

## 籾殻の酸洗処理と焼成によるホワイトシリカの生成試験と

### 製品の水溶性（生成品粉砕と水溶性性能について）

田村進一（工博・阪大名誉教授）

西野義則（工博・GPI 副会長）

米虫節夫（工博・大阪市大客員教授）

辰巳泰我（博士(工学)・阪大産研招へい研究員）

岩谷武烈（次世代農業水産研究所）

### White silica formation test by pickling and firing rice husks and water solubility of products (About product crushing and water-soluble performance)

Shinichi Tamura (Professor Emeritus, Osaka University)

Yoshinori Nishino (Vice Chairman, GPI)

Setsuo Komemushi (Osaka City University Visiting Professor)

Taiga Tatsumi (PhD, Invited Researcher of Osaka Univ.)

Takeretsu Iwatani (Next Generation Agriculture and Fisheries Research Institute)

**Summary:** Regarding the calcining and extraction of silica (SiO<sub>2</sub>) contained in rice husks at about 20%, this report refers to the pickling firing method <sup>1)</sup> by Dr. Umeda et al. This is a report of high-purity production. The research results show that high-purity amorphous silica (purity 99.2% white silica) can be produced by production under optimum pickling and firing conditions, and the crushed product has excellent water-soluble performance (90 mg / L). As a result, we confirmed and succeeded in such product production.

#### 1. はじめに

籾殻は 20%未満のシリカ（酸化ケイ素）と 80%を超える炭水化物・水と 1%未満のアルカリ金属不純物（カリウム K・カルシウム Ca）からなる。特にこの不純物がシリカと共晶反応を起こすため、その除去<sup>2)</sup>~<sup>5)</sup>は不可欠である。それには酸洗いが有効であることが知られている。環境にやさしい酸として、クエン酸を用いて、目的の籾殻酸洗いを実施する最適条件を求める。効果

を評価するため、水洗い、クエン酸 5%~20% 15分~30分浸漬、常温~60℃の最適浸漬時間と温度、濃度の試験と焼成炉の温度、時間の最適条件を求めた。その結果、シリカ純度 99%以上で水溶性 90 mg/L のホワイトシリカの生産が可能となった。

#### 2. 酸洗・乾燥乾燥条件

籾殻を低容積のプラスチック容器内に入れて、適温に加熱したクエン酸水溶液を容

器満水に注水して、図 1 に示す保温炉で容器内で酸化反応を定時間行う。ここで、溶液



図 1 60℃保温炉

の均一な浸漬注意が必要である。試験結果は、最も実用的であるクエン酸濃度が最低で、最小温度と滞留時間が求まり、クエン酸 5%濃度の 60℃溶液温度の 30 分保温炉で滞留が最も



図 2 40G 脱水機

経済的で環境にやさしい酸洗条件と判明した。クエン酸処理した籾殻を洗濯ネットに収納して、脱水を図 2 に示す 40G（重力加



図 3 乾燥機

速度の 40 倍)の遠心洗濯脱水機で脱水する。図 3 に示す① 20℃乾燥機に入れて、酸洗籾殻を乾燥する。

ここで、実用装置は処理ロット規模が約 50 倍程度で、ここで示す試験結果が適用する工程で試験している。

ここで、実用装置は処理ロット規模が約 50 倍程度で、ここで示す試験結果が適用する工程で試験している。

### 3. 焼成試験の実施

焼成温度は試験結果から 750℃～800℃が最適であることから、高温高速燃焼と異なる安定温度の燃焼制御が必要である。

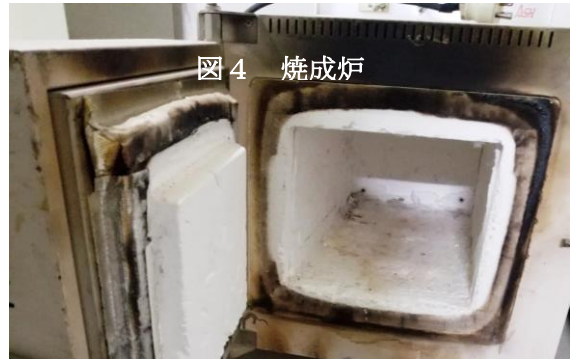


図 4 焼成炉

実用プラントは、ロータリーキルン形式で温度、燃焼空気量など制御するのと同様に、図 4 に示す電気炉を用いて、内部に焼成るつぼを設けて、温度・空気量を制御して焼成を図る。

