

ナノセルロース海外研究開発動向

経済産業省 平成24年度中小企業支援調査

報告書から読み解く

平成26年2月7日

株式会社三菱化学テクノロジーサーチ

大岸 治行

ナノセルロース海外調査の目的

- ナノセルロースは、その軽さと強靱な性質が注目されている天然素材であり、世界的に開発競争が激化している。そうした状況の中で、日本におけるナノセルロースに係わる研究開発の円滑な推進や事業化に資することを目的に、2012年12月10日～12月20日に亘って経済産業省事業として、北米及び北欧の研究機関を訪問し、研究開発の動向、事業化や用途開発の取組みについて調査を行った

海外調査説明資料の構成

1. 訪問機関・スケジュール
2. 訪問機関の活動状況
 - ・研究機関
 - ・支援機関
3. ナノセルロースの安全性・標準化
4. 特許の取扱い
5. 研究開発・事業化レベルのまとめ

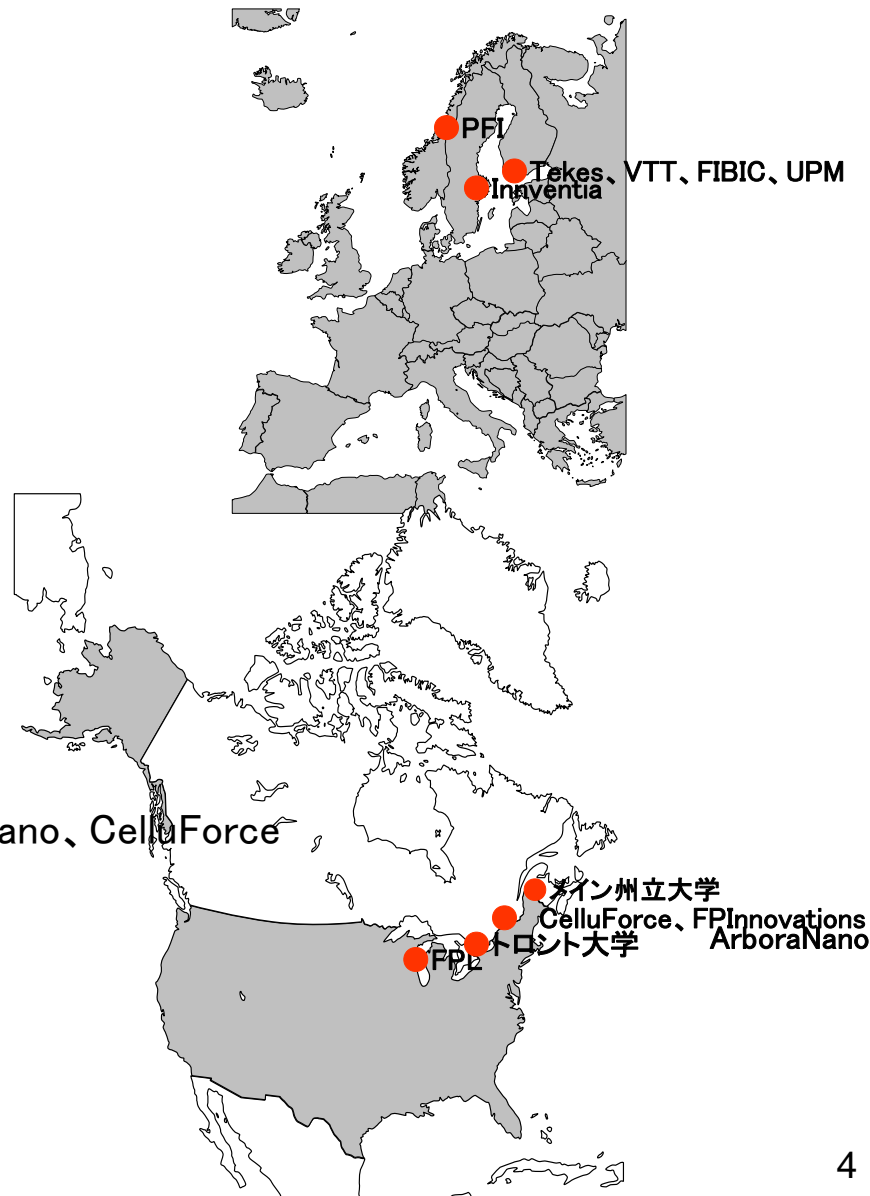
1. 訪問機関・スケジュール (1) 訪問機関

国	訪問機関	機関の種類
ノルウェー	PFI(Paper and Fibre Research Institute) Dr. Philip Andre Reme、Dr. Kristin Syverud、Dr. Karin Qyaas	研究開発企業
フィンランド	Tekes(フィンランド技術庁) Dr. Mika Aalto、Dr. Markku Lamsa、Mr. Reijo Munther、Dr. Mitsuru Niwano、Mr. Markku Heino	公的ファンド組織
	VTT Technical Research Centre of Finland Ms. Pia Qvintus、Erkki Hellen、Prof. Janne Laine(Aalto大学)	公的研究機関
	FIBIC(Finnish Bioeconomy Cluster) Christine Hagstroma(GEO)、Markku Leskela(VTT)、Pia Qvintus(VTT)、Erkki Hellen(VTT)、Markku Heino(Tekes)	研究支援機関
	UPM-Kymmene Esa Laurinsilta、Dr. Antti Laukkanen	製紙会社
スウェーデン	Innventia Mikael Ankerfors、Prof. Tom Lindstrom、Dr. Eva Alander	研究開発企業
米国	メイン州立大学 Director Hemant Pendse、Director Michael A.Bilodeau、Prof. Douglas W.Bousfield、Prof. Douglas J.Gardner、Associate Prof. David J.Neivandt	大学
	FPL(Forest Products Laboratory、農務省林産物研究所) Dr.Theodore H. Wergner、Alan W. Rudie、Dr. Gregory T. Schueneman、Director Douglas S. Clawson	公的研究機関
カナダ	FPInnovations Dr. Jean Bouchard、Joanne Hubert	研究機関
	ArboraNano Dr. Ron Crotagino	研究支援機関
	CelluForce Dr. Richard Berry、Dr. Raman Nayar	ベンチャー企業
	トロント大学 Prof. Mohini Sain	大学

