

単離リグニンを利用したフィルムの分解性について ()

舟木淳夫*

Degradation of the Plastic Films Utilizing Isolated Lignins ()

Atsuo FUNAKI

1. はじめに

再生可能な植物資源の有効利用技術の確立は重要な課題の 1 つである。当研究部では、主にヒノキの鋸屑木粉に含まれる天然リグニンから単離させたリグノパラクレゾールを用いて、分解性フィルムの開発に取り組んできた。このフィルムは、ベースプラスチックの初期物理特性を損なうことなく、太陽光・雨水の作用で分解するものである¹⁾。ただ、実用化には分解速度の制御が望まれるため、前報²⁾では、リグノパラクレゾールとオルガノソルブリグニンとの二種類の異なる単離リグニンを用いて、フィルムの分解性について検討を行った。その結果、混入するリグニンの種類を変えると、分解開始の時間も異なることがわかった。

そこで本研究では、フェノール性水酸基の保有数が 1 個のパラクレゾールの代わりに、保有数 2 個のピロカテコールおよび 3 個のピロガロールを用いて単離したリグノピロカテコールおよびリグノピロガロールについて、フェノール性水酸基の数がフィルムの分解性、分解開始速度に与える影響について検討を行った。

2. 実験方法

2.1 試料作製

前報までは、混入するリグニンが十分に調達できたので、ベースプラスチックとリグニンとの混練は一軸押出成形機を使用し、フィルムの成形には多層膜製造装置を用いて作製していたが、今回使用するリグニンは少量しか調達できないため、フィルムの作製方法は、溶媒にてベースプラを溶

解した後にリグニンを混ぜあわせ、その後にホットプレスにてフィルム状に成形する方法を採用した。

1.1.1 ベースプラスチックとリグニンの混練

ベースプラスチックはポリ乳酸(PLA)とし、溶媒は THF を使用した。PLA 30g に対して THF 270g を加え、ホットスターラーで 60 に保持しながら、PLA が全て溶けるまで攪拌した。その後、リグニンを加え同様に攪拌した。使用リグニンおよび混入量は表 1 の通りとし、混入量は PLA 30g に対しての量である。混練が完了した後は、バットに流し込み室温で乾燥させた。

表 1 使用したリグニンとその混入量

| 使用リグニン | 混入量 (phr) |
|-----------------|-----------------|
| オルガノソルブリグニン(LO) | 0.3 , 1.0 , 3.0 |
| リグノパラクレゾール(LC) | 0.3 , 1.0 , 3.0 |
| リグノピロカテコール(LPC) | 1.0 |
| リグノピロガロール(LPG) | 1.0 |

2.1.2 フィルムの成形

フィルムは小型の熱プレス機で成形した。まず、混練後の乾燥させた複合プラスチックを 7 ~ 8mm 角に裁断し、小型熱プレス機に乗せて圧力をかけずに 170 まで温度を上げた後、10MPa で 10 分間圧力をかけ、その後 70 まで放冷してからフィルムを取り出した。

* 材料技術研究課

2.2 促進劣化試験

フィルムの分解を早めるために、キセノンウェザーメーターを用いて促進劣化試験を行った。試験条件は、照度 60W/m² ブラックパネル温度 65℃、槽内湿度 50%、1 サイクル 2 時間（内、降雨 18 分）とし、暴露時間は、0 時間、24 時間、72 時間、168 時間、360 時間とした。

2.3 分解性の評価

フィルムの分解性は引張強度の保持率によって評価を行った。試験片はダンベル試験片（形状：JIS-K-6301 の 3 号）とし、引張強度の測定はテンシロン万能試験機を用いて所定の試験条件（温度 23℃、湿度 50%、引張速度 10mm/min）により行った。強度保持率は次の式により求めた。

$$\text{強度保持率 (\%)} = (\text{促進劣化後の強度} / \text{促進劣化前の強度}) \times 100$$

3. 結果と考察

図 1 に、ベースプラスチックである PLA に混入した単離リグニンの種類別の強度保持率を示す。左側から PLA のみ、LO、LC、LPC、LPG の順に並んでおり、各単離リグニンの混入量は PLA に対して全て 1.0phr である。フィルムの分解性については、どこまで強度が低下するかで判断するが、促進劣化 360 時間後の強度保持率を見ると LO から順に下がっていく傾向が見られる。

