

『繊維再利用研究会』

福岡県リサイクル総合研究センター「研究会」

平成21年度 報告



sacujun
咲潤

森博多織株式会社
福岡大学・工学部
福岡県工業技術センター
大石化成株式会社

『繊維再利用研究会』

福岡県リサイクル総合研究センター「研究会」

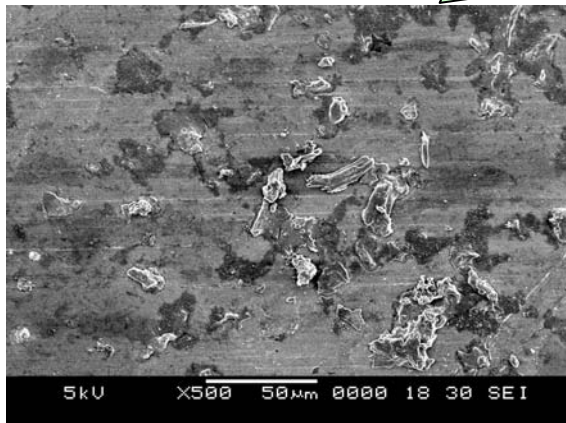


原料の
絹繊維



熱水分解

粉碎



試作品



sacujun
咲潤

背景

博多織

枯れた色使い

含金染料

廃棄業者へ委託回収

スラグ

織物の切れ端
糸くず

フィブロイン

80%

糸として活用

> 3,000kg/年(博多織)

染料抽出・分離

熱水分解

微粒子化した
タンパク質材料

- ・保湿性
- ・光沢性など

高付加
価値商品

セリシン

20%

化粧品へ展開

sacujun
咲潤

研究会体制

残系の提供

- ・博多織の状況 森博多織(株)
- ・回収ルート確立

福岡県
工業技術センター

染料抽出
・含金染料の除去

福岡大学

超臨界流体分解
・20 μ m程度の粒状タンパク
質製造

新規特許
の提案

知的財産権

熱水・高圧流体の技術貧を用いた
微粒子製造法

出願者 三島健司、松山 清
特許番号 特願2004-19392

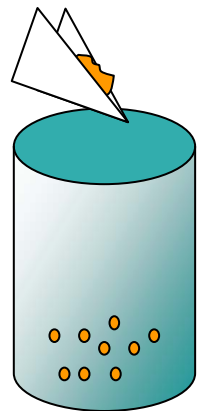
繊維再利用
の実用化

協力機関
大石化成(株)

