

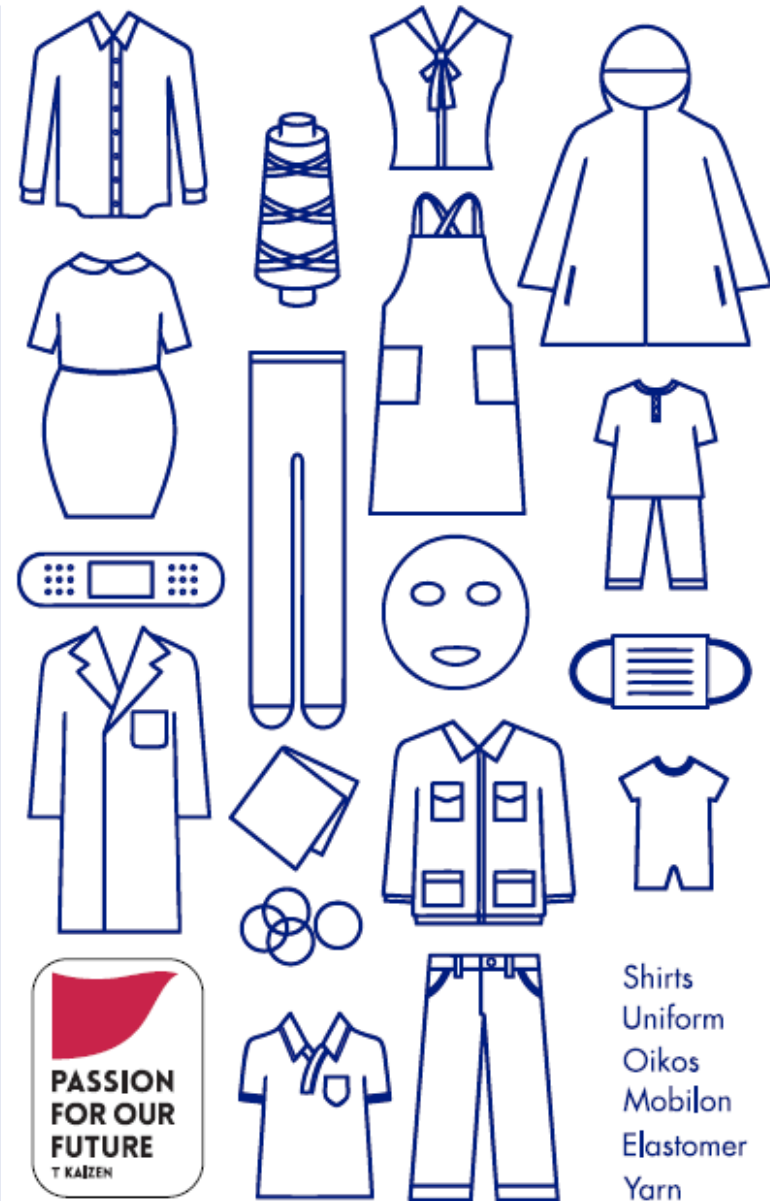
産業構造審議会繊維産業小委員会
報告資料

NEDO委託事業

「2022年度-23年度NEDO先導研究プログラム
／エネルギー・環境新技術先導研究プログラム／
植物由来繊維資源循環プロセスの研究開発」
成果報告

2024.3.18

日清紡テキスタイル



目次

1. NEDO委託事業「NEDO先導研究プログラム／エネルギー・環境新技術先導研究プログラム／植物由来繊維資源循環プロセスの研究開発」概要
2. イオン液体とは
3. イオン液体によるセルロース溶解
4. 進捗状況 概要
5. 今後の課題
6. 謝辞