1. 訪問機関・スケジュール(2)スケジュール

● 北欧(ノルウェー、フィンランド、スウェーデン)

- 平成24年12月10日 ノルウェー:PFI
11日 フィンランド:Tekes、VTT
12日 フィンランド:FIBIC
13日 フィンランド:UPM
14日 スウェーデン:Innventia



● 北米(米国、カナダ)

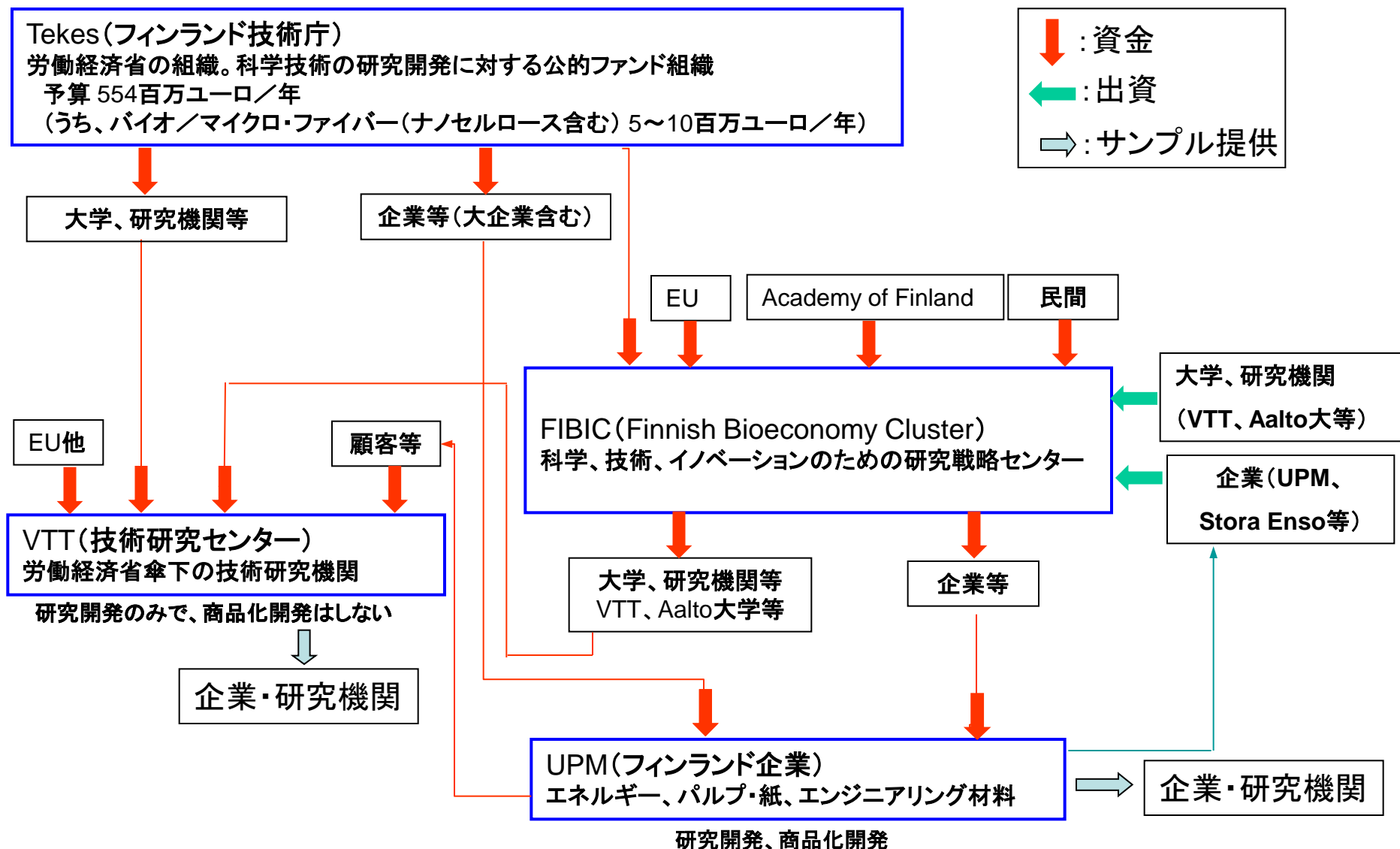
- 平成24年12月17日 米国:メイン州立大学
18日 米国:FPL
19日 カナダ:FPInnovations、ArboraNano、CelluForce
20日 カナダ:トロント大学

メイン州立大学
CelluForce、FPInnovations
ArboraNano
FPL
トロント大学

2. 訪問機関の活動状況 (1)フィンランド

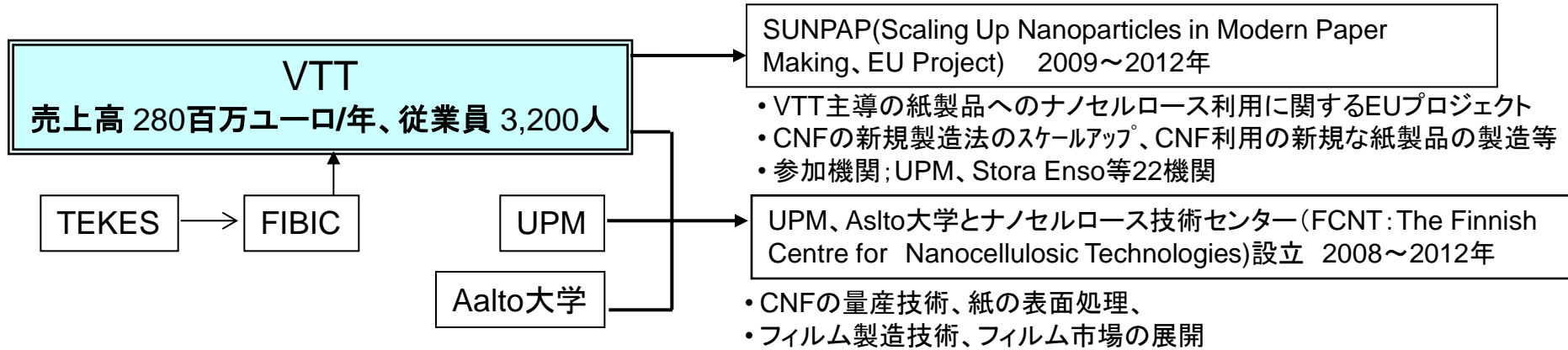


研究開発・事業化体制の全体像



2. 訪問機関の活動状況(1)フィンランド

—VTT Technical Research Centre of Finland— (参加プロジェクト)



