

## マイクロ波加熱法によるタケ粉末液状化条件の検討

下古谷 博司\*<sup>1</sup>, 衛藤 昂<sup>2</sup>, 北村 静香<sup>1</sup>, 下野 晃<sup>3</sup>

<sup>1</sup> 鈴鹿工業高等専門学校・材料工学科 (〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町官有地)

hshimo@mse.suzuka-ct.ac.jp

<sup>2</sup> 鈴鹿工業高等専門学校・応用物質工学専攻 (〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町官有地)

<sup>3</sup> 鈴鹿工業高等専門学校・生物応用化学科 (〒510-0294 三重県鈴鹿市白子町官有地)

## Liquefaction Conditions of Bamboo Powder with Microwave Irradiation

Hiroshi SHIMOFURUYA<sup>1</sup>, Takashi ETO<sup>2</sup>, Shizuka KITAMURA<sup>1</sup>, Akira SHIMONO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Department of Materials Science and Engineering, Suzuka National College of Technology,

Shiroko-cho, Suzuka-shi, Mie 5100294, Japan

<sup>2</sup>Advanced Applied Chemistry and Material Engineering Course, Suzuka National College of Technology,

Shiroko-cho, Suzuka-shi, Mie 5100294, Japan

<sup>3</sup>Department of Chemistry and Biochemistry, Suzuka National College of Technology,

Shiroko-cho, Suzuka-shi, Mie 5100294, Japan

(Received August 21, 2013; Accepted September 18, 2013)

### Abstract

The propagation potential of bamboo trees has made it more and more difficult to treat their waste in forests across the country. While bamboo is partially recycled as biomass, most is left unused or burned.

In this study, bamboo powder was liquefied with microwave irradiation and the optimal liquefaction condition of bamboo powder under microwave irradiation was investigated using polyethylene glycol 400 (PEG400) as a co-solvent in the presence of sulfuric acid at 150°C. As a result, optimal liquefaction condition was determined to be as follows: 5% sulfuric acid, 60min of heating, and a 4:1 ratio of PEG400 and Bamboo powder. Under optimal conditions, microwave heating had a conversion ratio of 90%, and the liquefied bamboo powder showed a dark-brown color. On the other hand, when bamboo powder was liquefied by conventional heating in conditions identical to those used in microwave heating, the conversion ratio was reduced to 70%. Consequently, microwave heating is more effective than conventional heating.

**Key words:** Microwave, Liquefaction, Bamboo powder

### 1. 緒言

タケは私たちの日常生活の中で箸、竹刀、観賞用など幅広い用途に用いられている。しかし、タケは旺盛な繁殖力を持っており放置竹林が増加し、現在全国の里山や雑木林ではその処理に困っている [1]。このタケは、スギやアカマツなどの木材と同様に主成分がセルロースであるため、ポリオール中で酸加水分解することにより液状化物へと

変換することが可能であると考えられる [2, 3]。そこで、本研究では、タケの有効利用法として、環境に優しいポリウレタン材料の開発を最終目標とし、第一段階目としてタケの液状化条件について調べることにした。また、グリーンケミストリーの観点から、加熱法には油浴加熱などの従来法とは異なるマイクロ波加熱法を用いた。このマイクロ波加熱法により期待できる効果は、収率・純度の向上、反

応時間の短縮，反応条件の緩和，選択性の向上，省エネ等があげられる [4, 5]。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料と試薬

タケは粉碎機で微粉末にしたものを株式会社猪の倉から提供して頂いた。

硫酸と水酸化ナトリウムは和光純薬工業（株）の特級を使用した。また，ポリエチレングリコール 400 (PEG400, 平均分子量 360~440) は同社の 1 級を使用した。

### 2.2 タケ粉末の液状化

50ml 三口フラスコにあらかじめ設定した量 (g) の PEG400 を入れ，触媒として硫酸を PEG400 量に対し任意量 (wt%) 添加しマグネチックスターラーで攪拌混合した。試料であるタケ粉末を加え全体が均一になるように攪拌混合した後，マイクロ波反応装置 (IDX 社，グリーンモーター I) にセットした。次いで，温度制御用熱伝対を挿入し，マグネチックスターラーで攪拌しながら 150℃ で一定時間加熱し液状化した。