1. NEDO委託事業 概要

「NEDO先導研究プログラム／エネルギー・環境新技術先導研究プログラム／植物由来繊維資源循環プロセスの研究開発」

目的

イオン液体を活用し、廃棄衣類を構成する材料のうち綿や再生セルロースなどの植物由来繊維資源の高機能性アップサイクルを可能とする新規成形プロセスを確立する

⇒繊維 to 繊維リサイクルを加速し、循環型社会の実現に貢献する

達成目標 一覧

大項目	小項目	終了時目標
研究項目 A. 回収綿資材前処理プロセス並びにイオン液体中でのセルロース重合度維持技術の開発	再生セルロース繊維高強度化を担保した二軸混練押出機によるセルロース溶液調製法の確立	連続的なセルロース溶液試作量を300-500g/時間以上とする
研究項目 B. 紡糸プロセスの最適化	高強度再生セルロース繊維のパイロットスケール試作プロセス開発	物性目標値*1を達成するサンプルを100g/日以上
研究項目 C. データ駆動型プロセス最適化のための小型湿式紡糸機開発	市販化に向けた湿式紡糸機改良	紡糸条件設定支援機能を持つ小型湿式紡糸機の市販化に向けたビジネスモデル策定
研究項目 D. イオン液体回収技術開発	イオン液体回収プロセスの開発	イオン液体中のカチオン成分回収率95モル%以上の回収技術を確立する
	回収イオン液体の品質管理手法の開発	生産プロセスで適応可能な回収イオン液体の品質管理手法を確立する

*1 物性目標値：織度1-10dtexかつフィラメント数24フィラメント(以上)で5.5cN/dtexの強度を持つ再生セルロース繊維

2. イオン液体とは

イオン液体とは

- イオン液体（イオンえきたい、ionic liquid）は、化学において、液体で存在する塩（えん）をいう。かつてはイオン性流体、低融点溶融塩などとも呼ばれた
- 「塩」(NaCl)に代表される無機塩は、小さなイオンから構成されており、イオン間の静電相互作用が非常に大きいため常温下では固体であり、これを液体化するには800℃以上に加熱する必要がある。しかし塩を構成する無機イオンよりも大きいある種の有機イオンに置換した場合、融点が低くなり、室温付近でも液体状態で存在するようになることがある

出典 フリー百科事典『ウィキペディア（Wikipedia）』

イオン液体の代表的な構造

- ◆ 4級塩型(あえて命名するなら)
ほぼすべてのイオン液体はこのタイプ。カチオンとアニオンの組み合わせにより様々な特長を示す
- ◆ 中和塩型
プロトン付加型とも呼ばれ、イオン液体のなかでは特殊な構造の部類。中和塩型はpHによりプロトンの付加脱離がコントロール出来る
- ◆ ツビッターイオン型
同一分子内にプラスイオンとマイナスイオンを持つもの。イオンが移動しないことを目的に電解質溶媒として開発されたが、最近ではセルロースを溶かすものも開発されている

2. イオン液体とは

イオン液体の主な用途

- 電解液
⇒低融点・高導電性
- 帯電防止剤
⇒高導電性・低揮発性・設計の自由度
- CO₂吸収剤
⇒低揮発性・設計の自由度
- 潤滑剤
⇒安定性・不揮発性・設計の自由度

近年、セルロース溶媒としてのイオン液体が注目

- 石油等の化石資源代替としてバイオマスに着目
- 中でも、非可食性バイオマスとして、セルロースが注目
- セルロースは分子間水素結合が強固であり、溶解することが困難
- イオン液体は、マイルドな条件でセルロースを溶解することができる溶媒として注目