タンパク粒子の
性状試験
・保湿性
・生体影響

既に開発していた **技術**

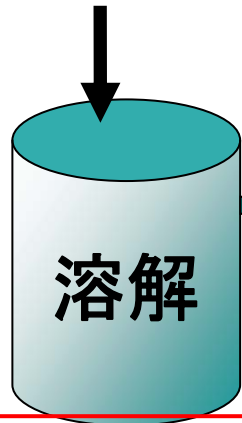
- ・反射光の美しい **化粧品**
- ・アレルギーの出ない **食品**



ポリマー

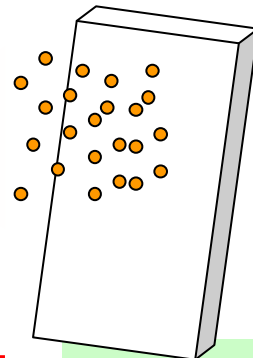
フッ素系高分子の二酸化炭素
に対する溶解現象

超臨界二酸化炭素



高分子微粒子

微粒子のマイ
クロコーティン
グの原理



- ・廃液のない染色装置 (豊和株)
- ・有機溶剤(トルエン)を使わない塗装
技術(日本ペイント) など。



花王の**ソフィーナ**は、この**超臨界二酸化炭素**
の技術で製造しています。

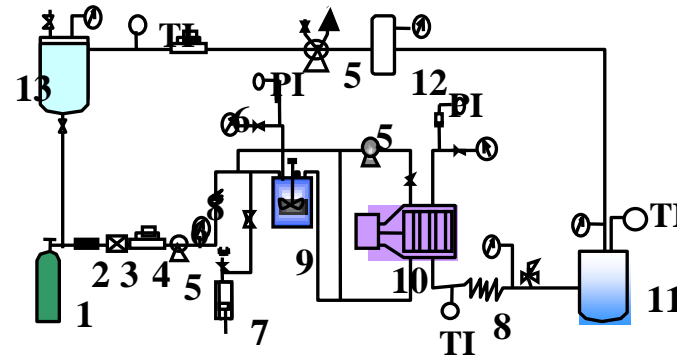
超臨界流体技術の実用化



研究室
スケール