資金	CNF製造方法	応用開発
<p><u>FCNT予算</u> 2500万ユーロ(28億円)/5年</p> <p><u>オープンリサーチ</u> 200万ユーロ(2.2億円) (Tekes; 70%、Aalto大・VTT・参加企業; 30%)</p> <p><u>企業提携研究</u> 300万ユーロ(3.3億円)</p>	<p><u>前処理</u> CM化、TEMPO、カチオン化、 酵素処理</p> <p><u>機械処理</u> マスコロイダー、マイクロフルイ ダイザー</p>	<ul style="list-style-type: none"> • CNFフィルム(プラスチック基板にCNFを塗布した半透明シート) • レオロジー改質剤(食品、化粧品、エマルジョン安定剤、塗料等の粘度コントロール) • コンポジット(CNF表面にカプロラク톤をグラフト重合) • 製紙用添加剤(CNFの添加でフィラー量を増加させ、乾燥コスト低減)

- VTTは研究機関であり、商業化開発は行っていないが、用途開発では紙用途での実証試験を行っている
- 安全性研究・国際標準化も含めて、世界的にCNF研究をリードしている

VTT(フィンランド)訪問



CNFフィルム(可塑剤あり)

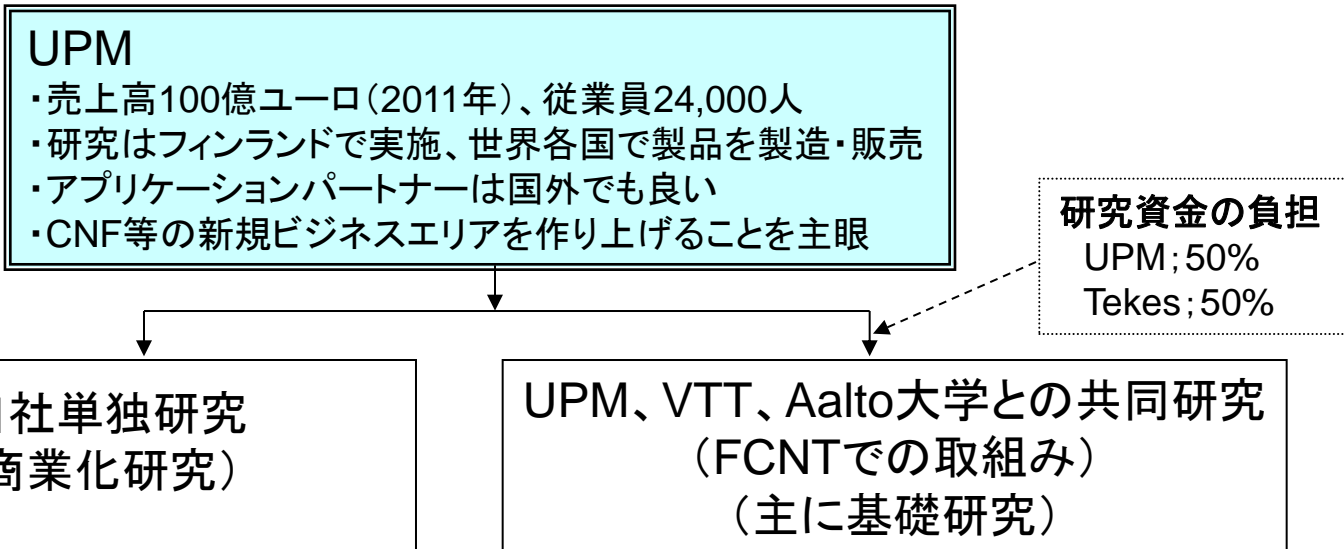


CNFフィルム(可塑剤無し)

- いずれもパイロットマシンで製造(VTT内)、可塑剤が無いと乾燥収縮により切れてしまうため、連続フィルム(ロール)が製造出来ない。
- フィルムの透明度が低くTEMPO酸化CNFより解繊度は低いと思われる。上記連続フィルムの製造速度は9-10m/分と遅く、実用化には更なる改良が必要と思われる。

2. 研究機関の活動状況(1)フィンランド

— UPM-Kymmene —

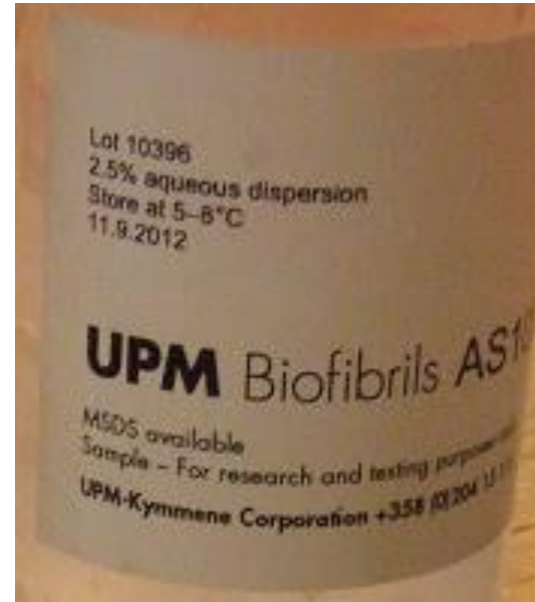


自社単独研究	共同研究
<ul style="list-style-type: none"> ・Otaniemi工場(ヘルシンキ)に、様々なグレードのCNF製造が可能なパイロットプラントを自社資金で建設(2011年11月)。用途開発に伴う大量のサンプル提供が可能(多種類のCNF)。 ・Biofibril技術に関し、協力的なIPRポートフォリオを確立。 ・製紙用(パッケージ)、レオロジー制御剤、コンクリート添加剤が有望 ・コンポジットは開発中断 	<ul style="list-style-type: none"> ・UPMがCNFサンプルを供給、研究はVTTとAalto大学で実施 (2008~2012、500万ユーロ/y) ・5グレードのCNF製造プロセス確立

➡

- ・川上から川下まで、強力な特許網を構築している模様
- ・パイロット建設や、安全性データでは先行しているが、用途開発成果についてはこれからと思われる

UPM(フィンランド)訪問



UPMフィブリルサンプル(左から1⇒4)