3. イオン液体によるセルロース溶解

静置法

投入直後



2時間後



4 時間後



左：原綿 右：粉碎綿

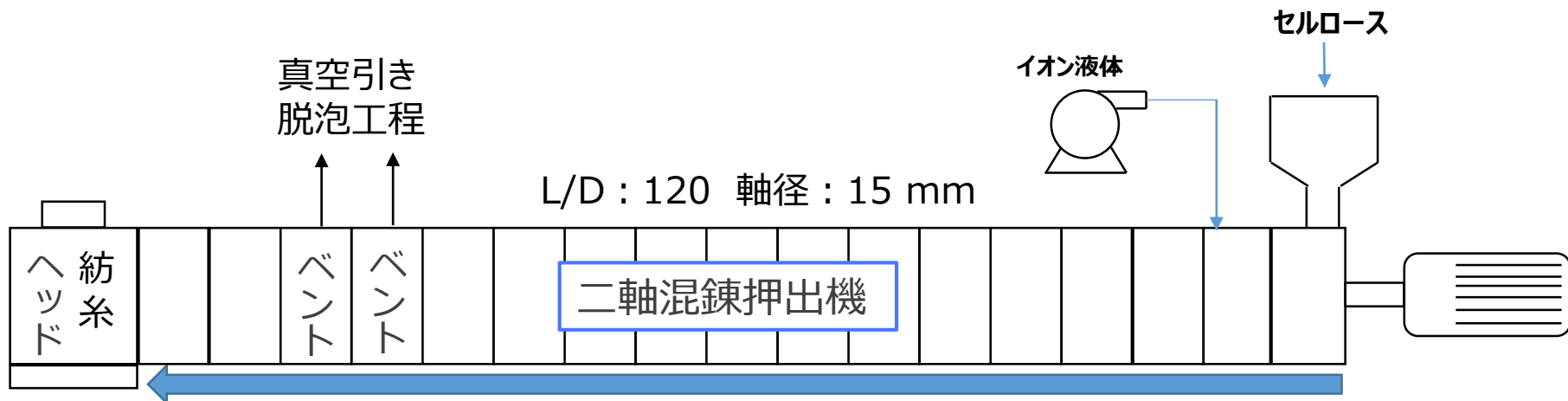
- セルロース溶解には長時間必要
- 粉碎綿でも、溶解するまでに4時間程度かかる
(原綿では、10時間以上経っても目視では不均一に見える)

