

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6874417号  
(P6874417)

(45) 発行日 令和3年5月19日(2021.5.19)

(24) 登録日 令和3年4月26日(2021.4.26)

(51) Int.Cl.		F I
D 2 1 H 11/20	(2006.01)	D 2 1 H 11/20
D 2 1 H 11/18	(2006.01)	D 2 1 H 11/18
C O 8 B 5/00	(2006.01)	C O 8 B 5/00

請求項の数 16 (全 20 頁)

(21) 出願番号	特願2017-31826 (P2017-31826)	(73) 特許権者	000002369
(22) 出願日	平成29年2月23日 (2017. 2. 23)		セイコーエプソン株式会社
(65) 公開番号	特開2018-135616 (P2018-135616A)		東京都新宿区新宿四丁目1番6号
(43) 公開日	平成30年8月30日 (2018. 8. 30)	(74) 代理人	100116665
審査請求日	令和1年12月6日 (2019. 12. 6)		弁理士 渡辺 和昭
		(74) 代理人	100179475
			弁理士 仲井 智至
		(74) 代理人	100216253
			弁理士 松岡 宏紀
		(72) 発明者	加藤 誠
			長野県諏訪市大和3丁目3番5号 セイコーエプソン株式会社内
		審査官	川口 裕美子

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 セルロースナノファイバー、セルロースナノファイバーの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記式(1)で示されるセルロースの水酸基が下記式(2)で示すボロン酸エステル基で置換されたセルロースナノファイバーであって、

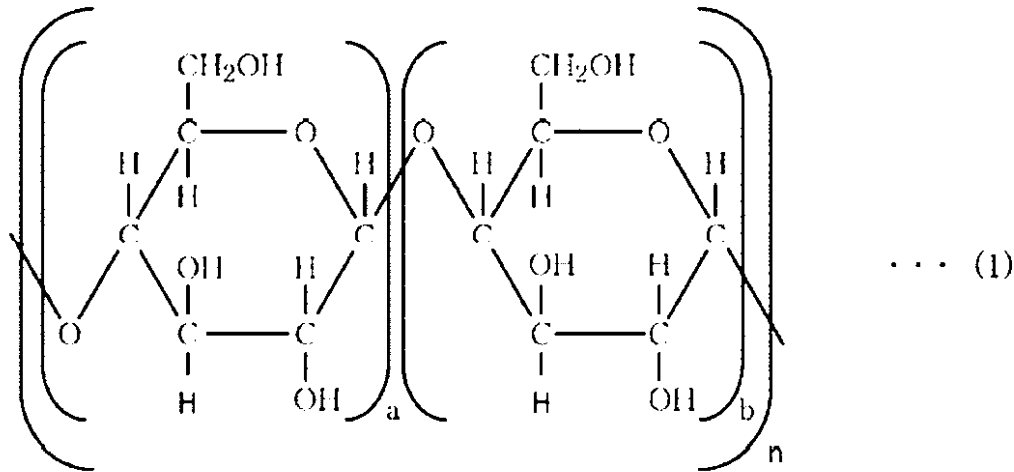
前記セルロースの同一セルロース分子鎖nの単位構造a, bのうちのいずれか一方の水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第1種構造物と、

前記セルロースの同一セルロース分子鎖nの単位構造a, bの双方の水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第2種構造物と、

前記セルロースの異なるセルロース分子鎖nの水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第3種構造物と、のうち少なくとも1種を含み、

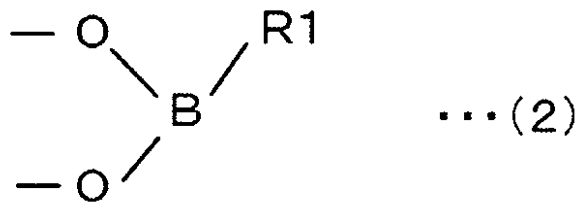
前記ボロン酸エステル基で置換される水酸基が結合する炭素は、単位構造a, bのうち2位、3位、6位の炭素のうちから選ばれる2つの炭素である、セルロースナノファイバー。

## 【化 1】



10

## 【化 2】



20

## 【請求項 2】

前記ボロン酸エステル基の R 1 はフェニル基である、請求項 1 に記載のセルロースナノファイバー。

## 【請求項 3】

セルロースを含む組成物と、フェニルボロン酸と、溶媒とを含む、中性からアルカリ性である反応溶液を用いて、前記セルロースをエステル化する反応を行う反応工程を含む、セルロースナノファイバーの製造方法。

30

## 【請求項 4】

前記反応溶液は、金属元素を含まない有機アルカリを含む、請求項 3に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 5】

前記反応溶液は電子供与性の物質を含む、請求項 3または4のいずれか 1 項に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 6】

前記電子供与性の物質はジメチルエチルアミンである、請求項 5に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

40

## 【請求項 7】

前記反応溶液が pH 7 以上であるとき、前記反応溶液に前記電子供与性の物質が含まれている、請求項 5または6に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 8】

前記反応溶液が pH 8 . 5 以上であるとき、前記反応溶液に前記電子供与性の物質が含まれていない、請求項 3または4に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 9】

前記反応工程後に、未反応物を除去する精製工程を有する、請求項 3乃至8のいずれか 1 項に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

50

## 【請求項 10】

前記セルロースを含む組成物を前記反応工程前にあらかじめ解繊する解繊工程を有する、請求項 3 乃至 9 のいずれか 1 項に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 11】

前記セルロースを含む組成物を前記反応工程後に解繊する解繊工程を有する、請求項 3 乃至 9 のいずれか 1 項に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 12】

前記セルロースを含む組成物を前記反応工程前にあらかじめ解繊する第 1 次解繊工程と、前記精製工程後に行う第 2 次解繊工程とを有する、請求項 9 に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

10

## 【請求項 13】

前記反応工程にて前記ボロン酸化合物で修飾された前記セルロースを還元し、修飾基を水酸基とする還元工程をさらに有する、請求項 3 乃至 12 のいずれか 1 項に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 14】

前記還元工程は、前記反応工程後もしくは前記精製工程後の前記反応溶液の pH を 7 未満とする、請求項 13 に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【請求項 15】

前記還元工程は、前記反応工程後もしくは前記精製工程後の前記反応溶液に金属元素を含まない有機酸を添加する、請求項 14 に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

20

## 【請求項 16】

前記有機酸は酢酸である、請求項 15 に記載のセルロースナノファイバーの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、セルロース繊維、セルロース繊維の製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

セルロース繊維としてのセルロースナノファイバーは、近年、軽量、高強度、低熱膨張、エコロジーの観点で急速に盛り上がりを見せる素材である。セルロースナノファイバーの製造方法としては、例えば、パルプ等を物理的に細かく解繊する物理解繊と、パルプ等を化学修飾し解繊する化学解繊とを挙げることができる。後者の化学解繊の方法として、例えば特許文献 1 には、TEMPO(2, 2, 6, 6-テトラメチル-1-ピペリジン-N-オキシラジカル)触媒と、臭化物、ヨウ化物またはこれらの混合物と、酸化剤を用い、セルロース系原料の 1 級水酸基をカルボキシル基に修飾することで、容易に解繊することができるセルロースナノファイバーの製造方法が開示されている。

30

## 【先行技術文献】

## 【特許文献】

## 【0003】

【特許文献 1】特開 2009-243014 号公報

40

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

しかしながら、特許文献 1 に記載の製造方法では、セルロースナノファイバーの水酸基の一部がカルボキシル基で修飾され静電反発力を生じているためセルロースナノファイバー間の強度が弱くなっている。このためセルロースナノファイバーを使った成形物の強度をより高めるためには静電反発力の起源である、TEMPO 酸化によりカルボキシル基へと修飾された 1 級水酸基を元の水酸基に還元し静電反発力を弱めることが求められる。一方で、カルボキシル基の還元には強力な還元剤を使い高温で長時間の処理が必要となる。還元剤の一例として、水分と激しく反応し水素を発生するテトラヒドリドアルミン酸リチ

