

遊星ボールミルにより得られた微粉碎木粉の性状評価

Evaluation of Wood Powder Property Pulverized by Planetary Ball Mill

川端浩二・岡野雅子・常定 健・藤井英司・福崎智司

Koji KAWABATA, Masako OKANO, Takeshi TSUNESADA, Eiji FUJII and Satoshi FUKUZAKI

キーワード 微粉碎木粉 / 遊星ボールミル / 木粉特性
KEY WORDS Pulverized wood / Planetary ball mill / Wood powder properties

1 はじめに

近年、循環型社会の構築を目指して間伐材、製材端材や林地残材などの未利用木質バイオマスの有効利用技術が注目されている。木質バイオマスは賦存量も比較的多く、再生型資源であることから、石油依存型社会からの代替資源の一つとして期待されており、バイオエタノール原料¹⁾やセルロース系繊維原料^{2)~5)}等に関する技術開発が行われている。木質バイオマスは、そのまま利用することが困難なことから粉碎などの前処理を行うことで付加価値の高い製品として利用する必要がある。しかしながら、他の粉碎原料と比べて難粉碎物⁶⁾であることから、一部で木粉の工業的利用が行われているものの、木質バイオマスの粒径や粉碎形状を精密に制御する粉碎技術が確立されているとは言い難い。そこで、本研究では、粉碎法として湿式法および乾式法を使用できる遊星ボールミルに着目し、木質系バイオマスを湿式法および乾式法により粉碎処理を行い、得られた粉体の粒度分布や形態について調べた。

2 実験方法

木質系バイオマスの粉碎条件を検討する上で、原料としてヒノキチップ（真庭バイオマス集積基地より入手）を用いた。カッティングミル（P-15；フリッチュ(株)）および超遠心粉碎機（ZM200；(株)レッチェ）を用いて、乾式法により粉碎処理を行った。カッティングミル内のふるい目は1mmを使用した。超遠心粉碎機は回転数10000rpmで粉碎を行い、粉碎機内のスクリーンは0.12mmを使用した。カッティングミルおよび超遠心粉碎機により粉碎した後、ふるい振とう機（AS200；(株)レッチェ）により150 μ mのふるい目を使用して分級を行い粉体試料（試料名：乾式/超遠心ミル）を得た。粉体試料を遊星ボールミル（PM100；(株)レッチェ）を用いて、乾式法および湿式法により粉碎処理を行った（試料名：乾式/超遠心ミル+乾式/遊星

ボールミル、乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミル）。各試料は、遊星ボールミルで粉碎後、45 μ mのふるい目を使用して分級を行い粉体試料とした。乾式および湿式での粉碎条件を表1に示す。試料量、水量、ボール量及び回転数の粉碎条件について乾式及び湿式法において予め予備実験を行い、最も微粉碎される条件を本実験条件とした。得られた粉碎物は、レーザ回折式粒度分布測定装置（SALD-2100；(株)島津製作所）により粒度分布を求めた。水を媒体として循環させながら吸光度が一定となる

表1 遊星ボールミルの粉碎条件

	乾式	湿式
試料量	4g	2g
水量	—	20g
ボール	120g	160g
回転数	400rpm	400rpm
時間	1h	1h

ように試料濃度を調整した後、測定を行った。電界放出型走査電子顕微鏡（FE-SEM）（JSM-7500F A；日本電子(株)）により、形態観察を行った。試料を希釈した後にアルミ試料台に両面テープを貼り付けた上に数滴滴下し、凍結乾燥させた後、白金蒸着をして観察試料とした。

3 結果及び考察

図1に超遠心粉碎機、遊星ボールミルを用いて粉碎した試料の粒度分布を示す。乾式/超遠心ミルの平均粒径が52 μ mであったのに対して、乾式/超遠心ミル+乾式/遊星ボールミルおよび乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミルの平均粒径はそれぞれ8 μ mおよび3 μ mであった。ヒノキチップを出発原料として、カッティングミルと超遠心粉碎機の組み合わせで乾式法で粉碎することにより、平均粒径約50 μ mの粉碎物が得られることが分かった。遊星ボールミルを用いて粉碎することにより、さらに微粉碎化が進行しており、乾式と比較