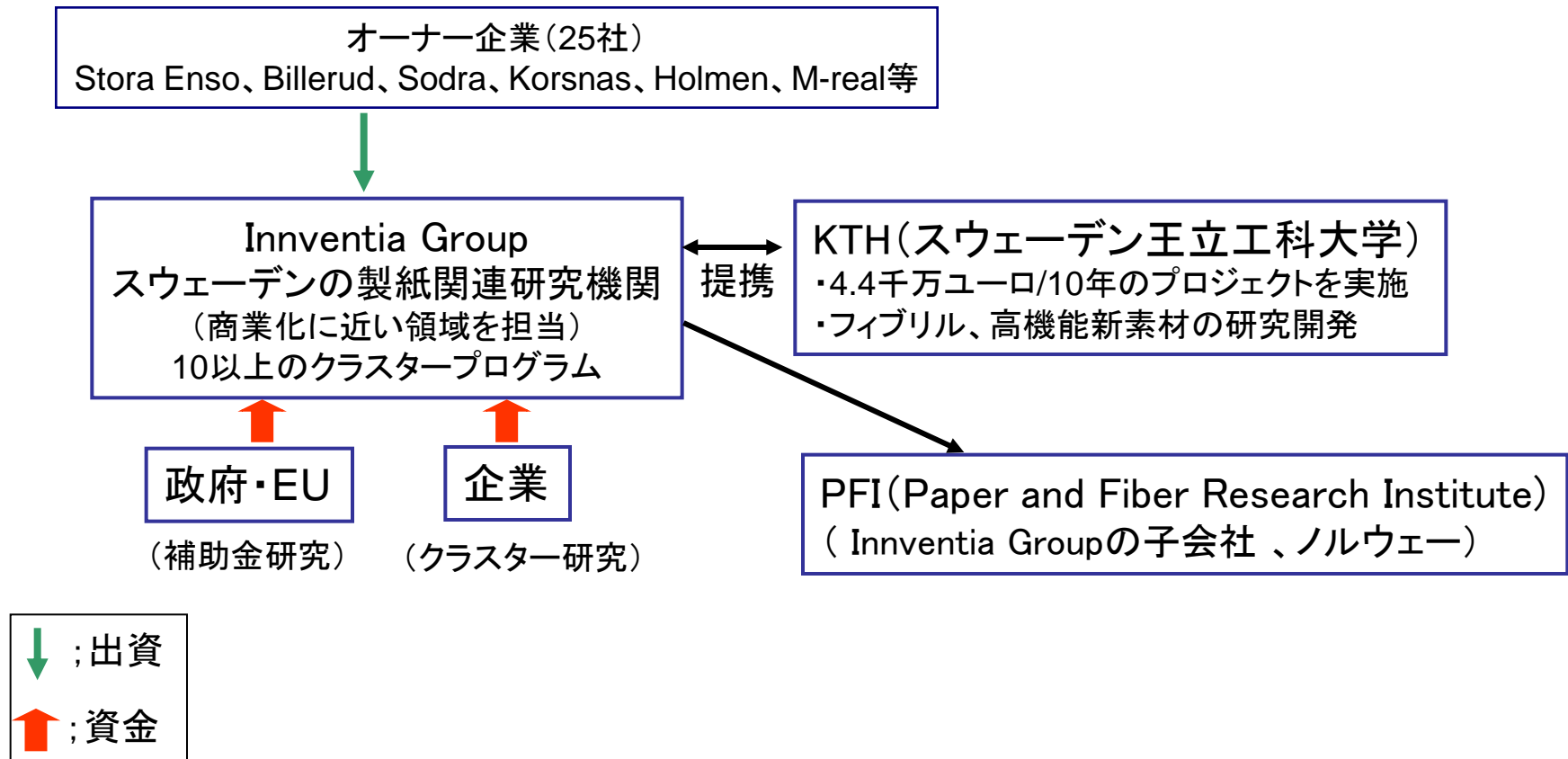
	外観	濃度	化学処理	コメント
1	白濁・粘状液体	1.5%	無し	未解繊繊維があり白濁
2	透明・粘性液体	0.5%	あり	
3	白濁・ペースト	2.5%	あり	2を濃縮。「UPM Biofibrils AS100」
4	白濁・そぼろ状	25%	あり	2を濃縮。

2. 訪問機関の活動状況 (2)スウェーデン



研究開発・事業化体制の全体像

スウェーデンでは、Innventia GroupとKTHを中心に研究開発が進められている



2. 研究機関の活動状況(2)スウェーデン

— Innventia —

スウェーデンの製紙関連研究機関(商業化に近い領域を担当)

- ・オーナー企業; Stora Enso、Billerud、Sodra、Korsnas、Holmen、M-real
- ・スウェーデン政府・EUの補助金研究(1/3)、企業とのクラスター研究(1/3) コンサルタント業(1/3)

Innventiaのナノセルロース研究
(主としてCNFの商業化研究)

連携

KTH(スウェーデン王立工科大学)
(CNFの基礎研究)

スウェーデン政府及びEUの補助金を活用した研究

企業とのクラスター研究

参加プロジェクト; SustainComp 2008.9~2012.8

パイロットプラント

- ・100kg/日のCNFパイロットプラント建設(2011年)
- ・酵素品、アニオン品、カチオン品の製造可能
- ・叩解パルプ→酵素反応→リファイナー処理→ホモジナイザー処理

応用開発

- ・紙用添加剤(試験用抄紙機による紙用途研究(フィラー量増・パルプ量減によるコスト削減、表面平滑性向上、バリア性付与))
- ・コンポジット(緩衝材、強化プラスチック)
- ・フィルム(ナノセルロースフィルム)
- ・食品用途も検討中

- ・紙用途での利用に自信を持っており、製品化も近いと予想される
- ・出資さえすればInnventiaの技術を利用することも可能

2. 訪問機関の活動状況(3)ノルウェー

—PFI(Paper and Fibre Research Institute)—

Innventia Group
(スウェーデンの製紙関連研究機関)



PFI
(Innventia Groupの子会社、ノルウェー)