50

ウム ( $\text{LiAlH}_4$ )、毒性の高いボラン ( $\text{BH}_3$ ) などが利用される。したがって、カルボキシル基から水酸基への還元は容易ではないという課題があった。

【0005】

また、特許文献1に記載の製造方法では、臭化物、ヨウ化物、酸化剤を用いることが記載され、臭化物として臭化ナトリウム、ヨウ化物としてヨウ化ナトリウム、酸化剤として亜塩素酸ナトリウムを用いる例が示されている。このため、特許文献1に記載の方法で得られるセルロースナノファイバーにはナトリウムに代表されるアルカリ金属、アルカリ土類金属が含まれる。したがって、セルロースナノファイバーの利用にあたり、これらのアルカリ金属やアルカリ土類金属を除く処理が必要となる場合があるが、このような処理は容易でないという課題があった。

10

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明は、上述の課題の少なくとも一部を解決するためになされたものであり、以下の形態または適用例として実現することが可能である。

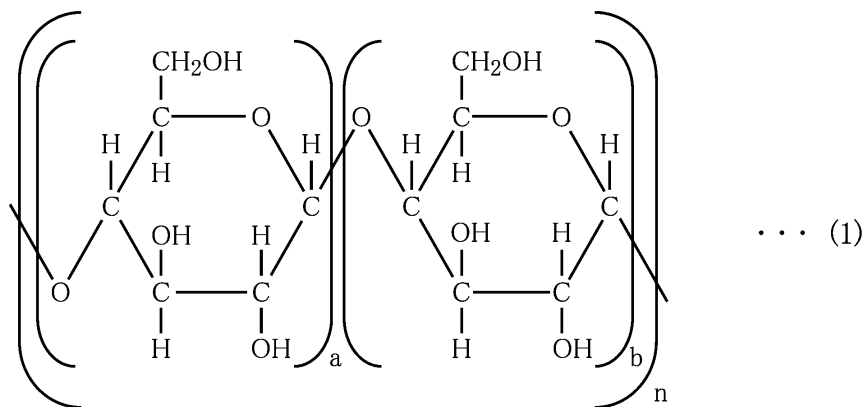
【0007】

[適用例1] 本適用例に係るセルロース繊維は、下記式(1)で示されるセルロースの水酸基が下記式(2)で示すボロン酸エステル基で置換されたセルロースナノファイバーであって、前記セルロースの同一セルロース分子鎖  $n$  の単位構造  $a$ 、 $b$  のうちのいずれか一方の水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第1種構造物と、前記セルロースの同一セルロース分子鎖  $n$  の単位構造  $a$ 、 $b$  の双方の水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第2種構造物と、前記セルロースの異なるセルロース分子鎖  $n$  の水酸基を前記ボロン酸エステル基で置換した第3種構造物と、のうち少なくとも1種を含み、前記ボロン酸エステル基で置換される水酸基が結合する炭素は、単位構造  $a$ 、 $b$  のうち2位、3位、6位の炭素のうちから選ばれる2つの炭素である。

20

【0008】

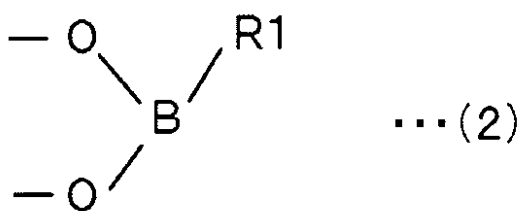
【化1】



30

【0009】

【化2】



40

【0010】

本適用例によれば、上記式(1)で示されるセルロースの少なくとも2つの炭素に結合

50

したボロン酸エステル基は、静電反発力を発揮するため、セルロース繊維を含む溶液のpHを調整するだけの簡便な操作で、容易に化学解繊可能なセルロース繊維を提供できる。また、解繊後のセルロース繊維を含む溶液のpHを調整するだけの簡便な操作で、ボロン酸エステル基が結合したセルロースを還元し、ボロン酸エステル基を元の水酸基に戻すことができる。すなわち、静電反発力を低減したセルロース繊維を提供することができる。

【0011】

[適用例2] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーにおいて、前記ボロン酸エステル基のR1はフェニル基であることが好ましい。

【0012】

本適用例によれば、フェニル基は疎水性が強いため、大きな静電反発力を得ることができる。すなわち、より細かな解繊状態を効率よく実現できる。

10

【0013】

[適用例3] 本適用例に係るセルロースナノファイバーの製造方法は、セルロースを含む組成物と、フェニルボロン酸と、溶媒とを含む、中性からアルカリ性である反応溶液を用いて、前記セルロースをエステル化する反応を行う反応工程を含むことを特徴とする。

【0014】

本適用例によれば、セルロースを含む組成物をフェニルボロン酸を用いてエステル化したセルロース繊維は、セルロース繊維を含む溶液のpHを調整するだけで、容易に化学解繊することができる。また、反応工程の反応溶液に酸化剤、酸化触媒などを用いずpHを調整するだけでエステル化の反応が穏やかに進むため、解繊作業を安全に行うことができる。

20

【0016】

本適用例によれば、フェニルボロン酸は、セルロースの分散媒である水、アルコール類に溶解、かつ大きな静電反発力をもつフェニル基を有し、解繊に必要なエネルギーを小さくする効果が高いため、反応溶液に混ぜるボロン酸化合物として好適である。

【0017】

[適用例4] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反応溶液は、金属元素を含まない有機アルカリを含むことが好ましい。

【0018】

本適用例によれば、金属元素を含まない有機アルカリを使うことで、反応工程後の反応溶液に含まれる不純物、未反応物の除去が簡素化し、短時間、低コストで行うことができる。

30

【0019】

[適用例5] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反応溶液は電子供与性の物質を含むことが好ましい。

【0020】

本適用例によれば、電子供与性の物質を加えることで、ボロン酸化合物におけるホウ素の空軌道に電子が入り、ホウ素に電荷の偏りを与えることで、中性から弱アルカリ性で反応工程を進めることができるため、比較的安全かつ反応工程の時間を短縮することができる。また、反応溶液が中性であるため、その後の還元工程で酸性にする時にも少ないpH調整剤の投入量で酸性にすることができ、経済的である。

40

【0021】

[適用例6] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、電子供与性の物質は、ジメチルエチルアミンであることが好ましい。

【0022】

本適用例によれば、ジメチルエチルアミンは、非プロトン性極性溶媒かつ水、アルコールに可溶であるため、反応溶液に加えてホウ素に電荷の偏りを与えることができる有機溶媒の一つであるため、反応工程の時間を短縮することができる。

【0023】

[適用例7] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反応

50

溶液が pH 7 以上であるとき、反応溶液に電子供与性の物質が含まれていることが好ましい。

【 0 0 2 4 】

本適用例によれば、反応溶液を pH 7 以上の中性からアルカリ性にするこで、セルロースの 2 位、3 位、6 位の炭素へボロン酸化合物を修飾する修飾工程の反応が進み、より細かな解繊状態を効率よく実現できる。また、電子供与性の物質を加えるこで、効率的にセルロースのボロン酸化合物による修飾ができる。

【 0 0 2 5 】

[ 適用例 8 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反応溶液が pH 8 . 5 以上であるときに、反応溶液に電子供与性の物質が含まれていないこが好ましい。

10

【 0 0 2 6 】

本適用例によれば、pH 8 . 5 以上の場合、アルカリ性の反応溶液中のボロン酸化合物は解離状態となるため、解離状態とすることを補助する電子供与性の物質は不要となり、少ない材料で効率的にセルロースのボロン酸化合物による修飾ができる。

【 0 0 2 7 】

[ 適用例 9 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反応工程後には、未反応物を除去する精製工程を有することが好ましい。