ベンチスケール



実用装置のスケールアップ



パイロットスケール



実働機

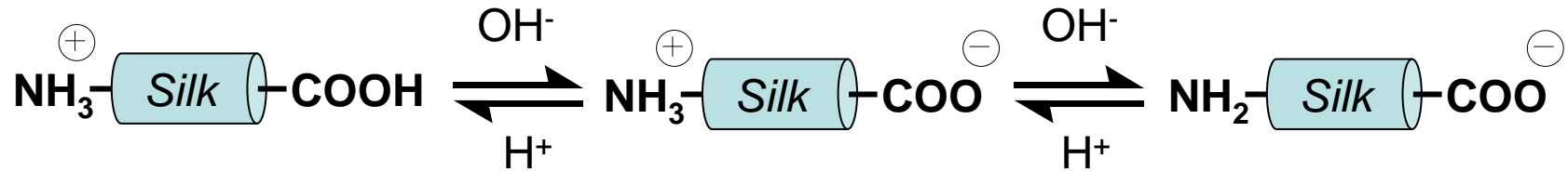


実際の商品へ

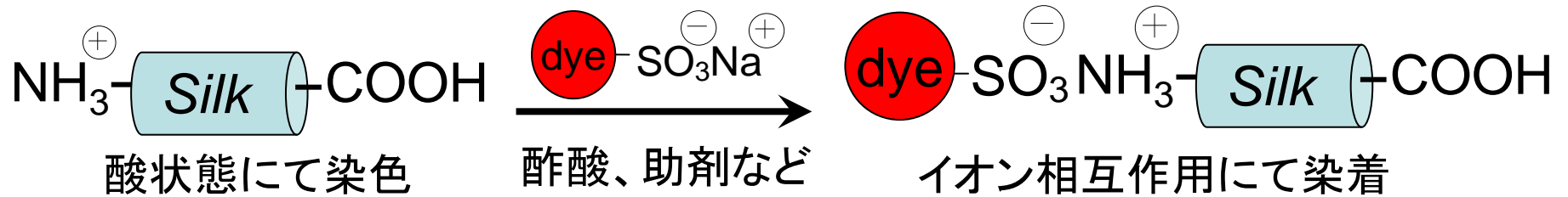
絹フィブロインの脱色方法

工技セ担当分

—絹フィブロインの溶液状態—



—染色機構—



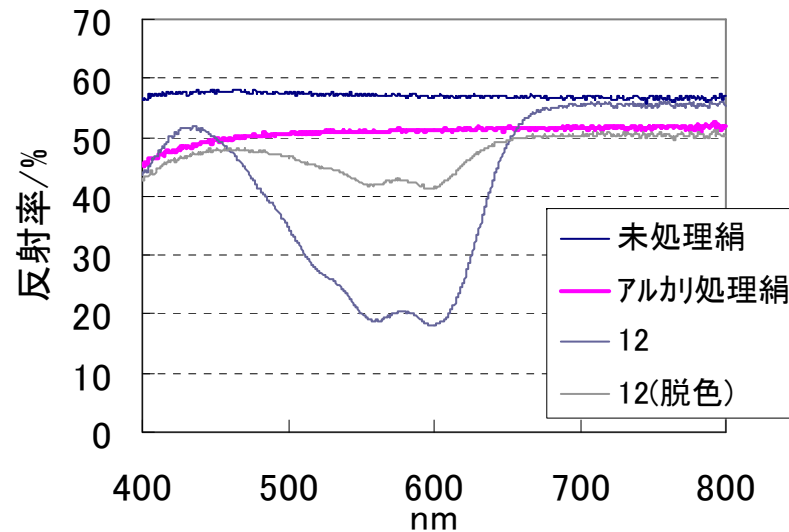
アルカリ条件
を検討

—脱色方法—



脱色実験

工技セ担当分



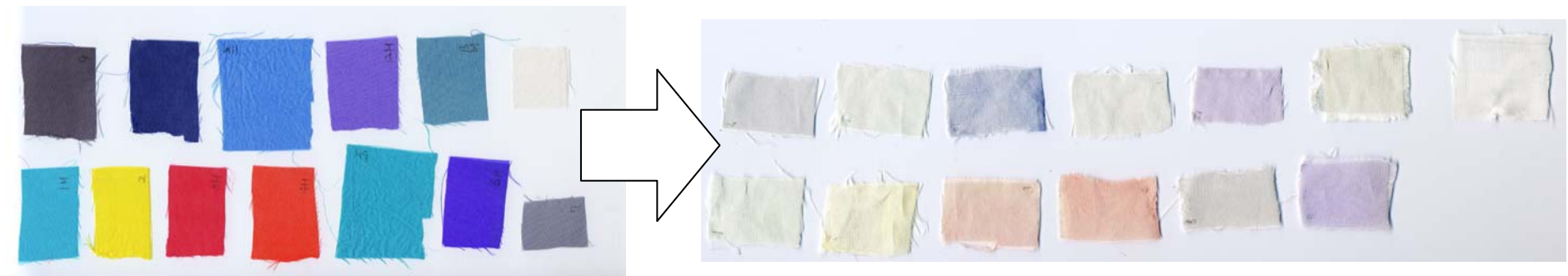
染色布の脱色における反射スペクトル

染色布: 13種類

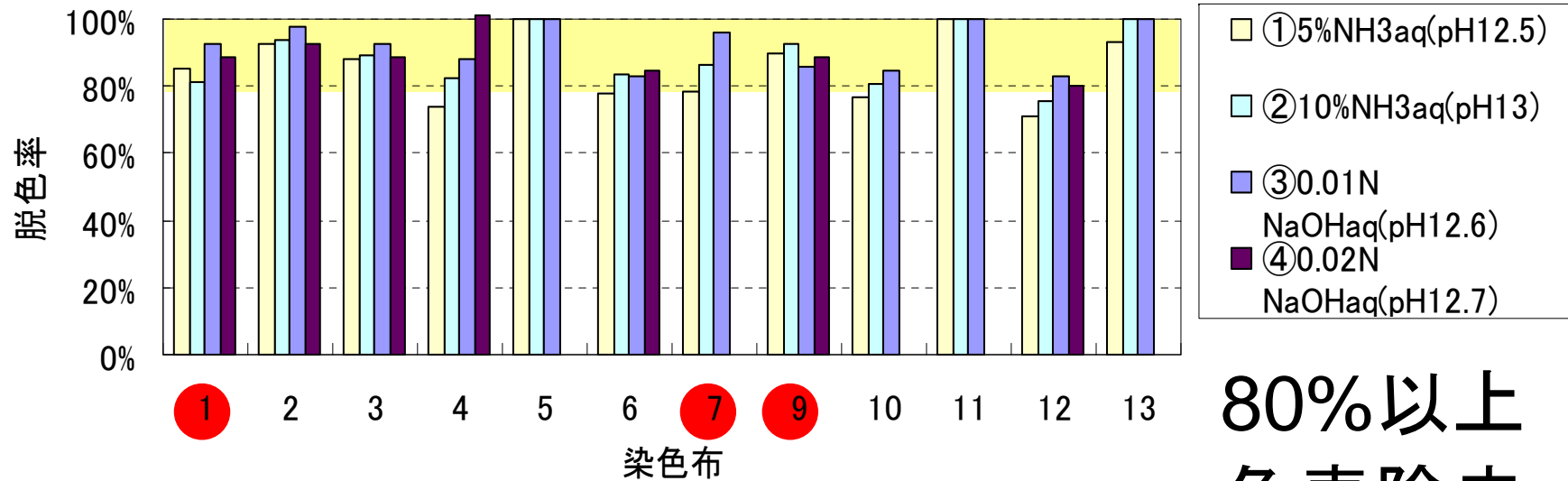
使用染料: 酸性染料、直接染料
(含金染料●)