溶解液作製条件

- ・セルロース濃度 5wt%
- ・温度 80℃
- ・大気圧下

3. イオン液体によるセルロース溶解

二軸混練押出機を用いたセルロース溶解工程

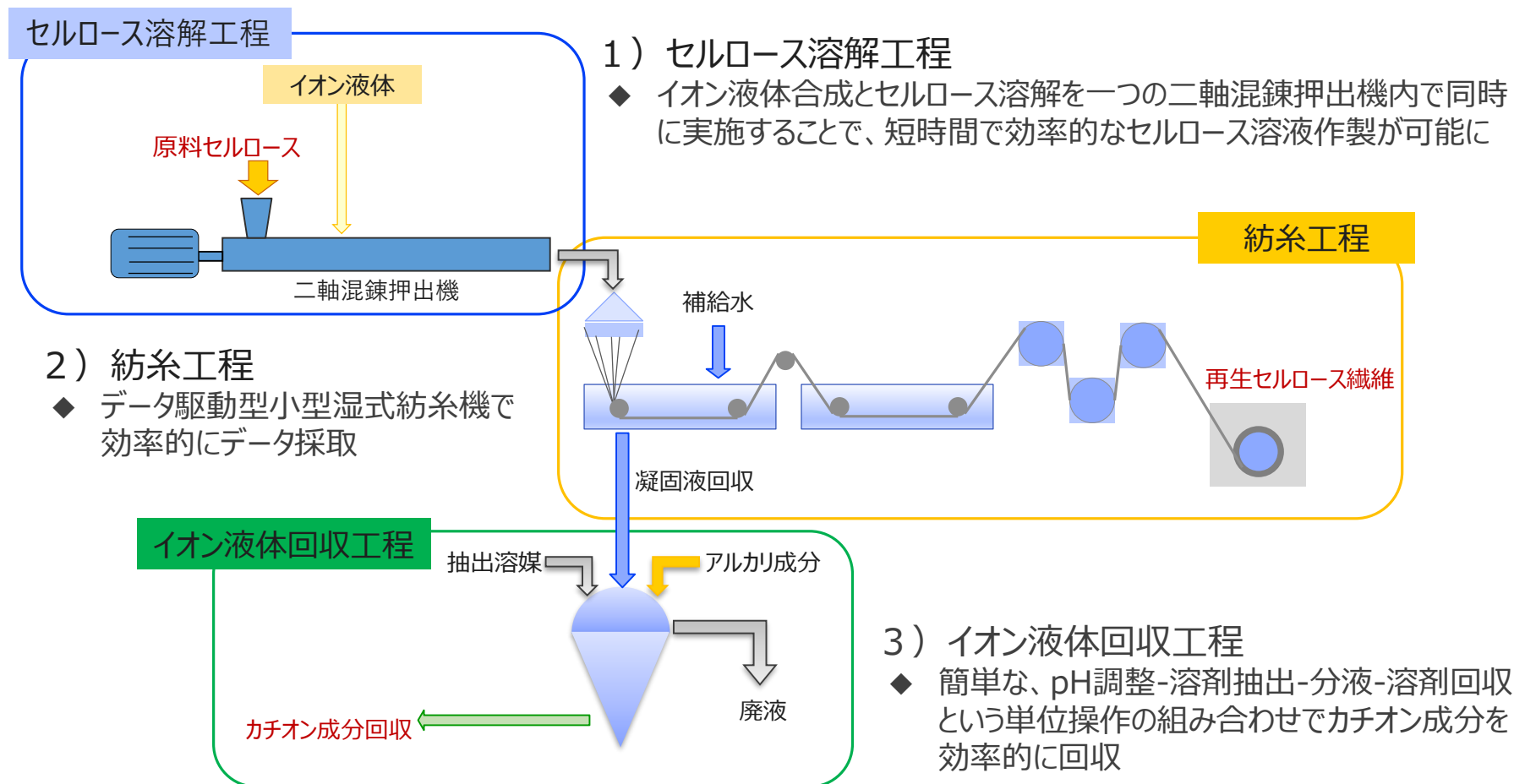


- 二軸混練押出機にセルロースを投入し、予め合成したイオン液体を投入して溶解
- セルロース溶解には、ある程度の滞留時間と温度が必要
- スクリュ回転数を上げて剪断を掛けると、溶解性は向上

4. 進捗状況 概要

「NEDO先導研究プログラム／エネルギー・環境新技術先導研究プログラム／植物由来繊維資源循環プロセスの研究開発」 概要

《工程概略図》

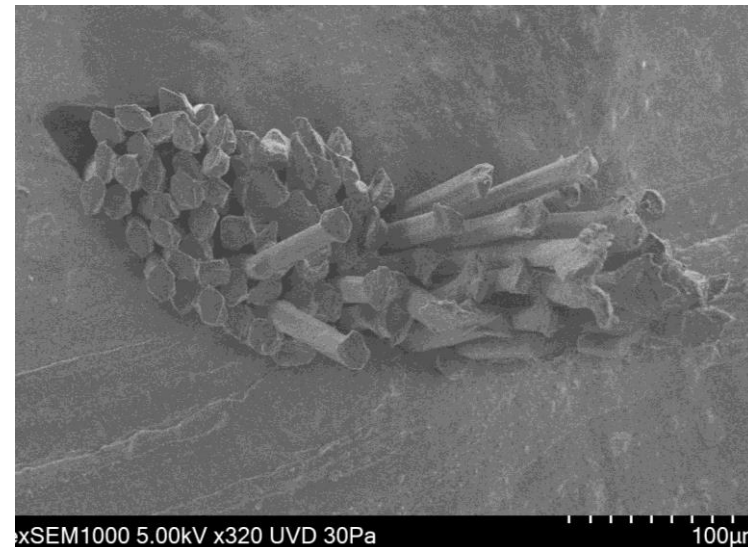


4. 進捗状況 概要

従来再生セルロース（レーヨン等）課題	新技術の優位性
- 原料はバージンパルプ - 溶剤の毒性が高く、環境負荷が高い - 重合度低下が大きく、強度が低い	- 原料は廃棄綿（サーキュラーエコノミー） - 溶剤のイオン液体は安全性が高く、環境負荷が低い - 強度が高く、機能性付与の可能性あり

【現時点の到達点】

- 綿100%品の溶解条件は概ね確立
⇒機能加工品、T/C混紡品等の溶解条件検討
- 基本的な紡糸条件確立
 - ・引張強度 5.5cN/dtex以上（1.5dtex以下）のフィラメント（100フィラメント）試作に成功
- イオン液体回収プロセス確立

