

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2010-42604

(P2010-42604A)

(43) 公開日 平成22年2月25日(2010.2.25)

(51) Int.Cl.	F 1	テーマコード (参考)
B 2 7 L 11/08 (2006.01)	B 2 7 L 11/08 Z A B Z	2 B 2 3 0
B 2 7 K 5/00 (2006.01)	B 2 7 K 5/00 Z B P F	2 B 2 4 1

審査請求 未請求 請求項の数 1 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号	特願2008-208402 (P2008-208402)	(71) 出願人	598073280
(22) 出願日	平成20年8月13日 (2008.8.13)		大木 宜章
			千葉県習志野市香澄2丁目1の17
		(71) 出願人	593198913
			高橋 廣司
			群馬県渋川市有馬4 1 1 番地の1
		(74) 代理人	100072202
			弁理士 磯野 政雄
		(72) 発明者	大木 宜章
			千葉県習志野市香澄2丁目1の17
		Fターム(参考)	2B230 AA27 BA01 EB05 EB13
			2B241 DA40 DB25

(54) 【発明の名称】 亜臨界状態による木材の繊維を線維固形分としての分離方法

(57) 【要約】

【目的】 本発明は、亜臨界状態による木材の固体分とリグニンの分離方法に関し、木材を主としたバイオマテリアルからのセルロースとして有効利用できる線維固体を水を用いた高温、高圧下で分離させることができるようにしたものである。

【構成】 高熱・高圧（亜臨界状態）で木材処理することにより、強固に結合されている木材の繊維とリグニンを主とした物に分離し、リグニンは水溶液中に、繊維分は線維固形分として取り出すようにすることを特徴とする亜臨界状態による木材の繊維分の分離方法。

【選択図】 図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

高温・高圧（亜臨界状態）で木材処理することにより、強固に結合されている木材の繊維とリグニンを分離し、リグニンは水溶液中に、繊維は線維固形分として取り出すことを特徴とする亜臨界状態による木材の繊維分の分離方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、亜臨界状態による木材の繊維分の分離方法に関し、木材を主としたバイオマテリアルからのセルロース分を水を用いた高温、高圧下で分離させることができるようにしたものである。

10

【背景技術】

【0002】

一般に、木材を主としたバイオマテリアルからのセルロース分を分離するには、高濃度のアルカリ溶液による溶液方法が通常である。

【特許文献 1】特開 2006-255676 号公報

【特許文献 2】特表平 04-506544 号公報

【0003】

上記従来の方法にあっては、分離溶解には時間がかかる。また、分離効率が悪く、しかも悪臭もひどく、又セルロースは溶解している。高濃度のアルカリ溶液を使うので廃液処理が問題となる。

20

【0004】

そして、特許文献 1 は、酸やアルカリなどの薬剤を一切用いず、熱水（亜臨界水）を用いて、バイオマスからリグニン物質を抽出する。さらに、バイオマス中に多く含まれるセルロースを分解し、グルコース水溶液として回収することにより、メタン発酵、エタノール発酵、ブタノール発酵の原料として使用可能なバイオマスの有効利用、及び熱回収を含めたそのシステムの最適化を行なうことを課題としている。

【0005】

そこで、特許文献 1 は上記の課題を解決するために、常圧以上 5 MPa 以下 180℃ 以上 374℃ 以下の熱水により処理されたバイオマス水溶液を 100℃ 以上 180℃ 未満に冷却し、リグニン物質の熱水への溶解度を低下させ、熱水に溶解した抽出物を液状のリグニン物質とバイオマス水溶液とに分離する、としている。

30

【0006】

また、特許文献 2 にあっては、リグニン物質を分離溶液として回収することを目的とした。このため超臨界下で酸またはアルカリを媒体として、木材を処理する脱リグニン法（パルプの製造方法）が開示されている。

【0007】

上記特許文献 2 は、リグノセルロース系物質の脱リグニン化を超臨界条件下で反応化学薬剤を含有する流動媒体を用いてパルプへの変換方法。その目的を達成させるために、5～250℃ で 400～3500 ポンド／平方インチの絶対圧での超臨界条件下で流動媒体として酸やアルカリを用いて木材をパルプに変換している。

