

3-30

木材の再資源化を目的としたセルロース分離の検討

○日大生産工（院） 小野 隆幸 日大生産工 大木 宜章
日大生産工 高橋 岩仁

1. はじめに

我が国では大量生産・大量消費型社会から脱却し循環型社会に変化している。建設業界では、リサイクル法が施行されたこともあり、再資源化率は年々上昇している。このうち建設発生木材は木材チップ化によるリサイクルとして、燃料利用、木質ボード、舗装材、製紙化などで再資源化されている。しかし木材からセルロース分を分離させ再利用するために大量の薬品が使用され、そのため工業廃水などでの環境汚染が問題視されている。したがって本研究は、亜臨界処理を用いて環境にやさしい、セルロースとリグニンを分離させる技術の確立を計った。この特徴は、水のイオン積が常温の数 100 倍となることから、加水分解力が大であることを利用すること、このため薬品を使わず水のみで処理ができる点である。なお、繊維利用を考慮して粉体となる前にセルロースとして抽出すべく処理後試料の針入度を加味した温度設定を行った。亜臨界処理後はリグニン濃度、セルロースの硬度を、分光光度計、針入度試験で行い、最も効率的な処理条件について検討を行った。

2. 実験概要

2.1 亜臨界実験装置および実験試料

本実験で使用した亜臨界反応装置図を写真-1に示す。試料は、均一な大きさの形状にした桜の木の燻製用チップを使用した。なお、この性状はセルロース約 40%、ヘミセルロース約 25%、リグニン約 25%、残りの約 10%は脂肪、窒素化合物、無機質等である。この試料を反応容器に投入した後、密封しここにヒーターおよび温度計を取り付けた。亜臨界処理温度には、制御コントローラーにより設定を行った。写真-2は亜臨界処理前、後の試料状態である。

2.2 実験条件

反応槽の容量は最大 500ml であり、試料 (10g、20g) を入れ純水 200ml を加えた。設定温度は 190℃から 10℃ピッチで 280℃まで実験を行った。反応時間は、設定温度上昇後の 10 分、さらに比較対照として 20 分と設定した。リグニン濃度分析は反応させた溶液を常温まで自然冷却させた後ろ過し、分光光度計で分析した。さらに固体分減量を測るべく、残留物質と、さらに分離したセルロースの硬度を、針入度試験により行った。これは、セルロースの接着剤としてのリグニンが分離すれば、試料硬度が低下する



写真-1 亜臨界反応装置



処理前 処理後

写真-2 木材チップ

ためこの分離度合いの目安となりうる。

2.3 試験方法

リグニン測定は、ろ過後の溶液を 1000 倍希釈に薄め容器の中に 10ml 投入する。その後タンニン-リグニン溶液 0.5ml と炭酸ナトリウム溶液 5ml を容器内に投入し分光光度計によりこの濃度を測定した。針入度は、各温度で亜臨界処理した木材チップを針入度試験機の台座に載せ、針を木材チップに触れる寸前で固定する。その後、重りのついた針を自由落下させ荷重をかける。タイマーにより 10 秒後に装置を停止させ、針入度を測定した。

3. 結果及び検討

3.1 処理温度とリグニン濃度変化

各処理温度における試料量、反応時間によるリグニン濃度変化を図-1に示す。結果より、すべての処理温度で放物線を描くように上昇し、リグニン濃度が高くなっている。試料量 10g、20g 共に 270℃で飽和度となるような値を示し、10g では、1.8g/l、20g では、2.4g/l の値を示した。270℃以上になるとすべての試料のリグニン濃度に変化がみられず、リグ

ニンの最適溶出処理温度は250℃であるといえる。

3.2 試料量、反応時間による濃度変化

木材の試料量によるリグニン濃度は、木材チップの量が2倍に対し、約1.5倍のリグニン濃度にとどまった。この原因として、試料量が増えたことにより、反応時間が足りなかった事が考えられる。これは、今後の検討とする。

次に反応時間によるリグニン濃度について考察する。試料量10gでは、反応時間に関係なく同一のリグニン濃度にとどまった。この要因として、反応時間10分でリグニンが溶液中に溶出しきったことが考えられる。また試料量20gでは、当初溶出濃度差が認められるものの、270℃に近づくにつれて、反応時間に関係なく分離されるといえる。しかし、試料量20gの最適反応時間は、今後の検討とする。

