

カラマツ樹皮抽出物の木材接着剤への利用 (第6報)

- 連続抽出試験 -

齊藤 勝 平田 三郎
窪田 実*

The Utilization of Japanese Larch Bark Extractives for Wood Adhesives ()

- Alkaline extraction tests with a continuous extractor -

Masaru SAITO Saburo HIRATA
Minoru KUBOTA

A continuous extractor for alkaline extraction of bark was devised, and the extraction tests of Japanese larch bark were carried out under the following conditions: temperature; 70~90, residence time; 15~45 minutes, weight ratio of the bark to 1% aqueous NaOH; 1:10. Yields of the polyphenols extracted under these conditions were about 30% of the dry bark weight.

Furthermore, methods to separate the extraction liquid from the residual bark were examined. The results showed that the expression method was more appropriate than the centrifugalization method, and that the solid contents of the residual bark hydroextracted with a screw press was about 45%.

連続抽出装置を試作し、液比1:10(樹皮:1%NaOH水溶液)、温度70~90、時間15~45分の条件でカラマツ樹皮の抽出試験を行った。その結果、これらの条件で絶乾カラマツ樹皮に対し30%のポリフェノールが抽出された。また、あわせて圧搾法と遠心分離法による抽出液と残さの分離試験も行い、アルカリ抽出残さの脱液には圧搾法が適しており、スクリーンプレスによって残さの固形分率が45%程度まで脱水できることを認めた。

1. はじめに

樹皮のアルカリに可溶性フェノール性成分を木材用の接着剤として利用するためには、有効成分を効率よく抽出すると共に、抽出液と残さを分離する工程が必要である。

大量の樹皮を処理する工業的生産を考えた場合、回

分式の抽出装置では大容量となり製造コストを高める一因ともなり得る。また、抽出缶からの抽出残さや抽出液の取り出し、分離装置への移送など、技術的にも問題点がある。そこで、これらの工程の簡素化を目的として連続抽出装置を試作し、抽出試験を行った。また、遠心分離法や圧搾法による抽出液と残さの分離工

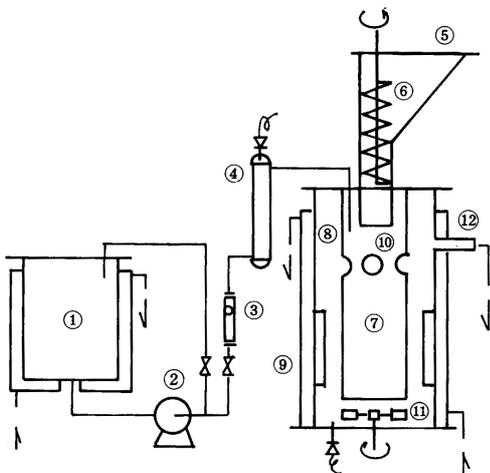
程の検討もあわせて行った。なお、本試験の一部は、第17回木材学会北海道支部大会(1985年11月札幌市)において報告した。

2. 抽出試験

2.1 連続抽出装置

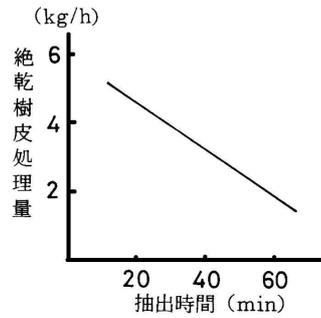
試作した連続抽出装置の概略を第1図に示す。本体部は、径15cm、長さ620cmの内筒と径30cm、高さ700cmの外筒、加温用の温水ジャケット、かくはん機で構成されており、接液部の材質はSUS-304、実容積は21.5lである。

原料の樹皮は、ホッパーからスクリーファイダーによって定量的に内筒部に送入される。抽出溶剤はパイプヒーターで所定温度まで加温され、ポンプと流量計によって定量的に内筒部に送入される。内筒上部には径5cmの循環窓が4個設けられており、これを通して樹皮と抽出溶剤はかくはん機によって内筒部から外筒部へ循環し、一定時間滞留した後、流出管から排出される。液比や抽出時間は樹皮と抽出溶剤の送込量で規制する。なお、循環窓と流出管及びかくはん翼と内筒低部の間隔は、それぞれ10cm及び5cmとした。本装置による樹皮処理量(乾物)は、液比1:



第1図 連続抽出装置

溶媒タンク	ポンプ	流量計
パイプヒーター	原料ホッパー	スクリーファイダ
内筒	外筒	ジャケット
循環窓	かくはん機	流出管



第2図 抽出時間と処理量
(液比1:10の場合)

10の場合、第2図のとおりである。

2.2 試験方法

試験には、愛別町産の樹令10~15年生カラマツ原木の樹皮を使用した。はく皮後、風乾し、ユニバーサルクラッシャー(山本機械製)によって5mesh以下に粉碎し、60mesh以下粒分を除いて供試した。第1表に既報¹⁾と同様にして分析した供試樹皮の熱水可溶分、1%水酸化ナトリウム可溶分等を示す。

抽出には、前報の試験結果から1%濃度のNaOH水溶液を用いることとし、また、液比は1:10を目標とした。そして、抽出温度や抽出時間と抽出量の関係について検討した。なお、抽出時間や抽出量は以下のようにして求めた。

まず、所定の抽出時間並びに液比となるように1%NaOH水溶液と原料樹皮の送込量を調整し、乾物として1kgの樹皮が送入されるごとに、所要時間と流出するスラリー(抽出液と抽出残さの混合物)重量を測定した。そして、単位時間当たりのスラリー流出量(bkg/h)を算出し、次式によって抽出時間を求めた。

第1表 供試樹皮の組成
(対絶対乾物)

熱水可溶分	29.5%
1%NaOH可溶分	53.5%
1%NaOH可溶 ポリフェノール	32.3%

$$\text{抽出時間 (min)} = \frac{A}{b} \times 60 \dots\dots(1)$$

ここで, A: 抽出缶の実容積 (21.5 l)

また, 秤量した各スラリーから一部を取り, 東洋ろ紙No.2でろ過して得た抽出液の固形分, ポリフェノール, NaOHの各濃度を前報²⁾と同様の方法によって分析し, 次式によって単位時間当たりの抽出量を算出した。

$$\frac{x_1}{(b-a) + x_1} \times 100 = \text{抽出物濃度 (\%)} \dots\dots(2)$$

$$\frac{x_2}{(b-a) + x_1} \times 100 = \text{ポリフェノール濃度 (\%)} \dots\dots(3)$$

ここで

抽出物濃度: 固形分濃度 - NaOH濃度

- x_1 : 抽出物量 (kg/h)
- x_2 : ポリフェノール抽出量 (kg/h)
- a : 供給樹皮量 (kg/h)
- b : 流出したスラリー量 (kg/h)

なお, 抽出率はaに対する x_1 及び x_2 の割合でそれぞれ示した。

2.3 試験結果及び考察

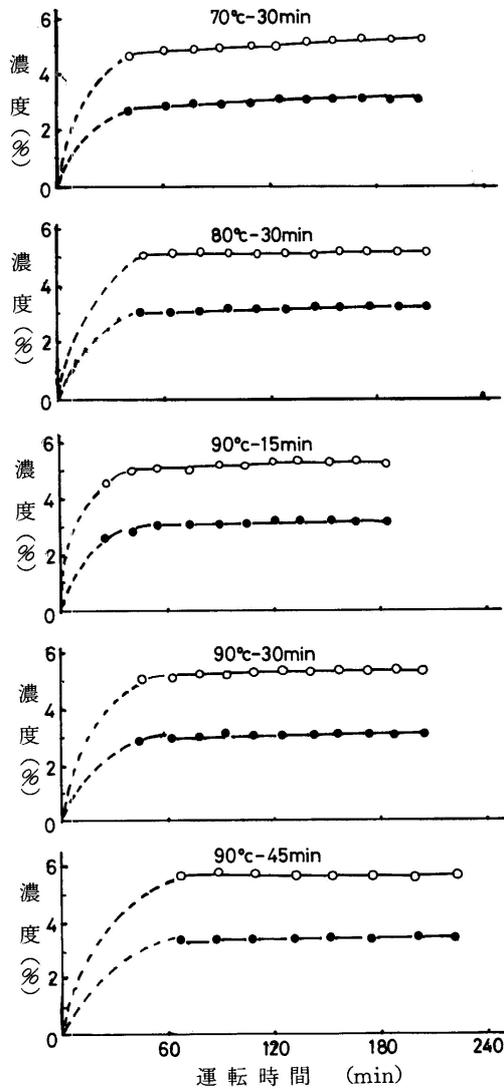
試験結果の一例を第2表に示す。表から明らかなように, 樹皮1kgが送入される時間は15.8分と一定であり, この間に流出するスラリー量も10.5~11.1kgと変動が少なく, 連続的に送入された樹皮とNaOH水溶液が定量的に排出されているものと考えられる。このことは, 抽出液の分析値に経時的な変動が少ないに

