径非破壊オンライン計測技術：モデル物質であるポリスチレンナノ粒子に関しては、定量可能であることが実証できた。785nmレーザーを励起光源に用いたオンライン用装置では、蛍光の影響が強く、蛍光を除去する装置は方法の開発が必要であることが判った。
3. リユース用途開発：環境に優しい新規な古紙パルプ-生分解性樹脂(ポリ乳酸)複合樹脂材料の開発に関する研究より、複合樹脂は、樹脂本体の物性より若干低下するが、古紙パルプは約50%まで添加することができる。しかしながら、ナノ微粒子化紙パルプが成形加工に必要な量を調製出来なかったため、当初の目標である透明性複合樹脂は得られなかった。微結晶セルロースを複合化すれば、微粒子の特性である充填効果により硬さとしての弾性率は向上するが、破断強度や破断伸びは低下した。これらを改良するには、(1)微結晶セルロースの表面改質、(2)押出機のスクリー構成や押出条件が混練に及ぼす影響(特にL/Dや形状)等の研究が必要となる。以上の結果より、生分解性透明複合樹脂開発に関する基盤技術が開発できた。上記ナノ微粒子化の結果を考慮すると、透明な環境に優しい新規な古紙パルプ-生分解性樹脂(ポリ乳酸)複合材料の開発が可能であることが示されたことになり、本項目の達成度は90%と考える。