3.3 処理温度による針入度試験

亜臨界処理温度に対する針入度を図-2に示す。結果より、各試料とも針入度は処理温度の上昇に伴い増加を示した。この針入度試験ではリグニン濃度と試料量にかかわらず、同様な値を示した。グラフより、針入度の変曲点は240℃といえる。また、270℃、280℃付近では試料の炭化が著しいため粉砕し測定不能であった。すなわち、270℃以上ではセルロース自体が破壊されたためといえる。

3.4 処理温度による減少率

亜臨界処理温度に対する減少率を図-3に示す。結果より、残留固形分量は、各試料とも処理温度の上昇に伴い減少し、同一な線を描き、280℃で68.7%～80.1%の減少率を示した。以上の結果から、240℃～260℃間での処理が適切である。

4. まとめ

本研究は、亜臨界処理による木材を用いたリグニン分離を行い、最も効率的な処理条件について検討を行った。得られた知見を以下に示す。

- 1) リグニン濃度は、処理温度共に上昇し270℃で飽和度となるような傾きを示し、10gで、1.8g/l、20gでは、2.4g/lの値を示した。また、270℃以上では、すべての試料でリグニン濃度に変化がみられなかった。原因として、270℃以上ではセルロース自体が破壊され、溶液中にセルロースも溶出するためリグニン濃度が上昇しなかったと考えられる。これより、リグニンの最適溶出処理温度は250℃であるといえる。試料量、反応時間とリグニン量については、木材チップの量、処理温度、反応時間によるものといえる。
- 2) 針入度は処理温度の上昇に伴い増加を示し、グラフより、針入度の変曲点は240℃といえる。また、270℃、280℃付近では試料の炭化が著しく、このため粉砕され測定不能であり、セルロース自体が破壊

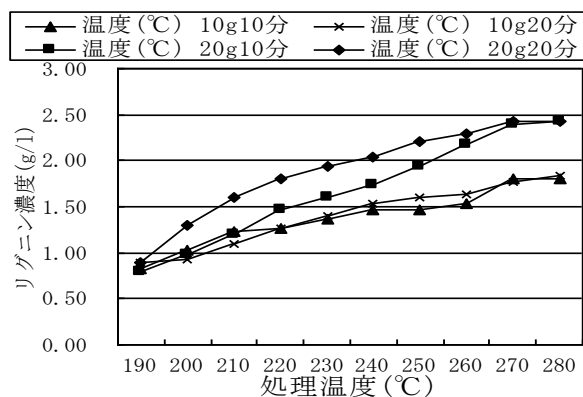


図-1 各処理温度におけるリグニン濃度変化

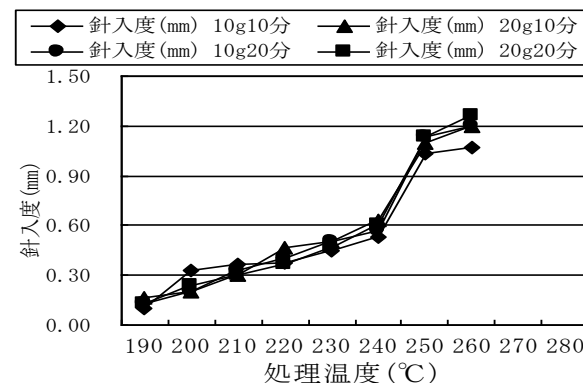


図-2 亜臨界処理温度に対する針入度

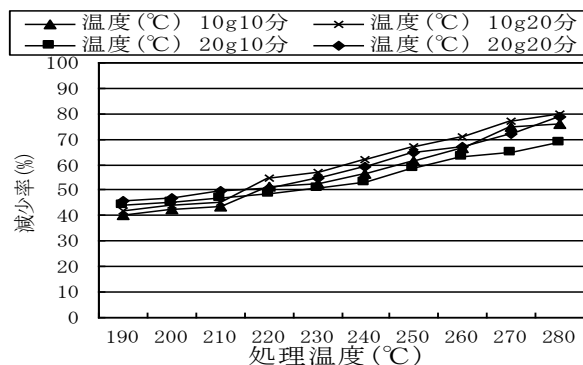


図-3 亜臨界処理温度に対する減少率

されたためといえる。

- 3) 残留固形分量は、各試料とも処理温度の上昇に伴い減少し、同一な線を描き、280℃で68.7%～80.1%の減少率を示した。

以上のリグニン濃度、針入度、減少率の結果から、亜臨界処理温度は240℃～260℃間での処理が適切である。

謝辞

本研究は文部科学省学術フロンティア推進事業による私学助成を得て行われた。ここに記して謝意を表する。