40

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0008】

ところが、従来木材を主としたバイオマテリアルからの繊維分（セルロース）分を分離するには、高濃度のアルカリ溶液によるアルカリ蒸解、サルファイト蒸解による溶液方法にあっては、溶解分離に時間が掛かる。

また、分離効率が悪く、しかも悪臭がひどい。さらにセルロースは溶解しており、高濃度のアルカリ溶液を使うので、廃液処理が問題となる。

【0009】

50

そして、特許文献 1 はバイオマスからリグニン物質とセルロース、このセルロースはグルコース水溶液として回収を目的とした。したがってセルロースの回収を目的としたものではない。

このため抽出温度は 180～374℃と幅がとてつもなく広範囲に設定されている。しかし、この温度が物質抽出には最重要課題である。

特許文献 1 では物質変化が激しいこの温度範囲で、どのようなバイオマス物質からリグニン、セルロースの抽出を行うのか特定されなく、不可能に近い。しかも、ここでセルロースは中間物でしかなく重要なものではない。このためセルロースの形状と性状が得られるか、という問題が依然として残っている。

【0010】

「超臨界」とは液体で 374℃以上、22MPa以上を言うが、特許文献 2 にあっては、上記段落「0006」の「木材の超臨界脱リグニン法」での記述は 5～250℃、400～3500 ポンド／平方センチとなっている。且つ付加するエネルギー的にも媒体に酸やアルカリを使用することで廃水処理を初めとする臭気等環境問題が発生する、という問題が残っている。

【課題を解決するための手段】

【0011】

そこで、本発明は従来の問題を解決するために提供するものである。すなわち、本発明の第 1 は、木材を亜臨界状態の高熱・高圧（亜臨界状態）で処理することにより、強固に結合されている木材の繊維とリグニンを分離し、リグニンは水溶液中に、繊維は線維固形分として取り出すようにしたものである。

上記構成のうち、線維固形分の「線維」とは、繊維がほどけることにより形状が線状となった繊維を意味する。

【発明の効果】

【0012】

本発明は上記の構成であるから、次の効果がある。すなわち、セルロースが線維分固体として得られる。そして、得られたセルロースは線維状であることを特徴としている。この線維とは繊維とは異なり線状を意味する。したがって利用しやすい形状であり、しかもリグニンが分離しているため性状は易分解性を有している。

アルカリ酸などを使用せず、水によって超臨界よりも低圧、低温で繊維とリグニンを分離することができる。また、再利用を図るならば、超臨界とは異なり、物質の性状を変化させないため効率良く行える。

【発明を実施するための最良の形態】

【0013】

次に本発明を実施するための最良の形態について説明する。

【実施例 1】

【0014】

（１） 実験方法及び条件

亜臨界反応装置に設定した量の試料と水を入れ、高温高圧状態で水を亜臨界状態にし、木材チップ 1 を分解処理させる。

（２） 反応条件は、重量比で木材チップ 1 に対し水 20 の割合とした。反応時間 10 分は共通とし、設定温度を 190℃から 10℃ピッチ 280℃（1.5MPa～6MPa）まで変えて実験を行う。

（３） 結果分析は、反応させたチップのセルロースは線維状となり、これを針入度試験により適合硬度試験を行う。さらに溶液をろ過し、溶液中に溶解出したリグニン濃度を分光光度計で分析する。「図 1」

【0015】

温度と圧力の関係における抽出されたリグニン濃度を図 1 に示す。

リグニン濃度は、加熱温度共に上昇する。この濃度は当初温度とリグニン濃度は比例して上昇するが 240℃を変曲点としてさらに溶解濃度が高くなっていく。

10

20

30

40

50

【実施例 2】

【0016】

亜臨界反応装置に設定した量の試料と純水を入れ、高温高压状態で水を亜臨界状態にすることによって、木材チップを分解処理させる。

上記の分解処理する溶液は、水である。また、分離するための温度を190℃から10℃間隔により280℃まで変えて実験を行う。

ここでは250～270℃温度帯でセルロースは線維固体として分離されるが、240℃以下ではセルロースとしての分離は不可能であり、280℃以上だと粉体となり溶液中に混合するので分離は困難である。さらに超臨界では、全て液状となる。