出資: Innventia 95%
製紙会社 5%

- 売上高 42百万NOK(6.3億円)
- 研究者24人(1/4がナノセルロースに従事)
- オープンリサーチを基本とした基礎研究が中心
- 企業と非公開の研究も実施

研究開発	課題	応用開発	研究開発設備・プラント
<u>CNF製造</u> ・機械処理 ホモジナイザー マスコロイダー ・前処理 TEMPO、CM化、 酵素処理	・コスト (解繊エネルギー、安 価な前処理) ・生産性 ・用途に応じた 最適な品質	・ガスバリアフィルム ・コーティング ・製紙用薬品(紙力 向上) ・乳化安定剤 ・塗料 ・メディカル応用 ・フィルター 等	・PFI内に小型ホモジナイザー(1%濃度、 200g(固形分)/h)を保有 ・Sorda Cell社(パルプ木材資源)、 Norske Skog社(製紙)、SPX Flow Technology社(デンマーク、装置メー カー)との共同で、1.5tCNF/dayのパ イロットプラントをSPX社内に建設

- ・PFIは基礎研究に特化し、パイロット製造・工業化検討は企業がリードと、バランス良く研究が実施されている
- ・独自の研究は少ないが、安全性については多くのデータを保有

PFI(ノルウェー)訪問

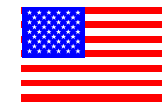


高圧ホモジナイザーSPX社製(デンマーク)
処理量:200g/hで濃度1%



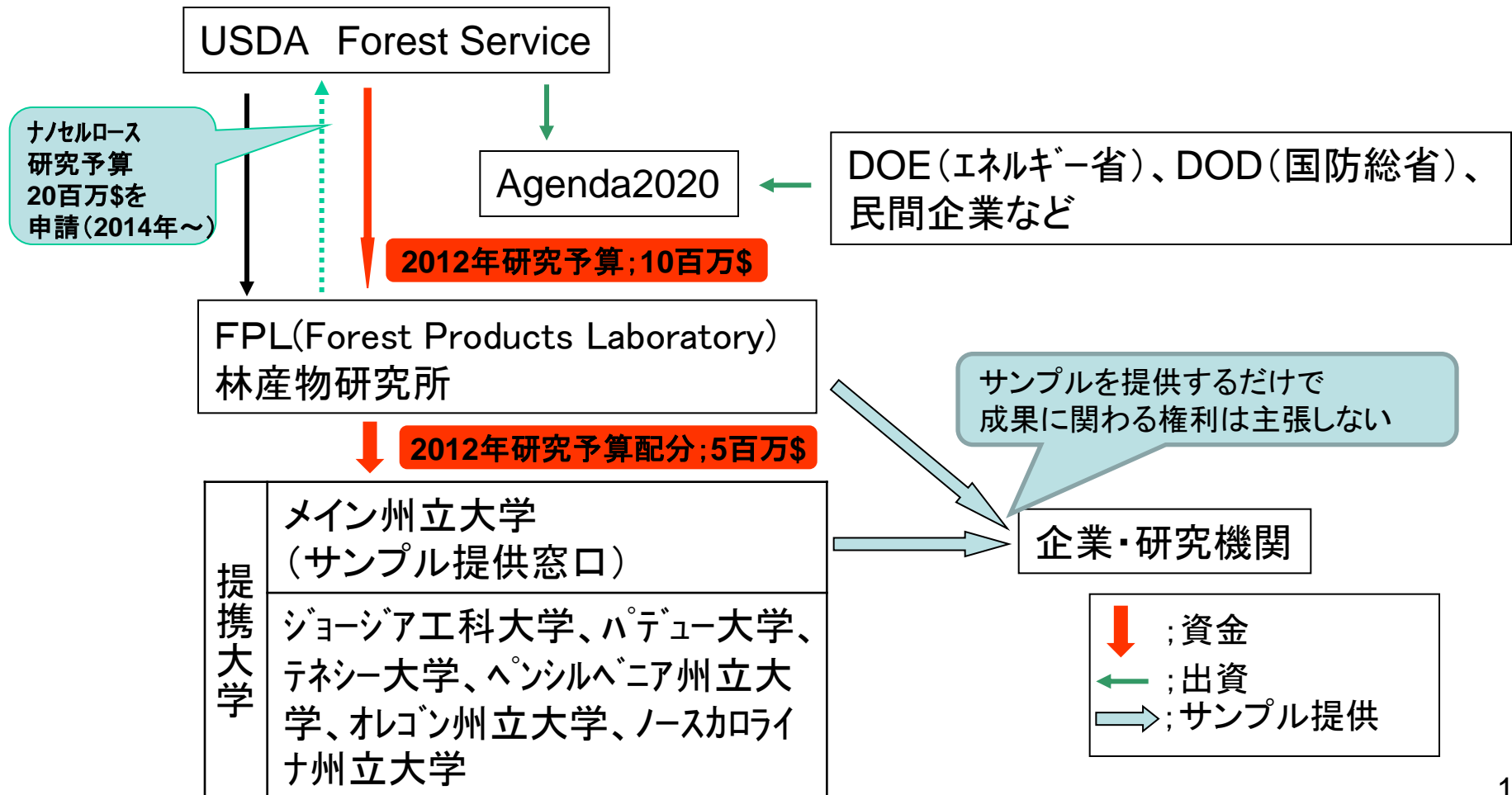
CM化CNF(ホモジナイザー)
左:未漂白、右:漂白パルプを使用
濃度;0.46%、3パス、1000Bar、透明/ゼリー状

2. 訪問機関の活動状況 (4) 米国



研究開発・事業化体制の全体像

Agenda2020(the American Forest & Paper Association Agenda 2020 Technology Alliance、紙業・林産物産業の新技术開発を目指す産学官連携協定)による研究開発プログラムが進行中



2. 訪問機関の活動状況(4) 米国

ーメイン州立大学ー

メイン州立大学

(他6大学:パデュー大学、ジョージア工科大学、ペンシルバニア州立大学、オレゴン州立大学、ノースカロライナ州立大学、テネシー大学)

FPL(農務省林産物研究所)

←→
(ナノセルロースに関する
コンソーシアム)

メイン州立大学

○CNFの用途として紙・コンポジットを想定、高付加価値品については未着手

○CNF1トン/日のパイロットプラント建設(1.3億円)→サンプル供給(提供価格;30ドル/kg)

○大学内組織; Process Development Center(PDC)