アルカリ処理: 5%NH₃aq
10%NH₃aq
0.01N NaOHaq
0.02N NaOHaq

脱色条件: boil x 3



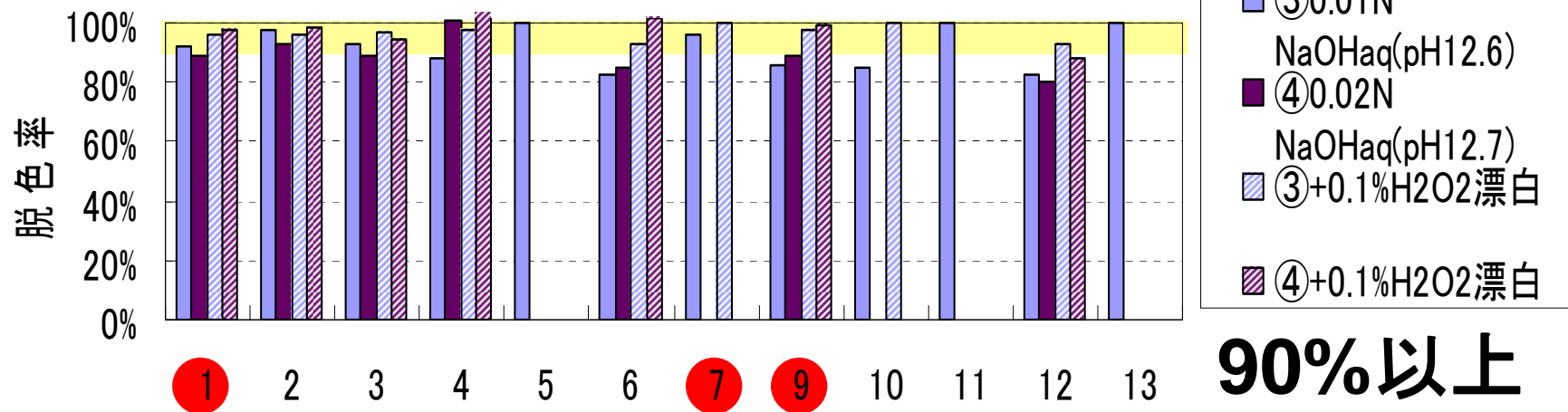
●色素の脱色は、絹を溶解させることなく可能



各染色布におけるアルカリ脱色率

80%以上