【 0 0 2 8 】

本適用例によれば、セルロースの 2 位、3 位、6 位の炭素へのボロン酸化合物による修飾の反応は平衡反応であるため、100%の収率を得ることは非常に難しく、未反応のボロン酸化合物が残留する、これらを除くこでセルロース繊維を用いた成形品の純度、強度をより高めることができる。

20

【 0 0 2 9 】

[ 適用例 10 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、セルロースを含む組成物を反応工程前にあらかじめ解繊する解繊工程を有することが好ましい。

【 0 0 3 0 】

本適用例によれば、解繊工程によってセルロースを含む組成物が微細になり比表面積が増大するこで、反応溶液との衝突頻度が高まり、反応工程時間を短縮することができる。

30

【 0 0 3 1 】

[ 適用例 11 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、セルロースを含む組成物を反応工程後に解繊する解繊工程を有することが好ましい。

【 0 0 3 2 】

本適用例によれば、解繊工程によって、得られた反応工程後のセルロース繊維の比表面積が増大するこで、その後には作られる分散液、フィルム、成形加工品の透明度、強度などが高めることができる。

【 0 0 3 3 】

[ 適用例 12 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、セルロースを含む組成物を反応工程前にあらかじめ解繊する第 1 次解繊工程と、精製工程後に行う第 2 次解繊工程とを有することが好ましい。

40

【 0 0 3 4 】

本適用例によれば、第 1 次解繊工程は反応工程前のセルロースを含む組成物の比表面積を増大するこで反応溶液との衝突頻度が高まり、反応工程を短縮することができる。第 2 次解繊工程では、反応工程後に得られたセルロース繊維の比表面積が増大するこで、その後には作られる分散液、フィルム、成形加工品の透明度、強度などが高めることができる。

【 0 0 3 5 】

[ 適用例 13 ] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、反

50

応工程にてボロン酸化合物で修飾されたセルロースを還元し、修飾基を水酸基とする還元工程をさらに有することが好ましい。

【0036】

本適用例によれば、静電反発力を生じさせている修飾基を還元し、水酸基に戻すことで静電反発力がなくなり、セルロース繊維同士の分子間力が強固になり、フィルム、成形加工品の強度をさらに高めることができる。

【0037】

[適用例14] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、還元工程は、反応工程後もしくは精製工程後の反応溶液のpHを7未満とすることが好ましい。

10

【0038】

本適用例によれば、ボロン酸化合物で修飾されたセルロース繊維を含む溶液のpHを7未満にすることで、修飾基を容易に水酸基に還元して、水酸基で修飾されたセルロース繊維とボロン酸化合物とに分解することができる。従って、pHを7未満にする非常に穏やかな反応で還元工程を行って、水酸基で修飾されたセルロース繊維を製造することができる。

【0039】

[適用例15] 上記適用例に記載のセルロースナノファイバーの製造方法において、還元工程は、反応工程後もしくは精製工程後の反応溶液に金属元素を含まない有機酸を添加することが好ましい。

20

【0040】

本適用例によれば、金属元素を含まない有機酸を使うことで、反応工程後の反応溶液に含まれる不純物、未反応物の除去が簡素化し、短時間、低コストで行うことができる。

【0041】

[適用例16] 上記適用例に記載のセルロース繊維の製造方法において、上記有機酸は、酢酸であることが好ましい。

【0042】

本適用例によれば、安価な薬品でコスト低減できる。

30

【図面の簡単な説明】

【0043】

【図1】実施形態2に係るセルロース繊維の製造方法のフロー図。

【発明を実施するための形態】

【0044】

以下、本発明の実施形態について、図面を参照して説明する。なお、以下の各図においては、分子の大きさ、分子間距離、結合子の長さ、結合子の向きを認識可能な程度にするため、分子構造式は実際とは異ならせしめている。

【0045】

(実施形態1)

40

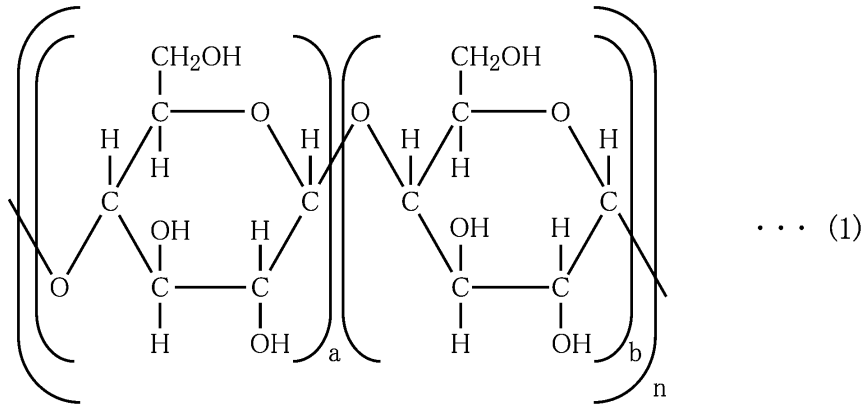
<セルロース>

まず、セルロースの分子構造について説明する。

後述するセルロース繊維の製造方法において、原料となる組成物に含まれるセルロースを下記式(1)に表す。セルロースは グルコースを単位構造a, bとし、グリコシド結合で連結された高分子である。本実施形態に係るセルロース繊維は下記式(2)に表すボロン酸エステル基で下記式(1)に示すセルロースの水酸基を置換したものである。

【0046】

## 【化3】



10

## 【0047】

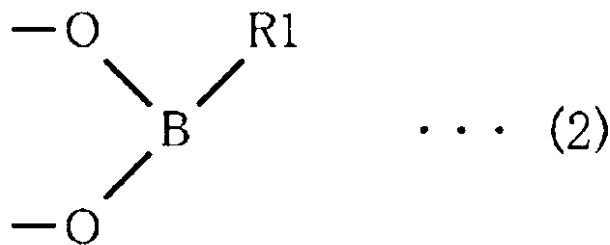
&lt; ボロン酸化合物 &gt;

下記式(2)で表すボロン酸エステル基を含むボロン酸化合物は、官能基R1がアルキル、環状アルキル、芳香環、アミド、アステル、アミン、エーテル、環状エーテル、アミン、環状アミン、チオール、チオエーテル、ハロゲンの中から1つ以上を含む分子量300以下のものである。ボロン酸化合物は水、アルコール類に溶解できるものが好ましい。さらに、静電引力を弱めるためには疎水性が大きいことが好ましく、ボロン酸の官能基がフェニル基であるフェニルボロン酸であることが好ましい。

20

## 【0048】

## 【化4】



30

## 【0049】

&lt; セルロース繊維 &gt;

下記式(3)から式(5)に、ボロン酸エステル基で水酸基が置換されたセルロース繊維の分子構造の例を表す。本明細書では、上記式(1)に示したセルロースの水酸基をボロン酸化合物のボロン酸エステル基で置換することを、セルロースの水酸基をボロン酸化合物で修飾するという。つまり、本実施形態のセルロース繊維は、セルロースの水酸基をボロン酸化合物を用いて修飾したものである。