第2表 抽出試験結果の一例

運転時間 (min)	内部温度 (°C)	樹皮送入量 (kg)	スラリー流出量 (kg)	抽出液の分析値 (%)		
				固形分	ポリフェノール	NaOH
0	22					
31.7	90	1	—	—	—	—
47.5	90	1	10.7	5.02	2.91	1.00
63.3	90	1	10.5	5.17	3.00	1.00
79.2	90	1	10.5	5.28	3.08	1.03
95.0	90	1	10.9	5.31	3.20	1.03
110.8	90	1	10.8	5.29	3.12	1.04
121.6	90	1	10.8	5.35	3.20	1.00
142.5	90	1	10.8	5.39	3.25	0.94
158.3	90	1	11.0	5.40	3.25	1.04
174.2	90	1	10.9	5.40	3.20	1.00
190.0	89	1	11.1	5.38	3.17	0.98
205.8	89	1	11.1	5.51	3.27	0.93

とからも理解される。第2表の結果から式(1)によって算出される抽出時間は31.0~29.2分, 平均30.0分であり, また液比は1:9.3~1:10.0, 平均1:9.6である。

このようにして求めた抽出温度70~90, 抽出時間15~45分の各条件における抽出液の分析値を, 運転時間に対してプロットして第3図に示す。いずれの抽出



第3図 抽出条件と抽出液の固形分濃度及びポリフェノール濃度

(○—: 固形分濃度, ●—: ポリフェノール濃度)

第3表 抽出条件と抽出率

抽出条件		抽出率 (%) ^{a)}		ポリフェノール 純度 (%) ^{b)}
温度 (°C)	時間 (min)	抽出物	ポリフェ ノール	
70	30	41.5	30.8	74.2
80	30	42.0	30.2	71.9
90	15	42.9	31.4	73.2
90	30	45.0	32.5	72.2
90	45	47.5	33.8	71.2

注) a) : 絶乾樹皮に対する%。

b) : 抽出物中に占めるポリフェノールの割合。

条件においても、運転開始40~60分後に固形分濃度及びポリフェノール濃度は一定となることが分かる。

次に、第2表のようにして得た各抽出物及びポリフェノールの抽出量を求め、供給樹皮量に対する割合を算出し、運転開始60分以降の値を平均した。これを各抽出条件における抽出率として第3表に示した。

抽出物量は、70℃, 30分における41.5%から90℃, 45分の47.5%の範囲で、抽出温度が高い程、また抽出時間が長い程増加した。またポリフェノールの抽出量も30.2~33.8%の範囲で同様の傾向を示す。抽出物中に占めるポリフェノールの割合(ポリフェノール純度)は、抽出率とは逆の傾向を示し、71.2~74.2%の範囲で抽出温度が高い程、また抽出時間が長い程減少した。しかし、いずれもわずかな差であり、本抽出装置により、抽出温度は70~90℃, 抽出時間は比較的短い15~30分の条件で、原料樹皮のアルカリ可溶ポリフェノールがほぼ100%連続的に抽出できることが分かった。