得られた液状化物に 5 倍量のジオキサン溶液 (ジオキサン：蒸留水=4：1) を加え希釈し吸引ろ過した後，ろ紙を 120℃ の乾燥器内で 2 時間乾燥した。乾燥したろ紙をデシケーターに移し室温になるまで冷却した。その後，ろ紙の重量を測定し，残留する固形分量を求めた。また，タケ粉末の液状化率は次式により計算した。

$$\text{液状化率 (\%)} = (A - B) / A \times 100$$

A：タケ粉末使用量 (g)， B：ろ紙上の固形分量 (g)

## 3. 結果と考察

### 3.1 PEG400 使用量と液状化率の関係

反応時間を 20 分，硫酸濃度を 3%，反応温度を 150℃ の条件に固定し，タケ粉末と PEG400 使用量の比率 (重量比) を 1:3~1:7 と変化させた時の液状化率に及ぼす影響について調べた (Fig. 1)。

Fig. 1 から分かるように，タケ粉末と PEG400 の比率が 1:3 の時は，他の条件より低い液状化率を示したが，1:4 以上ではほぼ同じ値が得られた。従って，PEG400 の使用量はタケ粉末の 4 倍量が最適であると判断した。PEG400 の使用量がタケ粉末の 3 倍程度では反応混合物中に占めるタケ粉末の割合が大きく，その結果，混合物の粘性が高

くなり，攪拌困難な状況となった。そのため，タケ粉末が炭化する傾向が強くなり，PEG400 の溶媒としての効果が低下しタケ粉末の液状化率が低下したものと考えられた。

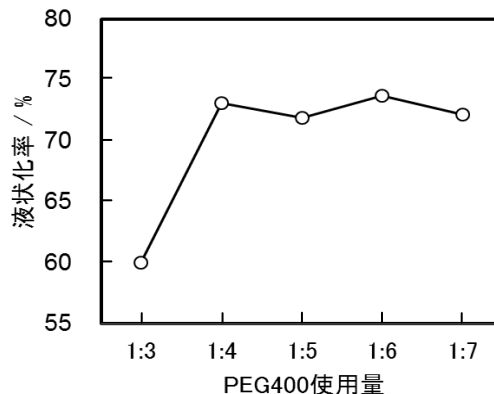


Fig. 1 PEG400 使用量がタケ粉末液状化率に及ぼす影響  
反応時間：20 分，硫酸濃度：3%，反応温度：150℃

### 3.2 硫酸濃度と液状化率の関係

反応時間を 20 分，タケ粉末に対する PEG400 の使用量を 4 倍，反応温度 150℃ という条件に固定し，触媒である硫酸濃度と液状化率の関係について調べた (Fig. 2)。

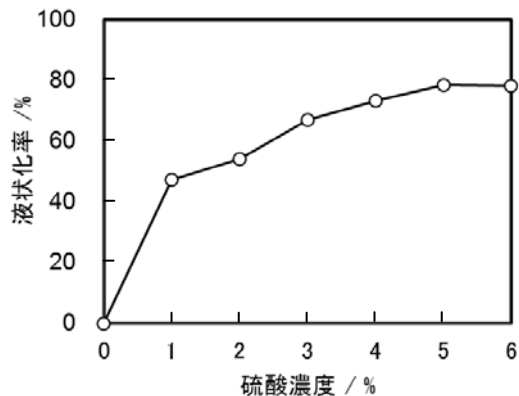


Fig. 2 酸触媒である硫酸濃度と液状化率の関係  
反応時間：20 分，タケ粉末：PEG400=1:4，反応温度：150℃

その結果，硫酸濃度の上昇とともに液状化率も高くなり，硫酸濃度 5% で頭打ち状態となった。従って，触媒である硫酸の最適濃度は 5% とした。

### 3.3 反応時間と液状化率の関係

硫酸濃度を 5%，反応温度を 150℃ とし PEG400 の使用量はタケ粉末の 4 倍量 (重量比) とし，タケ粉末を液状化す

る時の反応時間と液状化率の関係について調べた。Fig. 3は反応時間と液状化率の関係を示している。

Fig. 3から明らかなように、タケ粉末の液状化率は反応時間が経過するにつれて液状化率も高くなり、反応時間20分までは急激に増加しているが、その後は緩やかとなり60分以後は液状化率約90%で頭打ち状態となった。そのため、最適反応時間として60分を選択した。