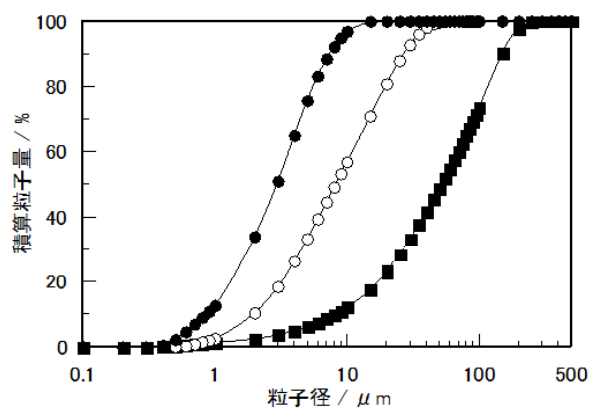


図1 各粉碎試料の粒度分布

- 乾式/超遠心ミル
- 乾式/超遠心ミル+乾式/遊星ボールミル
- 乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミル

して湿式の方が微細な粉碎物が得られることが分かった。図1の結果より、粒度分布の広がりをもとに $\epsilon = (D90 - D10) / D50$ で求めた⁷⁾。ここでD10、D50及びD90とは粒度分布測定結果の積算粒子量曲線において、その積算量が10%、50%、90%を占めるときの粒子径を表す。 $\epsilon = 0$ とは全くばらつきのないことを意味し、 ϵ が大きくなる程粒度分布の広がりが大きくなることを示す。乾式/超遠心ミル、乾式/超遠心ミル+乾式/遊星ボールミルおよび乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミルの ϵ は、それぞれ2.7、3.1および2.3であった。このことより、乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミルの場合が最も狭い粒度分布を有していることが分かった。

図2に遊星ボールミルを用いて粉碎した試料の粉碎時間と平均粒径の関係を示す。乾式法の場合、粉碎時間0.5hの試料は平均粒径14 μ mまで粉碎されていた。粉碎時間1h~48hの平均粒径は7~12 μ mとなり、ほぼ同程度の粉碎状態であった。湿式法の場合、粉碎時間0.5hの試料は平均粒径4 μ mまで粉碎されていた。粉碎時間1hから48hにおいて、平均粒径は3 μ mから0.5 μ mとなり、時間の経過と共に微粉碎化が進行していた。一般的に、粉碎物と粉碎機の組み合わせで、これより細かい粒子を得ることができない限界粒径が決まってしまう⁸⁾。ヒノキチップの場合において、乾式法では平均粒径が約10 μ m程度の粉碎が可能であるのに対して、湿式法では平均粒径が1 μ m以下まで粉碎が可能であることが分かった。ここで、比較として、セルロース粉末（微結晶セルロース（カラムクロマトグラフィー用）；メルク株、平均粒径が30 μ m）について、表1に示す湿式での遊星ボールミルによる粉碎を行った。その結果、粉碎時間0.5hおよび1hの平均粒径は、それぞれ3.5 μ mおよび2.8 μ mとなった。同じ湿式による粉碎時間において、ヒノキチップ原料と比較して、セルロース粉末の方が

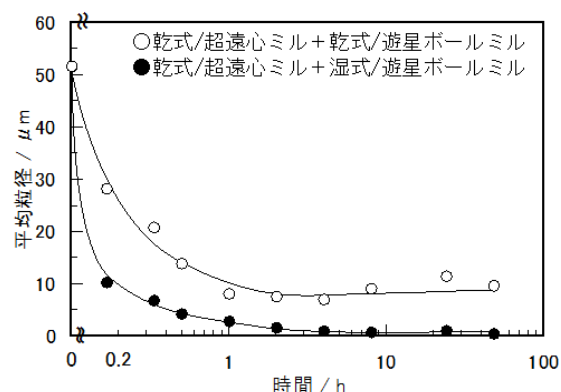


図2 遊星ボールミルを用いて粉碎した試料の各粉碎時間における平均粒径

平均粒径が小さくなっていた。ヒノキのような木質系バイオマスの木材組織は、セルロース-ヘミセルロース-リグニンが高度に積層した構造を有しており、ヘミセルロースやリグニンがセルロースを接着している役割をしていることから、この強靱な木材組織を微粉碎することは困難である⁹⁾。したがって、セルロース粉末と比較してヒノキチップの方が平均粒径が大きくなったのは、ヒノキ中にヘミセルロースとリグニンが含まれているためと思われる。