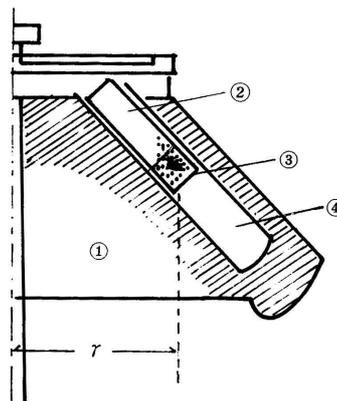
3. 分離試験

固一液系の機械的分離法としては、加圧あるいは真空ろ過法、圧搾法、遠心分離法などがあり、対象とする原料や分離の目的によって多種類の装置が開発されている。本試験の目的である樹皮のアルカリ抽出液と抽出残さの分離においては、スラリーの個体濃度が比較的高いことと、また樹皮は、膨潤して多量の液体を吸着保持し、比較的機械的強度が高いことなどから、このような原料に対して高い脱水率が得られると思われる遠心分離法と圧搾法を検討した。

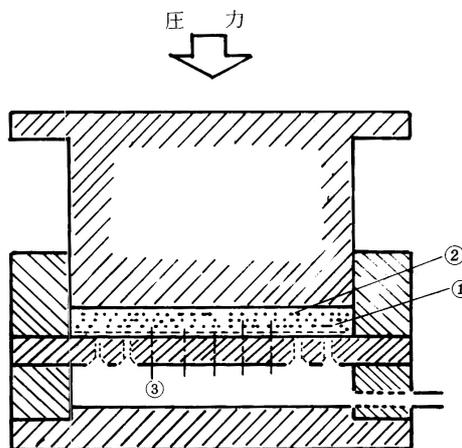
3.1 試験方法

供試スラリー：連続抽出装置から液比1:10, 90℃, 30分の条件で流出したスラリーを用いた。

遠心分離試験：分離装置には、第4図のローターを持つ遠心分離機(佐久間製作所製, No.55 R型, 回転半径r=54mm, 最大回転数15,000rpm)を用いた。ろ過筒にろ紙(東洋ろ紙No. 2)を敷き、抽出残さが乾物で約2gになるように供試スラリーを取り、3,000~12,000rpmで20分間脱水し、分離された残さの水分を



第4図 遠心分離機のローター
回転ローター ろ過筒
ろ紙 吸水管



第5図 密閉型孔あきケージ
金網 残さ 抽出液

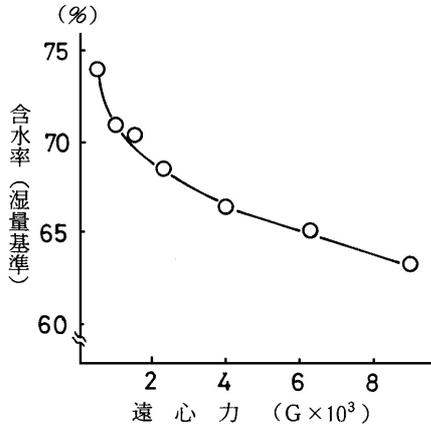
測定した。

圧搾試験：圧搾試験には、第5図に示す密閉型孔あきケージ (10×10cm) を用い、絶乾抽出残さが約20g になるように供試スラリーを入れ、手動式油圧プレス (10ton) で1分間、所定圧力に保った後、残さの含水率を測定した。

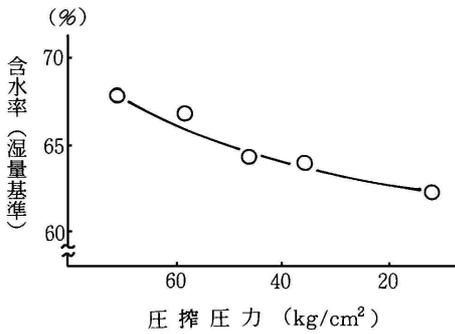
3.2 試験結果及び考察

遠心力 (G) と残さ含水率 (湿量基準) の関係を第6図に示す。遠心力は用いた遠心分離機の回転半径 (54mm) と回転数から算出した。

第6図から明らかなように、遠心力が大きくなると残さの含水率は減少し、2,000Gで69%、4,000Gでは67%、6,000Gで65%程度であった。通常、工業的な遠心ろ過機で利用できる遠心力は3,000G程度まで