## 【0050】

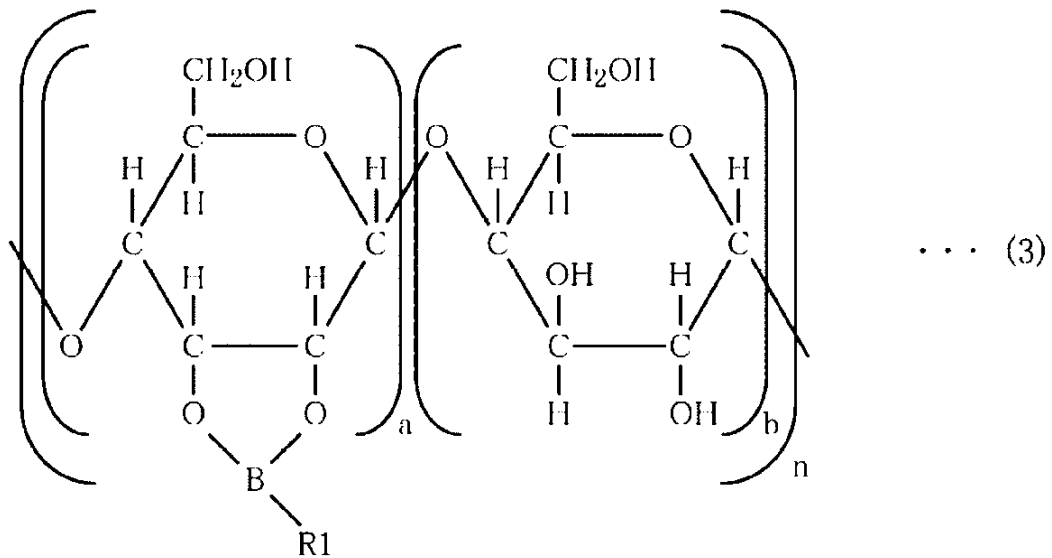
< 同一セルロース分子鎖の同じ単位構造の水酸基をボロン酸エステル基で置換した、第1種構造物であるセルロース繊維 >

下記式(3)は同一セルロース分子鎖nの同じ単位構造aに存在する3つの水酸基のうちの2つをボロン酸エステル基で置換したものを表す。なお、下記式(3)では単位構造aの2位と3位の炭素に結合した水酸基がボロン酸エステル基で置換されているが、2位と6位、3位と6位の炭素に結合した水酸基をボロン酸エステル基で置換することができる。また、単位構造bに存在する3つの水酸基のうちの2つをボロン酸エステル基で置換したものであってもよい。

40

## 【0051】

【化5】



10

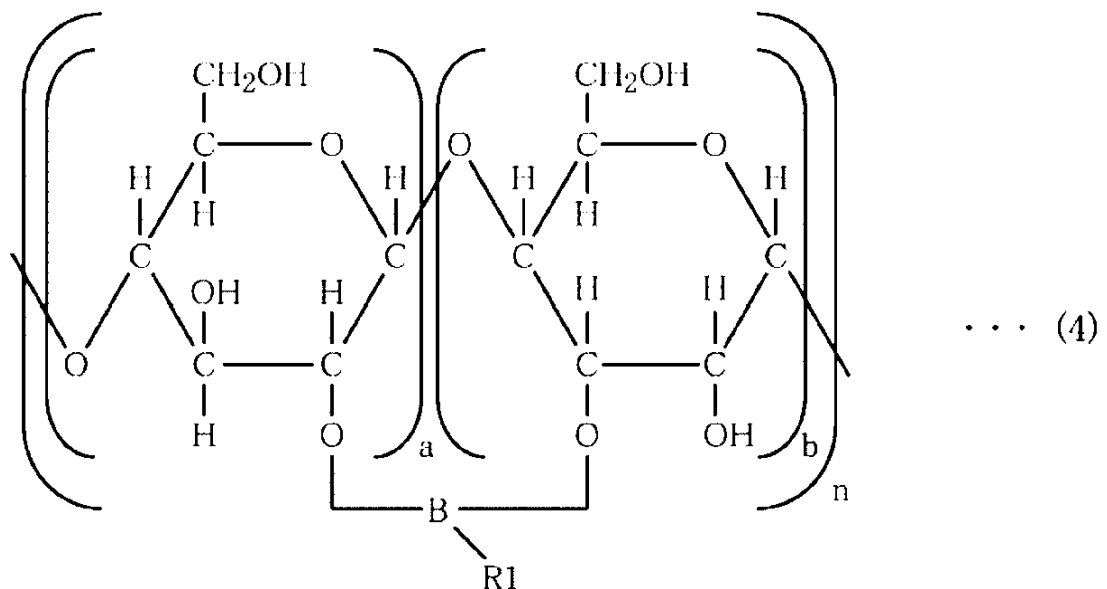
【0052】

< 同一セルロース分子鎖の異なる単位構造の水酸基をボロン酸エステル基で置換した、第2種構造物であるセルロース繊維 >

下記式(4)は同一セルロース分子鎖nの異なる単位構造a, bの水酸基をボロン酸エステル基で置換した構造を表す。下記式(4)ではa番目の単位構造の3位の炭素に結合した水酸基と、b番目の単位構造の2位の炭素に結合した水酸基とをボロン酸エステル基で置換しているが、a番目とb番目は隣接していても、離れていても置換することができる。また、置換される水酸基が結合する炭素の位置は2位、3位、6位のすべての位置の水酸基を置換することができる。

【0053】

【化6】



40

【0054】

50

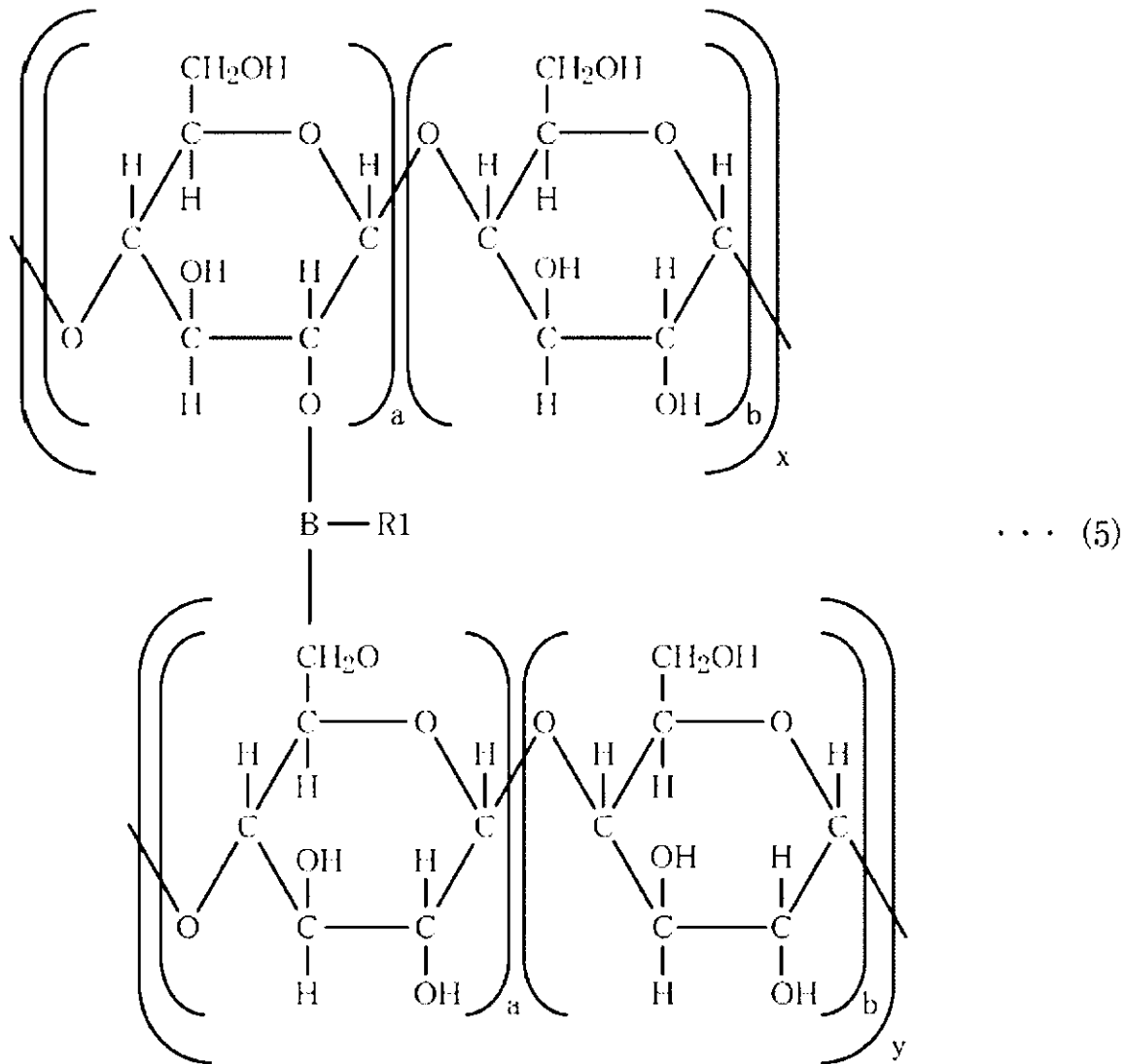
<異なるセルロース分子鎖の水酸基をボロン酸エステル基で置換した、第3種構造物であるセルロース繊維>