Advanced Structure and Composite Center(ASCC)

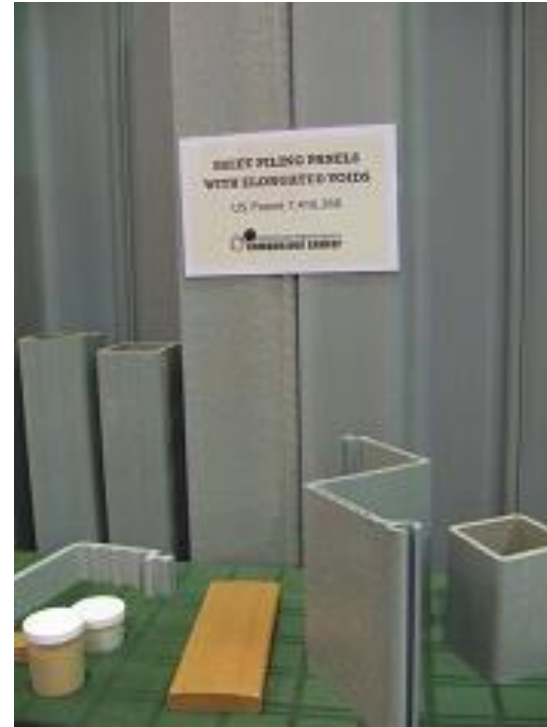
組織	設備・パイロットプラント	研究開発
PDC	CNFパイロットプラント ・リファイナー処理;1トン/日 ・マスコロイダー処理;300kg/日	・CNF製造プロセス研究 ・紙用途実証研究(強度向上、吸液コントロール、 インク密度の向上)
ASCC	木材コンポジット・建築材料の開 発・評価用機器	・CNF/PPコンポジットの開発(マレイン化PPによ る親和性向上等) ・CNF100%のプラスチック代替材料

・コンポジット研究は新規なものではなく、高付加価値品の用途開発には未着手だが、希望する企業には制約を設けずサンプル提供する等、環境が整備されており、研究が加速される可能性は十分考えられる。

メイン州立大学(米国)訪問(1)



2軸混練機(木質材料の作成に使用)



ウッドプラスチック成型品(WPC)

メイン州立大学(米国)訪問(2)



塗工機(紙、又はフィルム表面(片面)へCNF、又はCNCの塗工可能)

2. 訪問機関の活動状況(4)米国

— FPL(Forest Products Laboratory) —

FPL: 米国農務省森林局に属する林産物研究所
(林産物の新たな高付加価値製品の創造を目指す)

USDA Forest Service

研究資金(2012年研究予算; 10百万\$)

Agenda2020
による研究開発
プログラムに基づく

FPL

提携7大学

研究資金の1/2を配分

《CNF・CNCサンプル提供》

大学・企業

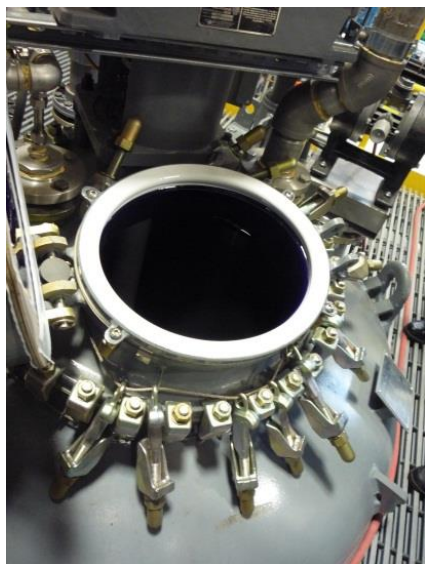
○現時点でのサンプル提供先

製紙会社、塗料、タイヤ、プラスチック、スケートボード、
メディカル、サーフィンボード、食料容器

	設備・パイロットプラント	サンプル価格
CNF	<ul style="list-style-type: none"> ・ディスクリファイナー ・マスコロイダー 	リファイナー処理品; 30ドル/kg TEMPO酸化品; 1200ドル/kg
CNC	<ul style="list-style-type: none"> ・耐酸仕様パイロットプラント(2012.7): 反応釜(100×2、1000、1500ガロン)、加圧濾過装置、膜濾過装置 	200ドル/kg

- ・サンプルを多くの機関に提供しており、提携7大学を含め、研究が加速される可能性は十分考えられる
- ・使用量の多い用途から、実用化を目指すものと思われる

FPL(米国)訪問(1)



耐酸仕様(グラスライニング)パイロットプラント

FPL(米国)訪問(2)



解織装置(マスコロイダー)