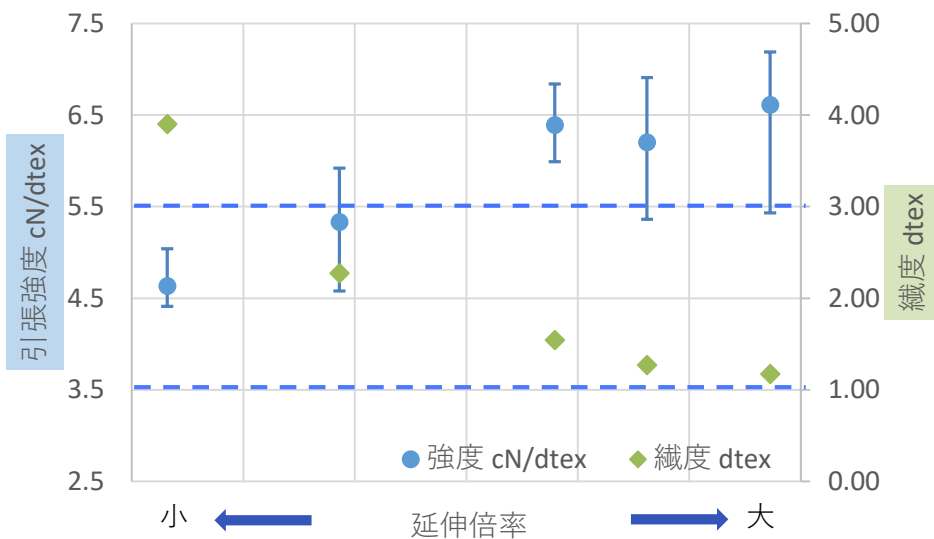


4. 進捗状況 概要

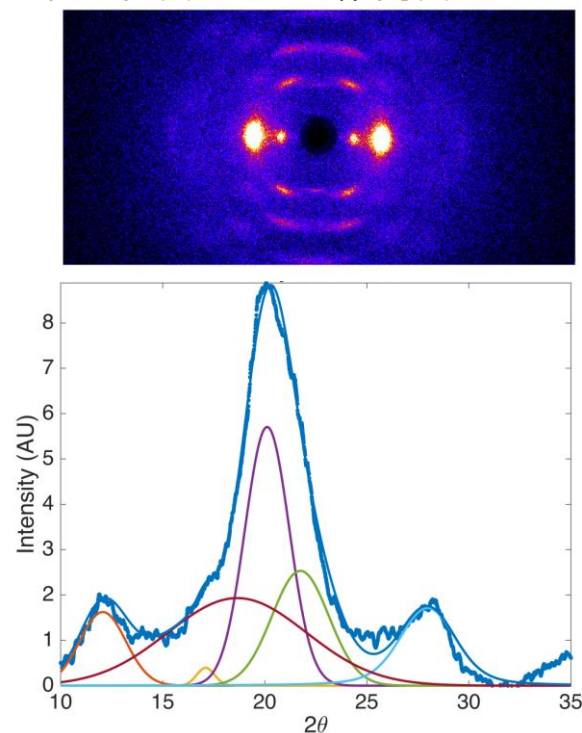
紡糸条件検討結果

湿式紡糸条件（セルロース溶液濃度・ノズル径・紡糸温度・エアギャップ・延伸倍率・凝固浴温度）と得られた繊維の繊維度・引張強度・結晶化度の相関を調査した（フィラメント数は30）