焼成試験結果は、次の通りとなった。まず焼成温度時間は 750～800℃・3 時間共通の結果を低くする。図 5 に示すのは、酸洗なしの 60℃30 分水洗、120℃乾燥後の焼成結

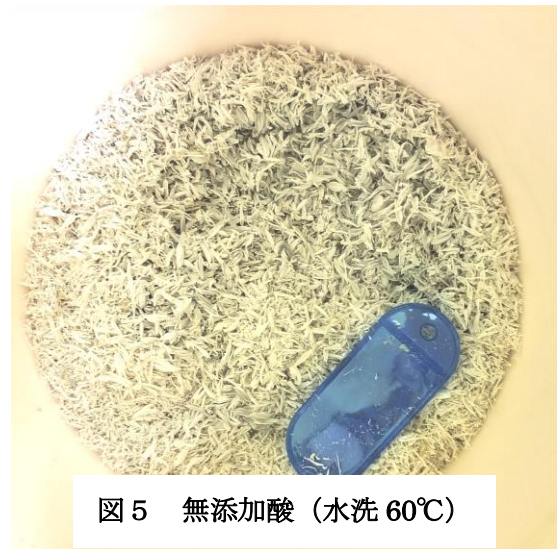


図 5 無添加酸（水洗 60℃）

果である。炭素化合物が残存して焼成物は黒色が残る。

図 6 はクエン酸 20%の 15 分浸漬した 120℃乾燥後の焼成試験結果である。図 5 に



比べて黒色が減少している。

図 7 は最小のクエン酸量を求めた結果、

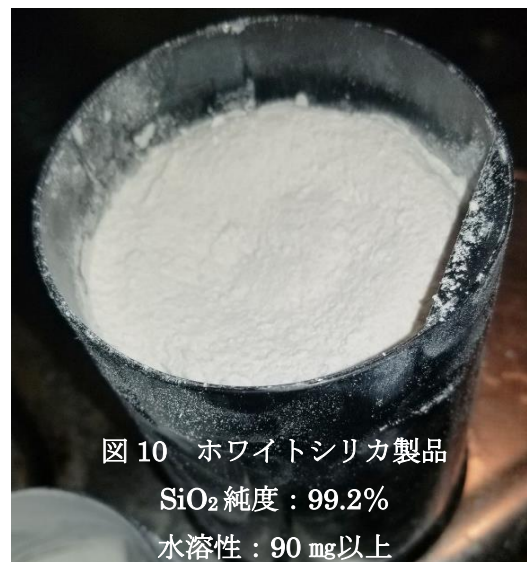


クエン酸 5%60℃30 分の条件が最も生成品が白色となった。

#### 4. 粉碎試験の実施

焼成後の試験品は、図に示す通り形状が大きな粒子であるため、粉碎を必要とする。さらに、粒度が大きい場合は水溶性が悪いため、図 8 に示す高速微粉碎機を用いて、粉碎する。この設備は約 1 トン/h r の処理能力がある。図 9 は粉碎後に自動搬送された製品のスクリーニング機械である。原理