第6図 残さ含水率と遠心力



第7図 残さの含水率と圧搾圧力

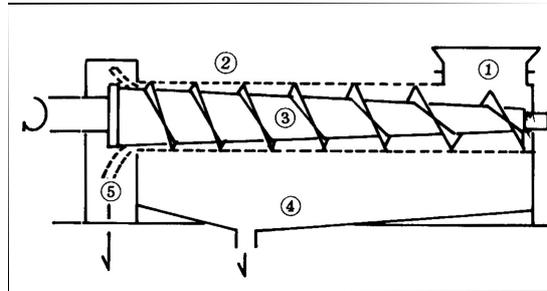
とされているので、遠心分離法においては、残さの含水率が68~70%程度までの脱水が限界と考えられる。

第7図は圧搾法について検討した結果である。圧搾法においては、遠心ろ過より更に高い圧力が抽出残さに加わるので、残さの含水率は低下し、圧搾圧が10~60kg/cm²の範囲で62~67%となった。

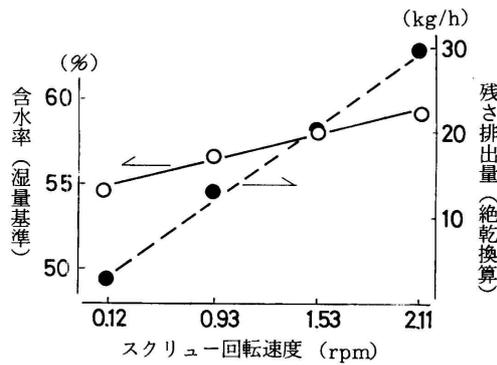
3.3 装置試験

前項の試験の結果、遠心ろ過によるよりも圧搾法による方が、より高い脱水度の得られることが予想されたので、樹皮のアルカリ抽出液と残さの分離には圧搾型の脱水装置を用いることとして装置試験を行った。連続式の代表的な圧搾型脱水装置には、ベルトプレスとスクリーンプレスがあるが、構造が簡単でより高圧が利用でき、液体の回収率が高い後者を選んだ。

試験に用いたスクリーンプレスは、スクリーン径が15cmのもので、その構造の概略は第8図に示すとおりである。



第8図 スクリュープレス
ホッパー スクリーン スクリュー
ろ液排出口 残さ排出口



第9図 スクリュー回転数と残さの含水率及び処理量

第9図はスクリーブレスによる脱水試験の結果を示す。スクリーブレスは、スクリーブの回転によって圧搾に必要な圧力が得られ、回転数と脱水性との間には密接な関係がある。カラマツ樹皮のアルカリ抽出残さにおいても第9図に示すとおり、回転数が増すと処理量は増加し、含水率は高くなる傾向を示し、スクリーブ回転数が0.2~2.11rpmの範囲(抽出残さの排出量3.0~29.6kg/h)で残さの含水率は54~57%となった。前項の試験結果(第7図)と比べ残さの含水率が低くなっているのは、実装置においてはより高い圧力が加わっていることによるものと思われる。

4. まとめ

以上、カラマツ樹皮からアルカリ可溶のフェノール性成分を効率よく抽出するため、連続抽出装置を試作し、抽出試験を行った。また、あわせて抽出液と残さの分離試験も試みた。その結果、1%濃度のNaOH水溶液を用い、液比1:10、温度70~90、時間15~

30分の条件で、原料樹皮の1%NaOH可溶ポリフェノールのほぼ100%が連続的に抽出され、固形分濃度5~5.5%、ポリフェノール純度(抽出物中に占めるポリフェノールの割合)が72~74%の抽出液が得られた。また、アルカリ抽出液と抽出残さの分離装置としてはスクリーブレスが適し、これによって残さの含水率(湿量基準)が55%程度となるまでの脱水が可能であることを認めた。

文献

- 1) 窪田 実, 高橋弘行: 林産試月報, 382, 8 (1983)
- 2) 窪田 実, 平田三郎, 斉藤 勝: 林産試月報, 395, 10 (1984)

- 林産化学部 化学利用科 -
- *林産化学部 主任研究員 -
(原稿受理 昭61.5.19)