下記式(5)は異なるセルロース分子鎖の単位構造a, bの水酸基をボロン酸エステル基で置換した構造を表す。下記式(5)の添え字x, yは異なるセルロース分子鎖であることを示す。水酸基が結合する炭素の位置は2位、3位、6位のどの位置でも置換できる。また、下記式(5)では、セルロース分子鎖xの単位構造aの水酸基と、セルロース分子鎖yの単位構造aの水酸基とがボロン酸エステル基で置換された例を示しているが、異なるセルロース分子鎖x, yにおいて異なる単位構造a, bの水酸基をボロン酸エステル基で置換した構造も含まれる。

【0055】

【化7】

10



20

30

40

【0056】

<ボロン酸エステル基で水酸基が置換されたセルロース繊維の組成>

上記式(3)から式(5)のようにボロン酸エステル基で水酸基が置換されたセルロース繊維は、式(3)から式(5)のいずれか1種類もしくは、複数種が混合したもので構成されることができる。

【0057】

本実施形態のセルロース繊維は、上記式(3)~(5)で示される第1種構造物から第

50

3種構造物のうち少なくとも1種を含むものであり、原料である組成物に含まれるセルロースの水酸基のうち3分の2以下の水酸基がボロン酸エステル基によって置換されたものである。また、セルロース繊維は、周期表のアルカリ金属、アルカリ土類金属、ランタノイド、アクチノイド、遷移金属、メタロイド元素、その他金属元素を含まないことが好ましく、少なくとも第1属から第12属の金属元素を含まないことが好ましい。このようなセルロース繊維の製造方法については、後述する。

【0058】

以上述べたように、本実施形態に係るセルロース繊維によれば、以下の効果を得ることができる。

(1)セルロースの水酸基をボロン酸化合物により修飾されたボロン酸エステル基を有するセルロース繊維は、セルロース繊維を含む溶液のpHを、pH7未満の酸性にすることで還元し、容易に元の水酸基に戻すことができるため、セルロース繊維間の結合を強固にし、セルロース繊維を用いた成形物の強度をより高めることができる。

【0059】

(2)セルロースに含まれる水酸基の3分の2以下がボロン酸化合物で修飾されるため、セルロース分子鎖間に静電反発力が生じ、効果的により細かいセルロース繊維を得ることが実現できる。

【0060】

(実施形態2)

次に、本実施形態に係るセルロース繊維の製造方法について、図1を参照して説明する。図1は、実施形態2に係るセルロース繊維の製造方法を示すフロー図である。

【0061】

図1に示すように、本実施形態のセルロース繊維の製造方法は、セルロースを含む組成物をあらかじめ解繊する第1次解繊工程(ステップS1)と、セルロースを含む組成物と、ボロン酸化合物と、溶媒とを含む反応溶液を用い、反応溶液を中性からアルカリ性としてセルロースをエステル化する反応を行う反応工程(ステップS2)と、未反応物を除去する精製工程(ステップS3)と、第2次解繊工程(ステップS4)と、反応工程にてボロン酸化合物で修飾(エステル化)されたセルロースを還元し、修飾基(ボロン酸エステル基)を水酸基とする還元工程(ステップS5)とを備えている。

【0062】

<セルロースを含む組成物>

原料であるセルロースを含む組成物は、木材、植物、海藻類などを蒸解して得られるパルプ、古紙を再生して得られる古紙パルプなどが挙げられる。ここでは、効率的にセルロース繊維を得るためパルプを用いる。パルプには広葉樹、針葉樹を蒸解して得られる木材パルプ、リントー、ケナフ、バガス、竹などを由来とする非木材パルプがあるが、最も安定してセルロース繊維が得られる木材パルプを用いる。木材パルプの製造方法には、機械パルプ、化学パルプがあるが、図1に示した各工程を効率的に進めるため、セルロース純度が高い化学パルプを用いる。パルプは、漂白工程の有無で未晒しパルプ、晒しパルプが有るが、各工程を効率的に進めるため、化学晒しパルプを用いる。原料としてのセルロースを含む組成物は上記に挙げたものに限定されない。また、パルプの製造方法、漂白工程などの手法は上記の方法に限定されない。

【0063】

<第1次解繊工程>

図1に示すステップS1の第1次解繊工程は、その後の反応工程を効率的に進めるためのもので、省略することもできる。第1次解繊工程は、圧縮力、せん断力、衝撃力、磨砕力を与えるもので、湿式粉砕、乾式粉砕、凍結粉砕のいずれかを用い出発原料のセルロースを含む組成物を細かく粉砕することと、水に分散することを同時に行う。本実施形態では、化学晒しパルプを出発原料であるセルロースを含む組成物とし、すでに径が数10 $\mu$ m程度、長さが数100 $\mu$ m~数mm程度の繊維に解繊されているので、第1次解繊工程では、次の反応工程を効率的に進めるため、湿式粉砕方法を用い化学晒しパルプを水に分散

10

20

30

40

50

させる。湿式粉碎法には、カッターミルを採用する。カッターミル装置へ化学晒しパルプと、化学晒しパルプに対して900重量%の水を入れ10分間処理を行う。この時の化学晒しパルプの水分散液は白濁した、弱い粘性を持った液体である。第1次解繊工程では、反応工程前の状態で原料となるセルロースを含む組成物は、その径が1 $\mu$ mから500 $\mu$ m程度、長さが数10 $\mu$ mから数100 $\mu$ m程度に解繊されていることと、溶媒に分散していることが好ましい。

#### 【0064】

セルロースを含む組成物を分散させる溶媒は、水、水に可溶性有機溶媒、例えば、メタノール、エタノール、1-プロパノール、2-プロパノール、1-ブタノール、2-ブタノールに挙げられる炭素数1から4の1価のアルコール、エチレングリコール、プロパン  
10 グリコール、ブタンジオールなどに代表される炭素数1から4の2価のアルコール、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコールなどに代表されるエーテル結合を含む2価のアルコール、グリセリンに代表される炭素数1から6の3価のアルコール、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、ジメチルスルホキシドなどに代表される非プロトン性極性溶媒が挙げられる。

#### 【0065】

##### <反応工程>

図1に示すステップS2の反応工程では、上記組成物に含まれるセルロースをボロン酸化合物で修飾する反応を行う。第1次解繊工程を経た水に分散した化学晒しパルプのセル  
20 ロースに対して74重量%のボロン酸化合物と、900重量%の溶媒とを加え、この溶液のpHが中性からアルカリ性になるようにpHを調整したものを反応溶液とする。反応溶液を常温で12時間攪拌し、セルロースをボロン酸化合物でエステル化し修飾する反応を行う。ボロン酸化合物は上記実施形態1の化学式(2)で示したボロン酸化合物で、R1の官能基がフェニル基のフェニルボロン酸を用いる。溶媒は第1次解繊工程に記載のセル  
30 ロースを含む組成物を分散させる溶媒の中から選ばれる1つまたは2つ以上の混合溶液を使えるが、ここではエタノールを用いる。反応溶液のpHを調整するためにpH調整剤を用いる場合、pH調整剤は金属元素を含まない有機アルカリを用いる。有機アルカリとしては、水素化トリメチルアンモニウム、トリメチルアミン、アニリンなどが挙げられるが、ここでは水素化トリメチルアンモニウムを使う。反応溶液は攪拌中に必要に応じて加熱  
30 することができる。また、反応工程中に反応溶液が酸性にならないようpH調整剤を添加  
30 できる。反応工程後の反応溶液は白濁した液体である。この時点で化学晒しパルプのセル  
30 ロースは、上記式(3)~(5)で示された分子構造となる。