は多層振動ふるい機であって、約 1 トン/h

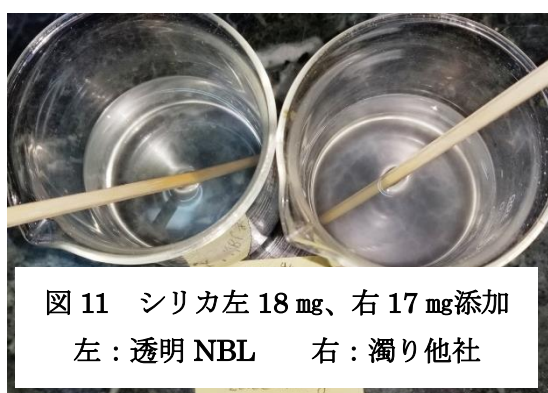


r の処理能力がある。これらの試験生産設備を用いて生産されたホワイトパウダーは図 10 である。得られた製品は、粉碎前に比べて体積は 1/10 と小さくなり、SiO<sub>2</sub> 純度 99.2%、浸漬 10 分程度で水溶性 90mg となる高品位のホワイトパウダーである。

## 5. 製品の浸漬試験

製品試作試験は、クエン酸濃度、温度、時間、乾燥条件、焼成温度・時間、粉碎条件、スクリーニング条件と多くを実施した結果、最良と思われた品質の試験品を用いて、水に対する溶解性能試験を実施する。

試験結果は、まず、図 11 に示す試作品と他社製品の比較で、明らかに試作品が溶解性で勝ることを示す。同一条件での比較は



透明性で左が右に比べて優れていることで判断できる。



同様に図 12 は濁りの比較試験であるがその違いが判明する。

試験条件は図 11、図 12 同じで、左：200 ccの水（硬度 93 p H 6.8 ミネラル水）に 18 mm g 添加、20°C、90 mm g/lの濃度。右：他社サンプル、同条件水に 17 mm g 添加、20°C

85 mm g/lの濃度。

## 6. おわりに

本研究成果は、使用材料が静岡産の籾殻を用いて、環境にやさしいクエン酸を使用して、炭水化物・水と 1%未満のアルカリ金属不純物（カリウム K・カルシウム Ca）を削除することに成功した純度 99.2%のホワイトシリカができた。さらに、この純度は他社の純度を上回り、水溶性が 90mg/L に達する製品製造に成功した。

本研究は、NBL 研究所が主体で行ったもので、技術成果の帰属権は NBL 研究所にある。この研究成果の実施による製品販売は、食品添加用途、化粧品の素材、その他農業用肥料などにあり、製品の製造販売は NBL マテリアル株式会社が実施するとのことである。公開技術資料、製品に関わる公開情報の詳細は、<http://nblshop.jp/index.pdf> を参照ください。

## 参考文献

- 1) 梅田、藤井、近藤：焼成籾殻中の脆性炭化物を利用した非晶質シリカ微粒子の生成プロセス、スマートプロセス学会誌、第 5 巻第 6 号、2016.11、PP365-372
- 2) N. Yelcin and V. Sevinc: *Ceramics International* 27 (2001), 219.
- 3) B. D. Park, S. G. Wi, K. H. Lee, A. P. Singh, T. H. Yoon and Y. S. Kim: *Biomass and Bioenergy* 25 (2003), 319.
- 4) A. Chakraverti, P. Mishra and H. D. Banerjee: *J. Materials Science* 23 (1988), 21.
- 5) N. Yalcin and V. Sevinc: *Ceramics International* 27 (2001), 219

《和文参考》

**概要:** この報告書は、粃殻に約 20%含有するシリカ ( $\text{SiO}_2$ ) の焼成抽出に関して、含有する炭水化物と水分と 1%未満のアルカリ金属不純物を、梅田らの酸洗焼成法<sup>1)</sup>を参考にした高純度生成の報告である。研究成果は最適な酸洗処理条件と焼成条件での生成では、高純度非晶質シリカ (純度 99.2%ホワイトシリカ) 生成が得られ、粉碎製品は優れた水溶性 (90mg/L) をもつことを確認、製品生産に成功した。