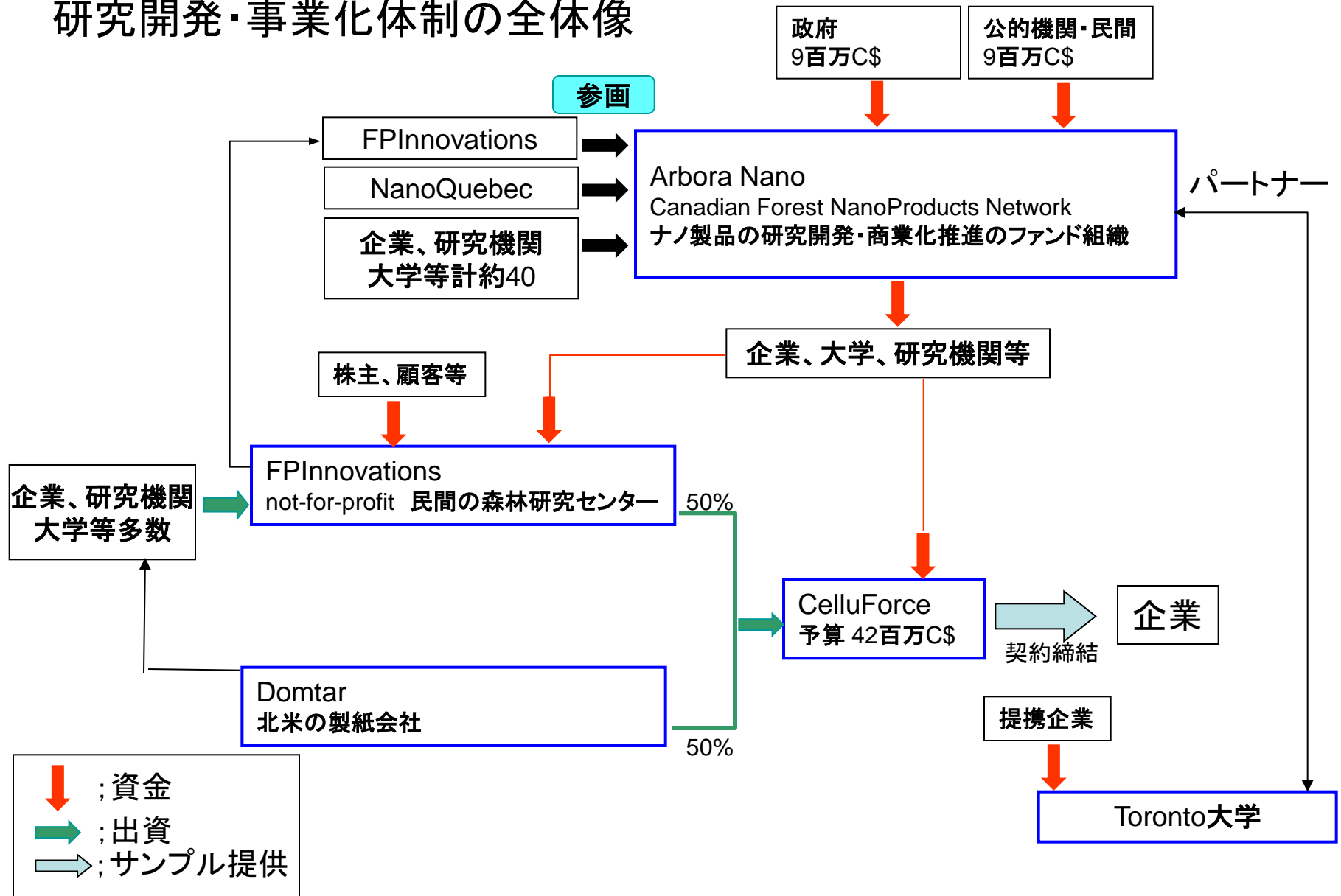
装置全景

2. 訪問機関の活動状況 (5)カナダ



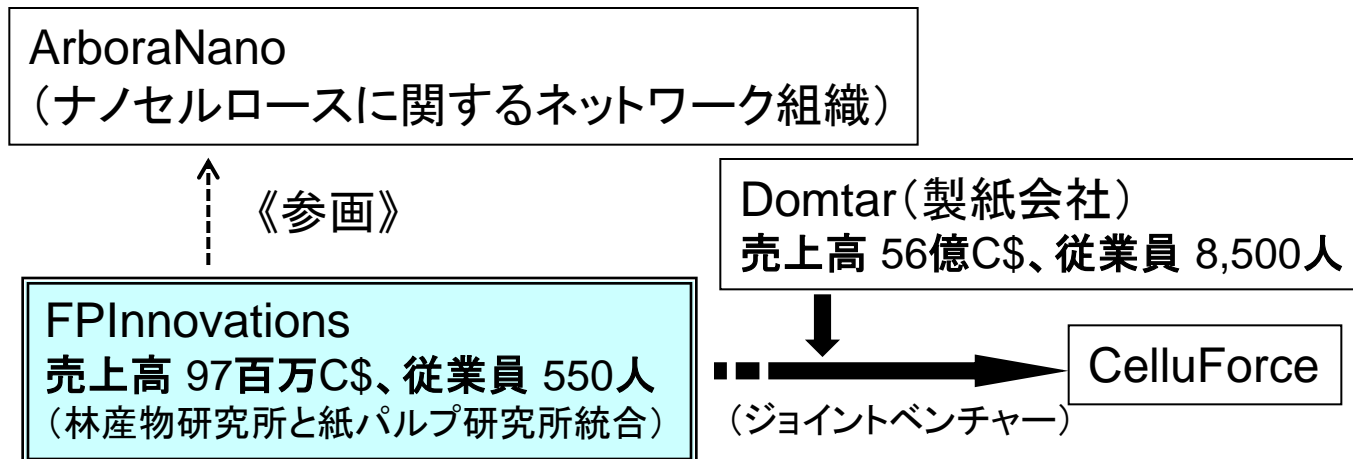
単位 C\$; Canada\$

研究開発・事業化体制の全体像



2. 訪問機関の活動状況(5)カナダ

— FPIinnovations —



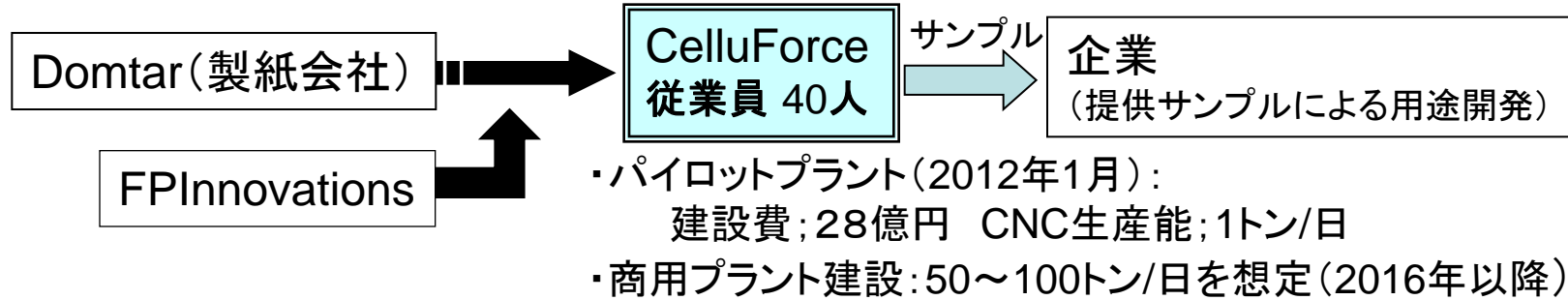
設備・パイロットプラント	応用開発
CelluForce設立前段階のパイロットプラント ・CNC製造; 2 kg/日 ・CNCの物性 繊維長; 110 nm、繊維幅; 5 nm 硫酸基; 230 mmol/kg	・キラルネマティック液晶構造を持つ虹色フィルム CNCスラリーを低温で乾燥してキラルネマティック液晶構造を持つフィルム作製(特定の波長のみを反射するフィルム作製も可能) ・CNC耐熱性の向上 CNCの精製により220°Cまで耐熱性向上 ・CNCの疎水性樹脂と親和性向上検討