#### 【0066】

##### <精製工程>

図1に示すステップS3の精製工程は、反応工程後に残存する未反応のボロン酸化合物の除去である。まず反応溶液を濾過しフェニルボロン酸で修飾したセルロースと、未反応  
40 のフェニルボロン酸を含む液体に分離する。濾過で残ったフェニルボロン酸で修飾したセル  
40 ロースを、pH8.5以上の溶媒と上述したpH調整剤とを含む混合液を洗浄液として、  
40 洗浄する。洗浄方法としては濾過、遠心分離、分液などが挙げられるが、ここでは遠心  
40 分離を5回行った。洗浄液に使う溶媒は、pH8.5以上であれば、第1次解繊工程に記  
40 載のセルロースを含む組成物を分散させる溶媒が使えるが、ここでは第1次解繊工程と、  
40 反応工程の反応溶液に用いた溶媒と同じ、水とエタノールとを重量比で1:1で混合した  
40 混合液と、pH調整剤としての水素化トリメチルアンモニウムとを用いてpH8.5以上  
40 とした混合溶液を使う。5回の遠心分離後、フェニルボロン酸で修飾したセルロースを洗  
40 浄液に分散させる。

#### 【0067】

##### <第2次解繊工程>

図1に示すステップS4の第2次解繊工程では、精製工程で得られたフェニルボロン酸  
50 で修飾したセルロースをより微細な繊維にするため再び解繊を行う。第2次解繊工程は必  
50 要に応じて省略してもよい。また、第2次解繊工程は図1に示したフローにおいて、反応  
50

工程後から還元工程までの間であれば工程を前後させることができる。第2次解繊工程では、第1次解繊工程で挙げた粉碎法を使うことができる。ここでは、第1次解繊工程と同様にカッターミル法を採用する。カッターミル装置へ精製工程を経て洗浄液に分散したフェニルボロン酸で修飾したセルロースを入れ、30分間処理する。洗浄液に分散したフェニルボロン酸で修飾したセルロースの液体は透明の液体となる。

#### 【0068】

##### <還元工程>

図1に示すステップS5の還元工程は、フェニルボロン酸で修飾したセルロースを還元し、修飾基(ボロン酸エステル基)を元の水酸基に戻す工程である。還元工程では洗浄液に分散したフェニルボロン酸で修飾したセルロースを攪拌しながら洗浄液とセルロースとを含む溶液のpHを7未満に調整し1時間攪拌する。当該溶液のpHを7未満とするpH調整剤としては、金属を含まないギ酸、酢酸、プロピオン酸、酪酸、イソ酪酸、吉草酸、イソ吉草酸、カプロン酸、エナント酸、カプリル酸、ラウリン酸、ミスチリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、サリチル酸、没食子酸、安息香酸、フタル酸、ケイ皮酸、シュウ酸、乳酸、マレイン酸、酒石酸、フマル酸、マロン酸、コハク酸、リンゴ酸、クエン酸、グルタル酸、アジピン酸、アスコルビン酸などの有機酸が挙げられるが、ここでは酢酸を使う。還元工程の攪拌中は溶液のpHを常時モニタリングしながら必要に応じてpH調整剤としての酢酸を加えpH7未満を維持する。攪拌終了後、濾過でセルロース繊維を回収し、回収したセルロース繊維は溶媒で洗浄する。ここでの溶媒は、第1次解繊工程に記載のものから1つまたは2つ以上の混合溶液が使えるが、ここでは水とエタノールとを重量比で1:1に混合した混合溶液を使い、洗浄方法としては濾過、遠心分離、分液などが挙げられるが、ここでは遠心分離で5回処理した後、セルロース繊維を水に分散させる。セルロース繊維の水分散液は透明である。

#### 【0069】

以上述べたように、本実施形態に係るセルロース繊維の製造方法によれば、上記実施形態1に示した上記式(3)~(5)で示される第1種構造物から第3種構造物のうち少なくとも1種を含むセルロース繊維を効率的に得ることができる。

まず、セルロースをフェニルボロン酸で修飾することでセルロース間には静電反発力が生じ、セルロース間の強度が弱くなるため、第2次解繊工程が容易になる。

さらに、フェニルボロン酸で修飾されたセルロースは、pHを調整するだけで修飾したフェニルボロン酸を容易に外すことができるため、還元工程でフェニルボロン酸で修飾されたセルロースを含む溶液のpHを酸性とすることで、修飾基の水酸基への還元が可能になる。セルロース繊維がフェニルボロン酸で修飾されているときはセルロース繊維間に静電反発力が生じ、セルロース繊維間の結合強度が弱くなっているため、セルロース繊維を用いた成形物の機械的な強度を高くすることは困難である。よって、還元工程でフェニルボロン酸で修飾された水酸基を元の水酸基に還元することでセルロース繊維間の静電反発力が弱まり、セルロース繊維間の結合強度が強くなり、還元されたセルロース繊維を用いた成形物の機械的な強度をより高くできる。

また、上記製造工程では、金属を含む組成物、溶媒を使わないため、金属除去のための不純物除去工程、具体的にはイオン交換、中和凝集などが不要となるため製造工程をより低コスト化できる。さらに、得られたセルロース繊維は、電子デバイスの動作不良を起こす原因となるアルカリ金属、アルカリ土類金属などの金属元素を含まないため、電子デバイスの構造部材として好適に利用できる。

#### 【0070】

なお、還元工程では修飾に用いられたすべてのフェニルボロン酸を完全に還元することは困難であるため、還元工程後に得られたセルロース繊維には上記式(3)から式(5)に記載した第1種構造物から第3種構造物のセルロース繊維のうち少なくとも1種と、上記式(1)に記載した修飾される前の元のセルロースが混在することがある。

#### 【0071】

上記実施形態2のセルロース繊維の製造方法は、図1に示したステップS1からステッ

10

20

30

40

50

プロセスのフローの順であることに限らない。ステップS1の第1次解繊工程は原料のセルロースを含む組成物がステップS1を行う前の状態で繊維の径が数10 $\mu$ m程度、長さが数100 $\mu$ m～数mm程度である場合は省略できる。また前述したサイズより大きい場合でも、反応工程の反応時間を延ばすことでステップS1の第1次解繊工程を省略することができる。また、ステップS4の第2次解繊工程は反応工程と還元工程の間であれば、順番を入れ替えることもできる。

#### 【0072】

(実施形態3)

<セルロース繊維の製造方法>

次に、実施形態3に係るセルロース繊維の製造方法について説明する。実施形態3のセルロース繊維の製造方法は、上記実施形態2のセルロース繊維の製造方法に対して反応工程(ステップS2)の条件を異ならせたものである。したがって、実施形態3の反応工程について説明し、反応工程以外の工程は、上記実施形態2と同じであるため詳細な説明は省略する。