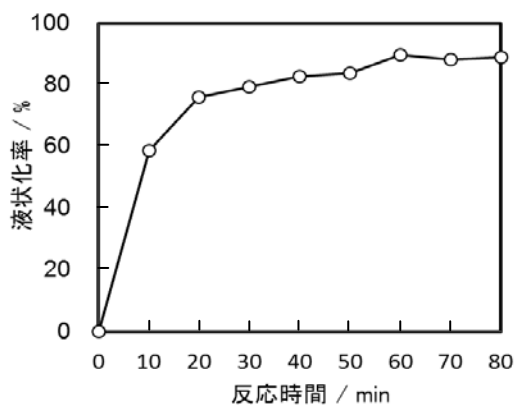


Fig. 3 反応時間と液状化率の関係

硫酸濃度；5%，反応温度；150℃，タケ粉末：PEG400=1:4

以上の結果を整理すると、マイクロ波加熱法を用いてタケ粉末を液状化する場合の最適液状化条件はタケ粉末とPEG400の比率は1:4、硫酸濃度5%、反応時間60分であった。



Fig. 4 タケ粉末から得られた液状化物

左：液状化前の反応混合物，右：タケ粉末液状化物

Fig. 4は液状化前の反応混合物（左側）と得られたタケ粉末液状化物（右側）の写真である。グリーンモチーフIを用いてタケ粉末を最適液状化条件下で液状化すると濃いこげ茶色の液状化物が得られた（右側）。これは、タケ粉末中のセルロース等が硫酸触媒により分解され低分子

化すると同時に、競争反応である糖質の炭化反応も進行し、その結果、液状化物がこげ茶色になったと考えられる。また、マイクロ波加熱法により得られた最適液状化条件と同条件で油浴加熱法によりタケ粉末を液状化すると液状化率がマイクロ波加熱法使用時の約70%に減少した。言い換えるとマイクロ波加熱法の方が短時間で効率よくタケ粉末を液状化することができ、省エネであることが分かった。

#### 4. まとめ

タケ粉末をマイクロ波加熱法により液状化する際の最適液状化条件について検討した結果、反応時間60分、硫酸濃度5%、タケ粉末使用量に対するPEG400の比率は1:4であった。

また、我々はこれまでにオカラやヌカの廃棄系バイオマスについてもマイクロ波加熱法を利用した液状化について本誌に報告しているが[6,7]、いずれの場合もマイクロ波加熱法を採用することで従来法である油浴加熱法より短時間で効率良く液状化することができ、グリーンケミストリーの観点からもマイクロ波加熱法が従来法より有効であると言える。

#### 5. 謝辞

本研究は、文部科学省科学研究費補助金（基盤研究C：245610180001）の助成を受けて実施したことを記して謝意を表する。

#### 6. 参考文献

- 1) 鳥居厚志, 「里山林の放置と竹林の拡大」, 森林総合研究所四国支所, pp. 6-7 (2004)
- 2) 白石信夫, 「木材の液化と二, 三の応用」, 日本油化学会誌 第46巻 第10号, pp. 1227-1236 (1997)
- 3) Y. Kurimoto, M. Takeda, A. Koizumi, S. Doi and Y. Tamura, Bioresource Technology, vol. 74, pp. 151-157 (2000)
- 4) マイクロ波応用技術研究会, 初歩から学ぶマイクロ波応用技術, 工業調査会, p. 94 (2004)
- 5) 小島秀子, 有機合成におけるマイクロ波の利用, 化学工業, 10号, pp. 58-63 (2002)
- 6) 下古谷博司, 加藤大樹, 国枝義彦, 高木康之, 林征雄, 鈴木郁功, 技術・教育研究論文誌, Vol. 17, No. 2, pp. 67-70 (2010)
- 7) 下古谷博司, 内田享佑, 国枝義彦, 高木康之, 林征雄, 鈴木郁功, マイクロ波加熱法によるオカラ液状化条件の検討, 技術・教育研究論文誌, Vol. 18, No. 1, pp. 1-4 (2011)