延伸倍率↑によって、繊維度↓ & 引張強度↑



結晶化度 : 86% 配向度 0.87

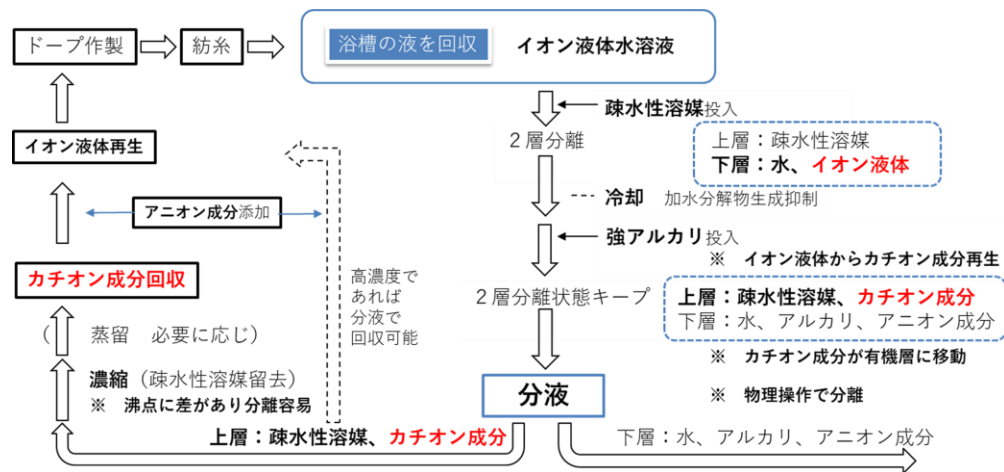
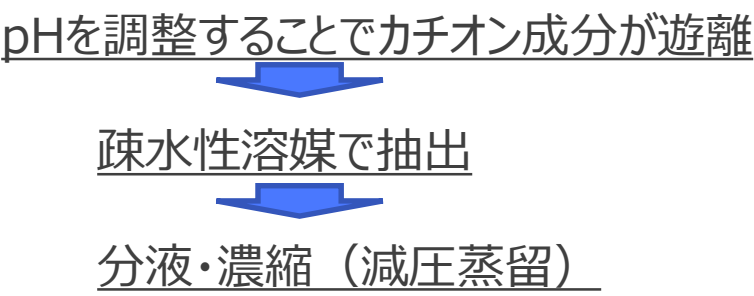


2 D WAX 測定による結晶化度・配向度決定

4. 進捗状況 概要

イオン液体回収工程 概略

凝固液中のイオン液体回収方法 (特許出願済み)



エネルギーをほとんど使うことなくカチオン成分を効率よく回収することが可能

スケールアップ検証実施
工業スケールでの試験でも、ラボスケールと同等の回収率を達成できることを確認

	カチオン原料回収量	内分解物含有量
工業スケール (40Lスケール)	97%	3.5～5.3%
ラボスケール (500mlスケール)	95%以上	平均3%前後

5. 今後の課題

技術的優位性と事業化への課題

①技術的優位性

➤ 低コスト（低エネルギー消費）・高効率のイオン液体回収方法の確立

中和塩型イオン液体という比較的安価でありながらセルロース溶解能力の高いイオン液体を用いて、回収もpH調整-溶剤抽出-分液-溶剤回収という簡便でエネルギー消費量の少ない方法を見出した

➤ 効率的なセルロース溶解手法の確立

セルロース溶解を二軸混練押出機内でイオン液体合成と同時に行うことで、イオン液体合成工程を省略するとともに合成時の反応熱を活用してセルロース溶解を短時間で効率的に行う手法を開発した

➤ T/C混紡品からのセルロース抽出など分離技術への応用の可能性

イオン液体によるセルロース溶解技術は、T/C混紡品からセルロースのみ抽出することが可能である。セルロース抽出後のろ過・洗浄方法を検討する必要があるものの、分離技術として活用することができる可能性が高い

5. 今後の課題

②セルロース再生技術としての課題

➤ 生産技術（量産技術）開発の加速

現時点の到達点は、基礎技術開発の段階。量産化するためには設備構成、運転管理方法も含めた生産技術的な開発が必要であり、早期量産化に向けて基礎的な技術開発と同時並行で生産技術開発を進めていくことが重要。また低コスト（イニシャル、ランニング）な設備、運用方法の検討が必要。

➤ 純度の高いセルロース原料の調達、確保

セルロース原料中の不純物が少ないほど、濾材の交換など不純物除去の作業が減少する。生産効率向上のためには、いかに純度の高いセルロース原料を調達することが重要。

➤ 分離・分別コストの低減

現在、繊維製品の回収～分別・分離までは人海戦術で実施している工程が多く、コストアップの要因となっている。この工程の省力化が出来れば、循環サイクルが回りやすくなると思われる。

6. 謝辞

本日報告した成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（N E D O）の委託業務（JPNP14004）の結果得られたものです。

ご清聴ありがとうございました。
Thank you for your attention.