#### 【0073】

本実施形態の反応工程は、第1次解繊工程を経たセルロースを含む組成物に、ボロン化合物としてフェニルボロン酸と、溶媒としてエタノールと、反応助剤(電子供与性の物質)としてジメチルエチルアミンを加え、pH調整剤として水素化テトラメチルアンモニウムもしくは酢酸を添加してpH7以上とした反応溶液を12時間攪拌する。反応助剤(電子供与性の物質)は、ジメチルエチルアミンの他、ジエチルメチルアミン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、モルホリン、N-メチルモルホリン、N-エチルモルホリン、ピペラジン、ヒドロキシエチルピペラジン、N-エチルエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、N-n-ブチルエタノールアミン、N-n-ブチルジエタノールアミン、N-t-ブチルジエタノールアミン、N,N-ジエチルイソプロパノールアミン、N,N-ジメチルエタノールアミン、N,N-ジエチルエタノールアミン、N,N-ジブチルエタノールアミン、N-メチルエタノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、ピリジン、ヒドロキシメチルピリジン、2-ビニルピリジン、4-ヒドロキシピリジン、4-メトキシピリジン、インドール、カルバゾール、ピペリジンなどが挙げられる。反応助剤は、電子供与性かつ水、アルコール類に溶解でき、金属元素を含まない有機化合物であれば特に限定されない。

#### 【0074】

以上述べたように、本実施形態に係るセルロース繊維の製造方法によれば、上記実施形態2の効果に加えて、以下の効果を得ることができる。

反応溶液に反応助剤(電子供与性の物質)を加えることによって、反応溶液が中性の状態であったとしても組成物に含まれるセルロースをフェニルボロン酸で修飾(エステル化)することができる。反応工程の反応溶液が中性になり作業の安全性が増す。また、還元工程によりセルロース繊維が分散された溶液を容易に酸性とすることができる。

#### 【0075】

次に、上記実施形態2及び上記実施形態3に係るセルロース繊維の製造方法のより具体的な実施例と比較例とを挙げて、実施例の評価結果を説明する。

#### 【0076】

(実施例1)

[セルロース繊維の製造]

出発原料には漂白したクラフトパルプ(KP)を用いる。KPを水に分散させ、第1次解繊工程をジューサーミキサーで10分間行う。第1次解繊したKPの水分散液にフェニルボロン酸、エタノール、水を加え、pHを8.5以上になるよう水酸化テトラメチルアンモニウムで調整した溶液を反応工程の反応溶液とし、常温で12時間攪拌する。攪拌中はpHメーターでpHを常時モニタリングし、pH8.5以上を維持するように水酸化テトラメチルアンモニウムを加える。反応溶液の組成は表1に表す。攪拌後、未反応のフェニルボロン酸を除去するため、濾過した。濾過と同時に表1の組成比のエタノール、水、

10

20

30

40

50

水酸化テトラメチルアンモニウムの混合溶液を洗浄液として、反応溶液と同量の洗浄液を5回流し、濾過で残ったフェニルボロン酸で修飾されたセルロース繊維を回収し、洗浄液に分散させる。分散させる濃度は分散液に対して0.5重量%とする。フェニルボロン酸で修飾されたセルロース繊維の洗浄液分散液をジューサーミキサーで第2次解繊工程を行う。解繊時間は10分とする。

【0077】

【表1】

物質	セルロースに対する重量比
フェニルボロン酸	74%
エタノール	900%
水	900%
水酸化テトラメチルアンモニウム	pH8.5以上となるように調整

10

【0078】

(実施例2)

[セルロース繊維の製造]

実施例2は実施例1と反応溶液の組成物、組成比、pHが異なる。実施例2の反応溶液では、第1次解繊したKPの水分散液にフェニルボロン酸、エタノール、ジメチルエチルアミン、水酸化テトラメチルアンモニウムを加えたものを反応溶液とした。その他は実施例1と同じ。表2に実施例2の反応溶液の組成比を表す。

20

【0079】

【表2】

物質	セルロースに対する重量比
フェニルボロン酸	74%
エタノール	900%
水	900%
ジメチルエチルアミン	440%
水酸化テトラメチルアンモニウム	pH7.4以上となるように調整

30

【0080】

(比較例1)

比較例1のセルロース繊維の製造方法は、実施例1の第1次解繊のみを行った。

【0081】

(比較例2)

比較例2のセルロース繊維の製造方法は、実施例1の反応溶液にフェニルボロン酸を入れず、その後の工程を行った。

40

【0082】

(比較例3)

比較例3のセルロース繊維の製造方法は、実施例2の反応溶液にフェニルボロン酸を入れず、その後の工程を行った。

【0083】

(比較例4)

比較例4のセルロース繊維の製造方法は、実施例2の反応溶液に反応助剤のジメチルエ

50

チルアミンを入れず、その後の工程を行った。

【0084】

[評価結果]

セルロース繊維を0.5重量%の濃度で含む水の分散液における可視光(400nmから600nmの波長の光)の透過率が80%以上のものを○(好適)、そうでないものを×(不適)とする。また、SEM(走査型電子顕微鏡)観察で平均繊維径が数nm~数100nm、平均繊維長が数100nm~数μmになっているものを○(好適)、そうでないものを×(不適)としたものを評価結果として表3に示す。

【0085】

【表3】

10

	透過率	SEM観察
実施例1	○	○
実施例2	○	○
比較例1	×	×
比較例2	×	×
比較例3	×	×
比較例4	×	×

20

【0086】

以下に、表3で示した実施例1及び実施例2、比較例1から比較例4の評価結果の詳細を記す。実施例1と実施例2は透過率、SEM観察ともに「○」の評価が付いているが、透過率にはほとんど差がないものの、SEM観察においては実施例1のほうが第2次解繊後の平均繊維径、長さが小さくなっていた。セルロース繊維の平均的なサイズの違いは、実施例1のアルカリ性反応溶液の反応速度係数が、実施例2の中性で反応助剤を加えた反応溶液より大きいため、より多くのフェニルボロン酸がセルロースを修飾していることに起因している。

30

【0087】

次に、表3で示した、比較例1から比較例4で評価結果が「×」となったものの詳細を記す。まず、第1次解繊のみを行った比較例1のセルロース繊維が最も大きく、粗大であった。これと透過率、SEM観察によるサイズがほとんど変わらなかったのが、フェニルボロン酸を入れない比較例2と比較例3である。比較例3より比較例2は若干サイズが小さくなっていたが、比較例2ではアルカリ性が強くセルロースがより分解されたためと考えられる。

【0088】

続いて、実施例2と比較例4で、反応助剤を加えた実施例2は透過率も高く、観察でも微細なセルロース繊維が観測されたが、反応助剤を加えない比較例4では0.5重量%の分散液は白濁し、SEM観察でも第1次解繊のみのものでほとんど変わらないものであった。中性の反応溶液では反応助剤(電子供与性の物質)の有無でフェニルボロン酸の修飾効率が大きく異なるためと考えられる。

40

【0089】

次に、上記実施形態1のセルロース繊維、あるいは上記実施形態2または上記実施形態3のセルロース繊維の製造方法により得られたセルロース繊維を利用した成形物の加工方法の例について以下に述べる。

【0090】

<セルロース繊維のシート>

50

フェニルボロン酸で修飾されたセルロース繊維を溶媒に分散させ、溶媒で分散液の粘度を調整する。分散液の粘度は1000 Pa・sec以下の溶液であることが好ましい。成膜のしやすさの観点から1 Pa・sec以下の粘度に調整することがより好ましい。分散液の粘度は成膜方法、成膜するシートの厚さなどによって適宜変えることができる。分散液に使う溶媒は、前述した第1次解繊工程で示したセルロースを含む組成物を分散させる溶媒から1つもしくは複数を混合したものを使うことができる。成膜プロセスは前述したとおり、塗布に代表されるスピンコート法、インクジェット法、ディスペンサー、スプレーコート、フローコーティング、凸版印刷、凹版印刷などが挙げられる、その他、抄紙、分散液を濾過しフィルターの堆積物をシート化する方法などがある。ここではフローコーティング法を採用する。分散液は溶媒に水を使い、粘度は20000 Pa・secに調整した。塗布した分散液を乾燥させ、セルロース繊維のフィルムとする。乾燥方法は自然乾燥、送風乾燥、加熱乾燥、真空乾燥、加圧加熱乾燥などあるが、ここではプロセス速度の高速化、乾燥後のソリなどを低減するため、加圧加熱乾燥を採用した。加熱温度100、荷重10 tで乾燥した。シート成形後、pH3の酢酸水溶液で還元し、修飾基であるフェニルボロン酸を水酸基に戻す。このシートをエタノールで洗浄後し酢酸を除去し、100、荷重10 tの加圧加熱乾燥でセルロース繊維のシートとする。