【0017】

処理後の木材チップは針入度試験を行った。

(1) 線維状のセルロース固体として回収する試験方法は、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の位置にセットする。その後、針と針保持具を自然落下させ荷重をかける。5秒後に装置を止め針入度を測定した。線維状のセルロースとしての適合硬度を検討した。

(2) 結果及び検討

各温度における針入度を「図2」に示す。セルロースは高温で破壊されてしまうため、亜臨界の中でも低温域での処理が必要となる。グラフより250℃から針入度が上昇していることがわかる。280℃では針がチップを貫通してしまい、測定不能であった。針入度が大きくなる要因はセルロースが破壊されたためであると考えられる。

セルロースとリグニンの分離はセルロースが破壊されない250～270℃温度帯での処理が望ましいと考えられる。

(3) 出願人の実験結果では、水を亜臨界状態にすることで木材から線維状のセルロースを分離させることができた。なお、木材が強度を保つことができたのは270℃までであり、それ以上は順々にセルロースが破壊されてしまうため、木材の線維状のセルロースとしての再資源化は不可能である。今後、230～250℃を細か述べた結果を鮮明にする必要がある。

本研究が実用化され普及するためには、水を加熱するためのコスト問題と、安全性の確立が必要である。

【図面の簡単な説明】

【0018】

【図1】 亜臨界状態にして分解処理した木材チップの斜視図である。

【図2】 各温度のリグニン濃度と圧力の関係を示すグラフ図である。

【図3】 各温度の針入度を示すグラフ図である。

【符号の説明】

【0019】

1…木材チップ

10

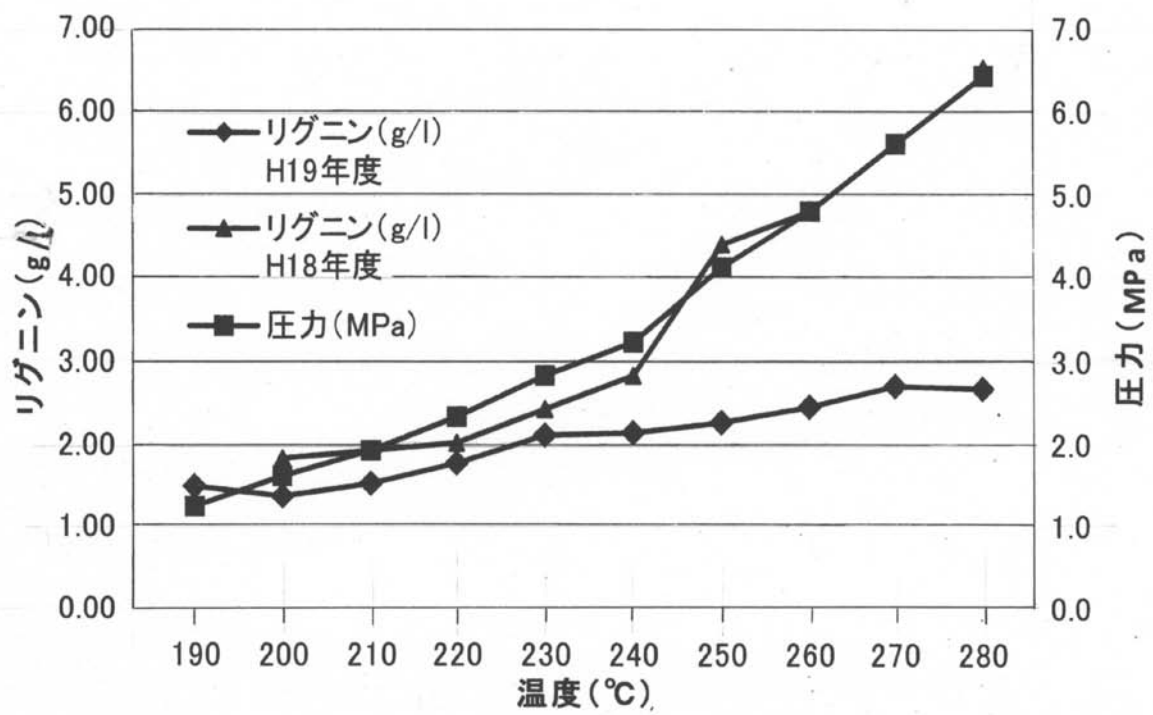
20

30

【図 1】



【図 2】



【図 3】

