

平成 28 年度環境・社会理工学院共通経費による顕彰と研究助成 成果報告書

所 属	環境・社会理工学院融合理工学系
研究者 (フリガナ)	Kurniawan Winarto (クルニアワン ウィナルト)
タイトル	焼成しないもみ殻を用いるゼオライト合成の検討
助 成 名	若手研究奨励賞
採択金額	800000 円

研究の背景

従来のもみ殻を用いるゼオライト合成方法には、炭素成分を除去するためにもみ殻を焼成し、二酸化炭素の排出、バイオマス燃料の損失、シリカの結晶化という問題が生じた。そのため、より環境にやさしいかつエネルギー消費の低い合成方法を確立する必要があるため、もみ殻を焼成せずにシリカをアルカリ抽出するという方法を提案した。最初の研究段階として、本検討の目的はアルカリ抽出条件のシリカ抽出への影響を解明し、焼成せずにもみ殻を用いるゼオライト合成法の可能性を調べる。

結果と考察

もみ殻のアルカリ抽出実験結果を図 1 に示す。

図 1 a にもみ殻サイズおよび抽出時間の抽出 Si 濃度への影響を示す(NaOH 濃度=0.1N)。短時間の抽出では、もみ殻のサイズの影響が観られた。小粒子のもみ殻を用いる抽出がより高い抽出 Si 濃度を示した。小粒子の場合、溶液と接触する表面積がより広いため、抽出がより速く進行すると考える。しかし、もみ殻のサイズが抽出平衡値に影響しないため、時間とともに抽出した Si 濃度が抽出平衡値に近づけて、サイズの影響が観られなくなった。抽出平衡値は 16 時間で達成した。この結果を踏まえて、以降の検討にはサイズ未調整もみ殻(Raw)を用いて、抽出時間 16 時間で実験を行った。