#### 【0091】

これにより、厚みが10 μm程度の光透過性を有するセルロース繊維のシートが得られる。セルロース繊維は微細であることから比表面積が多くなっているため、セルロース繊維同士の絡む接点が多く機械的な強度が非常に強いことが特徴である。また、セルロース繊維を構成する材料にアルカリ金属を含まないため、電子デバイスの構造部材などに利用することができる。さらに、結晶性の高いセルロース繊維であることから出来上がるシートのガスバリア性は非常に高く、食品包装などにも利用することができる。加えて、植物由来の上述した化学式(1)で示すセルロースを用いているため、生体適合性が良く、食品、衣料、医療応用も可能である。

#### 【0092】

##### <セルロース繊維複合樹脂のペレット>

実施形態1のセルロース繊維、あるいは実施形態2または実施形態3のセルロース繊維の製造方法を用いて得られたセルロース繊維を繊維強化樹脂(FRP: Fiber Reinforced Plasticsの略)の繊維として利用する。まずフェニルボロン酸で修飾されたセルロース繊維を乾燥させ水分、溶液を除去する。次に樹脂と、セルロース繊維とを複合化する方法には、熔融混練、溶液混合、未重合の樹脂にセルロース繊維を混ぜ固める、セルロース繊維に熔融した樹脂を含浸させるなど様々な方法があるが、ここでは乾いた樹脂を加熱によって熔融し、熔融した樹脂とセルロース繊維とを混ぜる熔融混練を採用する。混練には一軸混練機、二軸混練機、ロール混練機、ミキサーなど様々な方法があるが、ここでは一軸押出成形機を用いる。樹脂はポリエチレンを用いる。装置へ樹脂とセルロース繊維を投入する際、二つの材料の相溶性を高めるために、相溶加材を入れることができる。ここでは、相溶加材は使わない。樹脂の熔融温度は180とする。押出成形機の熔融混練された樹脂の出口の径は5 mm丸である。出口から出てきた樹脂を水浴で急冷し、急冷後5 mm間隔でカットし、粒径5 mmのペレットとした。このペレットを使い、射出成形機を使い成形加工を行うことができる。

#### 【0093】

前述のセルロース繊維複合樹脂のペレット、ポリエチレンを用いたが、その他の熱可塑性の樹脂で熔融温度が300以下の樹脂であれば特に限定されない。例えば、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブチレン、ポリブタジエン、ポリクロロブレン、ポリカプロラクタム、ポリアセタール、ポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリ酢酸ビニル、ポリウレタン、ポリ四フッ化エチレン、ポリフッ化ビニリデン、ポリメチルメタクリレート、ポリブチルメタクリレート、ナイロン6, 6、ナイロン11、ポリカーボネート、ポリフェニレンエーテル、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリシクロオレフィン、ポリフェニレンスルフィド、ポリスルホン、ポリエ

10

20

30

40

50

ーテルスルホン、ポリエーテルエーテルケトン、ポリアリレートなどに挙げられるものホモポリマー、コポリマー、混合物などを用いることができる。

【0094】

前述のセルロース繊維複合樹脂のペレットでは、相溶加材を用いなかったが、一例として以下に挙げるものを混ぜることもできる。マレイン酸変性ポリエチレン、マレイン酸変性ポリプロピレン、マレイン酸変性スチレン、スチレン アクリロニトリル メタクリル酸グリシジルコポリマー、スチレン アクリロニトリル無水マレイン酸コポリマーなどの相溶加材。

【0095】

前述のセルロース繊維複合樹脂のペレットには微細なセルロース繊維が複合化しているため、単位重量当たりの強度を高く、単位体積当たりの強度を高める、もしくは、部品を軽量化しても必要な強度を得ることができる。また、疎水性のフェニル基で修飾されていることから、親水性のセルロース材料と、疎水性の樹脂材料との相溶性が向上し、相溶加材の量を減らすことができる。

【0096】

<セルロース繊維を含むインク>

上記実施形態1のセルロース繊維、上記実施形態2または実施形態3のセルロース繊維の製造方法で得られたセルロース繊維を溶液に混ぜてインクとすることができる。インクの用途としては、塗料、接着剤、印刷顔料、印刷染料、表面コート、表面改質、撥水処理、3D造形など様々あるが、ここでは、接着剤とする。セルロース繊維は凍結乾燥により水分を除き、アセトンで1重量%の分散液を作る。これに溶媒として、シクロヘキサノン、メチルエチルケトンで溶かした塩化ビニル 酢酸ビニルコポリマーを混ぜ、接着剤とする。この接着剤を接着面に塗布し、自然乾燥、加熱乾燥等で乾燥させ固めることで強固な接着を得ることができる。接着剤組成を以下の表4に示す。

【0097】

【表4】

成分	重量(%)
シクロヘキサノン	50
メチルエチルケトン	15
アセトン	14
塩化ビニル-酢酸ビニルコポリマー	20
セルロース繊維	1

【0098】

前述のセルロース繊維を用いたインクの応用としての、接着剤は、フェニルボロン酸で修飾されているため、接着剤主成分である樹脂との相溶性に優れ高い強度を持つ。また、微細なフィラーであるため非常に高強度である。また、セルロース繊維は結晶性が高いため、高いガスバリア性を発現させることができる。さらに、セルロース繊維は他のナイロン、カーボン、アラミド繊維に比べて安価に高い強度を得ることができる。

【0099】

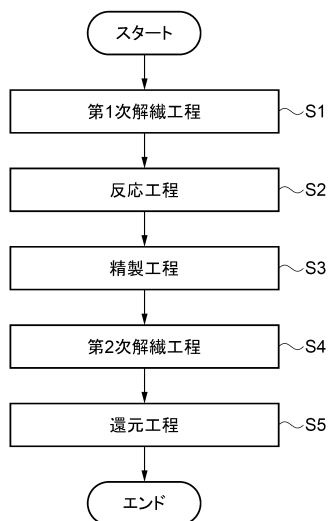
本発明のセルロース繊維を工業的に利用する方法は、前述した例に限らない。例えば、透明性を活かし板材に加工してレンズ、ガラス代替構造部材への応用が可能である。また、軽量、高強度である特徴を活かし棒状、柱状、ブロック状に加工し建材、自動車部品応用、複合樹脂から作られる電子部品、デバイスの筐体や部品類などへの応用が可能である。さらに、溶液中では微細なセルロース繊維が水素結合のネットワークを形成し、高いチクソ性を発現するので、高粘度な金属含有粒子インク、セラミックス粒子含有インク、顔

料インクなどに応用が可能である。

【0100】

本発明は、上記した実施形態に限られるものではなく、請求の範囲および明細書全体から読み取れる発明の要旨あるいは思想に反しない範囲で適宜変更可能であり、そのような変更を伴うセルロース繊維および該セルロース繊維の製造方法もまた本発明の技術的範囲に含まれるものである。

【図1】



---

フロントページの続き

(56)参考文献 国際公開第2014/148917(WO, A1)

特開2014-215292(JP, A)

Noam Levi et al., Depolymerization of Cellulose in Water Catalyzed by Phenylboronic Acid Derivatives, ACS Sustainable Chem. Eng., 2016年, 4, 5799 - 5803, DOI: 10.1021/acssuschemeng.6b01071

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

D21H 11/20

C08B 5/00

D21H 11/18