図3に超遠心粉碎機、遊星ボールミルを用いて粉碎した試料（粉碎時間1h）のSEM写真を示す。乾式/超遠心ミルa)では、長さ100 μ m程度で幅5 μ m程度に棒状にカットされた形態を有していた。

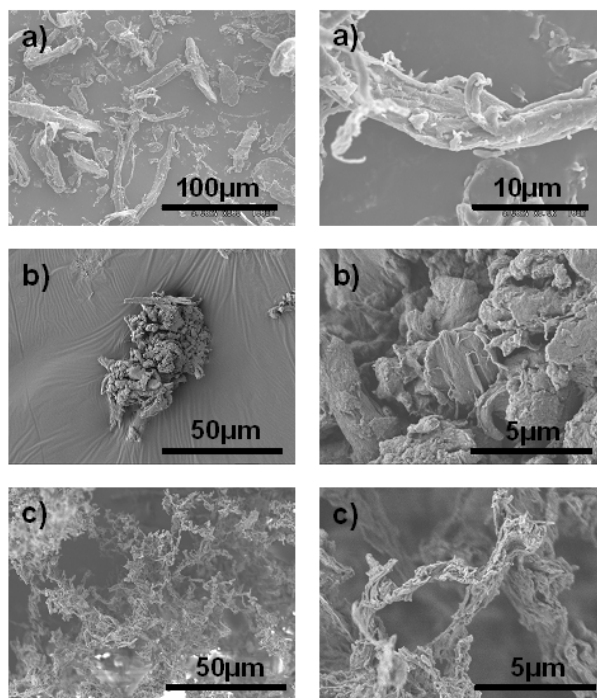


図3 各粉碎試料のSEM写真

- a) 乾式/超遠心ミル
- b) 乾式/超遠心ミル+乾式/遊星ボールミル
- c) 乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミル

乾式/超遠心ミル+乾式/遊星ボールミルb)は、数 μm の粒子が凝集した数十 μm 程度の団子状粒子が観察された。乾式/超遠心ミル+湿式/遊星ボールミルc)は、幅が数百nmの繊維状粒子が絡みあって幅数 μm の繊維を形成している状態が観察された。棒状の形態を有している乾式/超遠心ミル試料を原料として、遊星ボールミルによる粉砕によって微粉砕化が進行していた。遊星ボールミル粉砕において、乾式法と湿式法では、得られた試料の形態は大きく異なっており、乾式法では団子状粒子であるのに対して、湿式法では繊維状粒子が得られることが分かった。

4 まとめ

ヒノキチップを原料として、湿式法および乾式法により遊星ボールミルを用いて粉砕を行った。その結果、乾式法では約10 μm 程度の団子状粒子が得られるのに対して、湿式法では、1 μm 以下の繊維状粒子が得られた。湿式法と乾式法では、粉砕試料のサイズや形態が大きく異なることが分かった。

参考文献

- 1) 村上克治, 井上宏之, 矢野伸一, 滝村 修, 澤山茂樹: 廃棄物資源循環学会論文誌, 20, 74(2009)
- 2) H. Yano, S. Nakahara : J. Mater. Sci., 39, 1635(2004)
- 3) S. Iwamoto, A. N. Nakagaito, H. Yano, M. Nogi : Appl. Phys., A81, 1109(2005)
- 4) H. Yano, J. Sugiyama, A. N. Nakagaito, M. Nogi, T. Matsuura, M. Hikita, K. Handa : Adv. Mater., 17, 153(2005)
- 5) A. N. Nakagaito, H. Yano : Appl. Phys., A80, 155(2005).
- 6) 林産試験場企画課: 林産試だより (北海道立林産試験場), 10, 10(1996)
- 7) 小沢靖, 橋本望, 森則之, 百合巧, 久松暢: 電力中央研究所報告, 研究報告番号M05014(2006)
- 8) 荒川康夫: "粉体の材料化学", 培風館(1987)p. 89
- 9) 遠藤貴士: シンセシオロジー, 2, 310(2009)