- ・川下企業と共同で用途開発を行っており、特許に関しても柔軟に対応している
- ・本来はCNCに関する特許でも、権利的にはCNFまで包含するような特許として出願してくることも想定され、要注意である

2. 訪問機関の活動状況(5)カナダ

— CelluForce —

(Domtar社とFPInnovationsのジョイントベンチャー)



設備・パイロットプラント	応用開発
<p><u>目的</u> スケールアップ検討、プロセス最適化、サンプル供給</p> <p><u>CNC製造</u> 稼動;500 kg/日(生産能力は1t/日)</p> <p><u>工程</u> パルプ(Domtar社のSoftwood BKP)→グラインダー処理→硫酸加水分解→(硫酸/糖分離)→ホモジナイザー処理→CNC (回収硫酸;再利用)</p>	<p><u>開発分野</u> 強度向上、光学、電磁、レオロジー改質、光学活性、自己組織化、高表面積</p> <p><u>提携企業(108社と提携)</u> ・共同研究のためには契約が必要 NDA(秘密保持契約);40件、 TCA(技術協力契約);33件 JDA(共同開発契約);3件</p>

- ・CNCサンプルを大量に提供する唯一の企業である強みを生かして、企業ごとにふさわしい契約を行っている
- ・実用化に近いテーマが3件程度あるとのことで、応用開発が進んでいるものと思われる
- ・硫酸と糖の完全分離には課題を抱えているようである

2. 訪問機関の活動状況(5)カナダ

ートロント大学ー


トロント大学
Faculty of Forestry

- 機械工学、化学工学、化学、経営学等と共同で林産物の利用を模索
- 研究分野; CNFの製造、利用

CNFとCNCに対するProf. Mohini Sainの見解

- ・CNCにしかできない用途(添加剤等)ではCNCが商業化される
- ・競合する分野ではCNFが有利、CNCが巨大なマーケットを築くのは難しい

ナノセルロース製造法	応用開発
<p>ナノセルロース製造工程 パルプ→木材腐朽菌による醗酵処理 →マスコロイダー (醗酵処理で繊維内部もフィブリル化し、重合度は減少しない)</p> <p>製造コスト 100ドル/kg (将来的には20ドル/kgを想定)</p>	<ul style="list-style-type: none">・コーティング剤(商品名「NatPro」、Poly Bio Inc.); CNFを3%添加した尿素/スターチ系コーティング剤・メンブレンフィルター(商品名「CEF MEMBRANES」); タンパク質分離膜、繊維幅40nmのCNFを利用・半透明のフィルム(商品名「NanoCFilm」)及び金属ナノ粒子でコーティングした透明フィルム(商品名「NanoCFOIL」)・ナノセルロースの疎水化; キシラン等のバイオポリマーで疎水化・CNF配合ポリウレタン発泡体; ポリウレタン発泡体にCNF(1%)とリグニン(3~5%)添加で強度50%向上・コンポジット; バイオポリマーとCNFのコンポジットで強度向上

- 
- ・Prof. Sainは商業化を強く意識した研究を行っており、CNF製品のベンチャーを複数立ち上げている
 - ・トロント大には最先端の機器、大規模な装置がそろっており、研究を後押ししている

トロント大学(カナダ)訪問(2)



Prof. Sain研究室



2軸混練機

3. ナノセルロースの安全性・標準化への対応

機関	安全性	標準化
PFI	多種類のCNFの細胞毒性:CTAB吸着CNF以外は毒性なし	
VTT	未修飾CNFについて細胞毒性・遺伝性試験を行い、毒性なしの結果	精力的に取り組んでいる。VTT在籍でSUNPAPの元リーダーがTAPPIの重要なポジションに就いている。
FIBIC		カナダ・米国の動向をフォロー
UPM	・UPM-Biofibrilsの安全性を確認 ・フィンランド労働健康研究所、StoraEnsoと協力	UPM、StoraEnso、Metsaが標準化と安全性について意見交換するグループを設置
Innventia	他の機関と連携して評価中	積極的に取り組んでいない
メイン州立大学	外部機関に評価依頼し、無毒との評価	カナダ・北欧が先行しており、その動向をフォロー
FPL	NIOSH(米国労働安全衛生研究所)で安全性を確認、近くレポート提出予定	ISO TC229、ANSI TAG229、TAPPIで議論を開始しているが、紙パルプを規制しているISO TC6で規制した方が良いとの意見もある
FPIInnovations	硫酸基を持つCNCについてはカナダの安全性評価をクリアしている	積極的に取り組んでおり、ISO TC6の総会で、ナノセルロースの計測・評価についてのフレームワークを提案
トロント大学	環境への影響、遺伝毒性、細胞毒性について試験したが、安全との評価	あまり興味なし

4. 特許の取扱い

機関	特許所有権	活用(ライセンス等)
VTT	出資や補助金の性格で所有権は異なる	VTTの特許は希望者に実施許諾
FIBIC	発明したものが所有者(FIBICは特許所有者とはならない)	
UPM (VTT・Aalto大との共同研究)	<ul style="list-style-type: none"> ・UPMだけの出資はUPMに帰属 ・公的資金を含む場合は、UPM及び発明した機関に帰属 	<ul style="list-style-type: none"> ・UPMは全ての特許の使用可能 ・希望者には実施許諾
Innventia	Innventiaのクラスター参加企業に帰属	プログラム参加(出資)する全企業に実施許諾
メイン州立大学	サンプル提供を受けた機関の発明はその機関に帰属	メイン大学の特許(CNF製造特許)は希望者にライセンス
FPL	サンプル提供を受けた機関の発明はその機関に帰属	FPLの特許は希望者にライセンス
ArboraNano	ArboraNanoに帰属	メンバー; 特許所有者になれる パートナー; 実施許諾が得られる
CelluForce	サンプル提供機関との契約に基づく	
トロント大学	企業の出資があっても大学に帰属	出資の程度で実施権が異なる

5. 研究開発・事業化レベルのまとめ

各研究機関におけるナノセルロースの開発ポジション