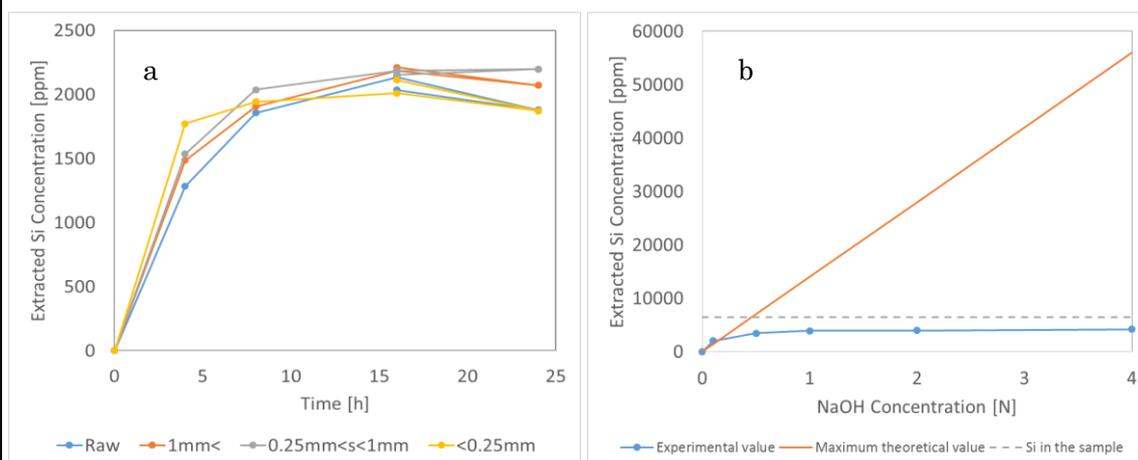


図 1 抽出実験条件の抽出 Si 濃度への影響

図 1b に水酸化ナトリウム濃度の抽出 Si 濃度への影響を示した。図に載せた Maximum theoretical value の線は、Si がケイ酸ナトリウム($(\text{Na}_2\text{SiO}_2)_n\text{O}$)として抽出したと仮定し、溶液に含む Na のモル量から抽出できる Si の最高濃度を計算したもので、Si in the sample の線は抽出実験に使用するサンプルに含まれる総 Si の量である(ICP-AES で測定した結果)。水酸化ナトリウムの濃度の増加とともに、抽出 Si 濃度が上がったが、濃度が 1 N を超えても抽出 Si 濃度がわずかしき変わらなかった。これはサンプルに含む Si の一部がリグニンに囲まれて、リグニンを壊さないと Si を抽出できないからである。以上の結果から、以降の検討では 1 N の NaOH を用いる実験を行った。

アルカリ抽出法で抽出した Si を用いてゼオライト合成を行い、その主な結果を表 1 に示す。

表 1 抽出した Si を用いるゼオライト合成の結果

Si Extract [mL]	Sodium Aluminate [mg]	NaOH		Hydrothermal Treatment		Result
		[mL]	[N]	[°C]	[h]	
40	520	0	0	100	24	amorphous
20	260	20	0.1	100	24	amorphous
20	260	20	0.1	100	6	unnamed zeolite
20	260	20	1	100	6	unnamed zeolite
20	260	20	1	100	24	zeolite A

表 1 から、抽出 Si 溶液に水酸化ナトリウムが含まれていても、合成段階に新たな水酸化ナトリウムを加えないと、ゼオライトが合成できないことがわかった。これは抽出 Si 溶液に含まれる水酸化ナトリウムがほとんどシリカと結合し、水熱合成の mineralizer として働くことができないためと考えられる。さらに、合成時間が短すぎると、イオン交換能力の低い unnamed zeolite が生成した。イオン交換能力の高いゼオライト A(図 2)を合成するためには 24 時間の合成時間が必要ということがわかった。

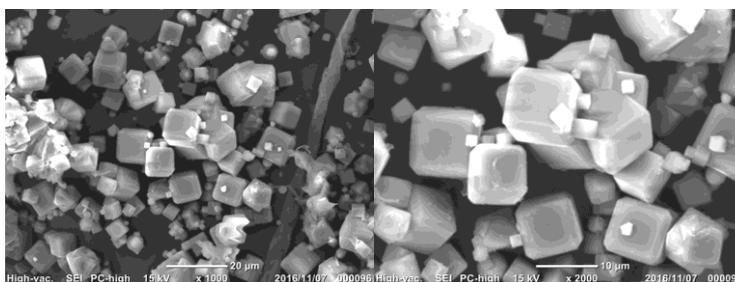


図 2 ゼオライト A の SEM 画像

結論と今後の課題

アルカリ溶液を用いて直接もみ殻から Si を抽出することができた。抽出した Si 量はもみ殻のサイズに影響されなかったが、抽出時間および溶液の濃度に影響された。本検討では最適な抽出時間・抽出溶液濃度はそれぞれ 16 時間、1 N (NaOH の場合) だった。抽出 Si を用いて、ゼオライト A を合成できた。ゼオライト A を合成するには水酸化ナトリウムの追加および 24 時間の合成時間が必要ということがわかった。

ゼオライト合成には、Si とともに抽出するホロセルロースの影響が観られなかった。しかし、溶液の組成に敏感なその他のシリカ材料の合成に影響を与える可能性がある。それを確認するために、メソ孔シリカのようなその他のシリカ材料の合成のためにも本方法の使用の検討が必要と考える。

使用内訳書

費目	内訳	金額
備品 1	セラミック電气管状炉 ARF-40MC	122094
備品 2	温度調節器 AGC-S	77004
消耗品	焼成ボート, 薬品など	600902
旅費		0
その他		0
合計		800000

記入上の注意:

備品は、品名ごとに記入。

差額が生じた場合は、消耗品で調整。

消耗品を購入しなかった場合は、経費の差額と補填した予算科目名を合計額の内訳欄に記入。