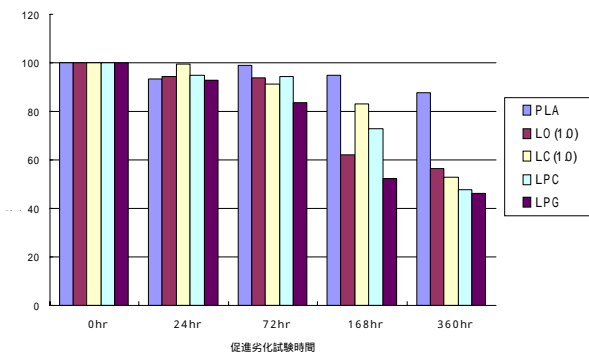


図 1 単離リグニンの種類と強度保持率

これは、単離リグニンのもつフェノール性水酸基の数が多いほど強度が下がることを示している。また、分解速度を制御する上で重要なのが分解が始まるまでの時間であるが、LC、LPC、LPG の

リグノフェノール類はフェノール性水酸基の数が増えると分解開始も早くなる傾向がある。LO についてはフェノール性水酸基の数でいえば、単位構造あたりでは一番少ないが、リグノフェノール類とは製法が異なるため別の要因が考えられる。

図 2 に、PLA に混入するオルガノソルブリグニン(LO)の混入量別の強度保持率を、図 3 にリグノパラクレゾール (LC)の混入量別の強度保持率を示す。混入量を 3.0phr までに行っているが、これは、

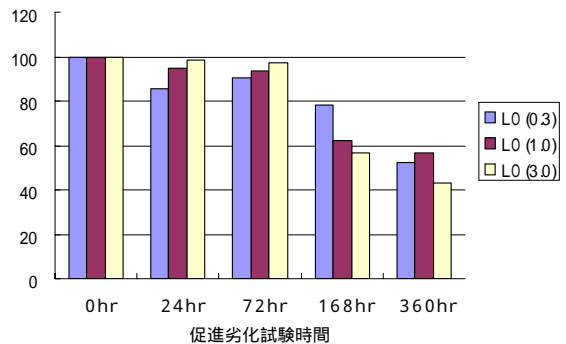


図 2 LO の混入量別の強度保持率

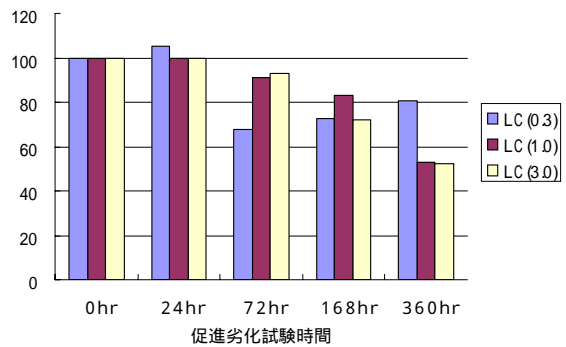


図 3 LC の混入量別の強度保持率

混入量を増やしすぎると樹脂の流動性が高くなりすぎて、成形機での加工が困難になるため、現実的ではないと判断した。図 2 及び図 3 を見ると、全体的な傾向では混入量の多い方、つまりフェノール性水酸基の多く含まれるものが、強度保持率は低くなっている。しかし、下がり始めは混入量の少ない 0.3phr が早い。このことは、混入量を変えることで分解開始時間制御の可能性を示唆するものと考えられる。

4. まとめ

ポリ乳酸をベースプラスチックとし、数種類の単離リグニンを利用して、フェノール性水酸基数が、フィルムの分解性に与える影響について検討を試みた。その結果、以下のことがわかった。

(1)促進劣化時間 360 時間経過すると、フェノール性水酸基数が多いものほど、フィルムの強度保持率は低くなり、分解性が高くなる。

(2)分解開始時間についても、フェノール性水酸基数を多く持つ単離リグニンが早くなる傾向にある。

(3)同じ種類のリグニンで混入量を変えた場合、分解性は混入量が多いほど高くなる傾向にあるが、強度保持率が下がり始めるのは、混入量が少ない方が早い。

参考文献

1)小西和頼：“リグニン誘導体を利用した環境調和型材料の開発”。三重県科振工研特プロ研究事業報告書，p43-60 (2005)

2)舟木淳夫ほか：“単離リグニンを利用したフィルムの分解性について”。三重県科振工研報，30，p101-102 (2006)

(本研究は法人県民税の超過課税を財源としています)