色素除去

漂白液: 0.1% H₂O₂ aq、脱色条件: boil x 3



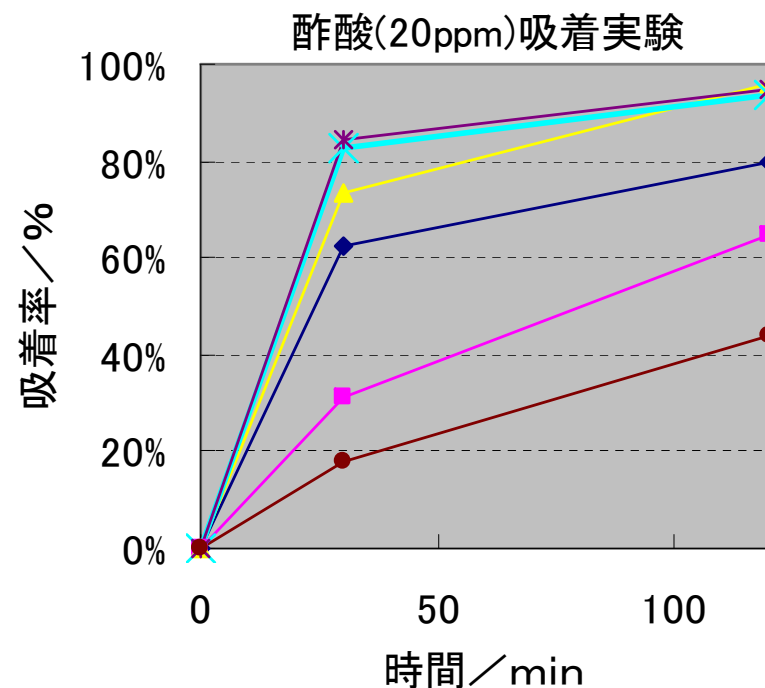
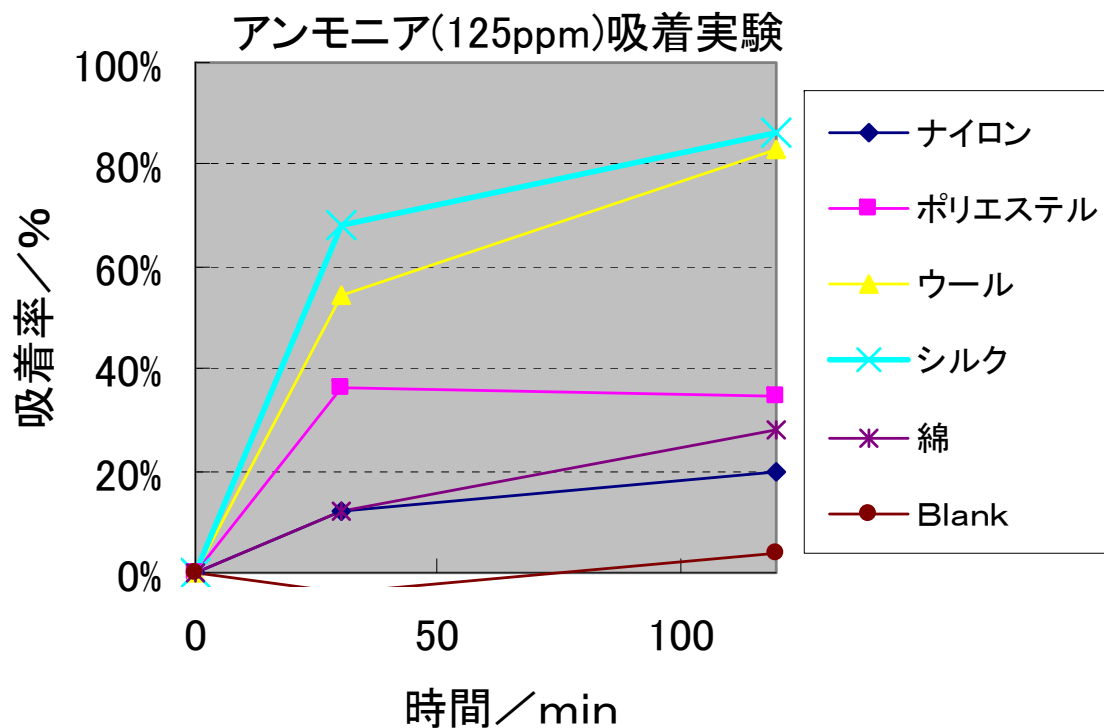
漂白を組込んだ脱色率

90%以上
色素除去⁺³

悪臭吸着実験

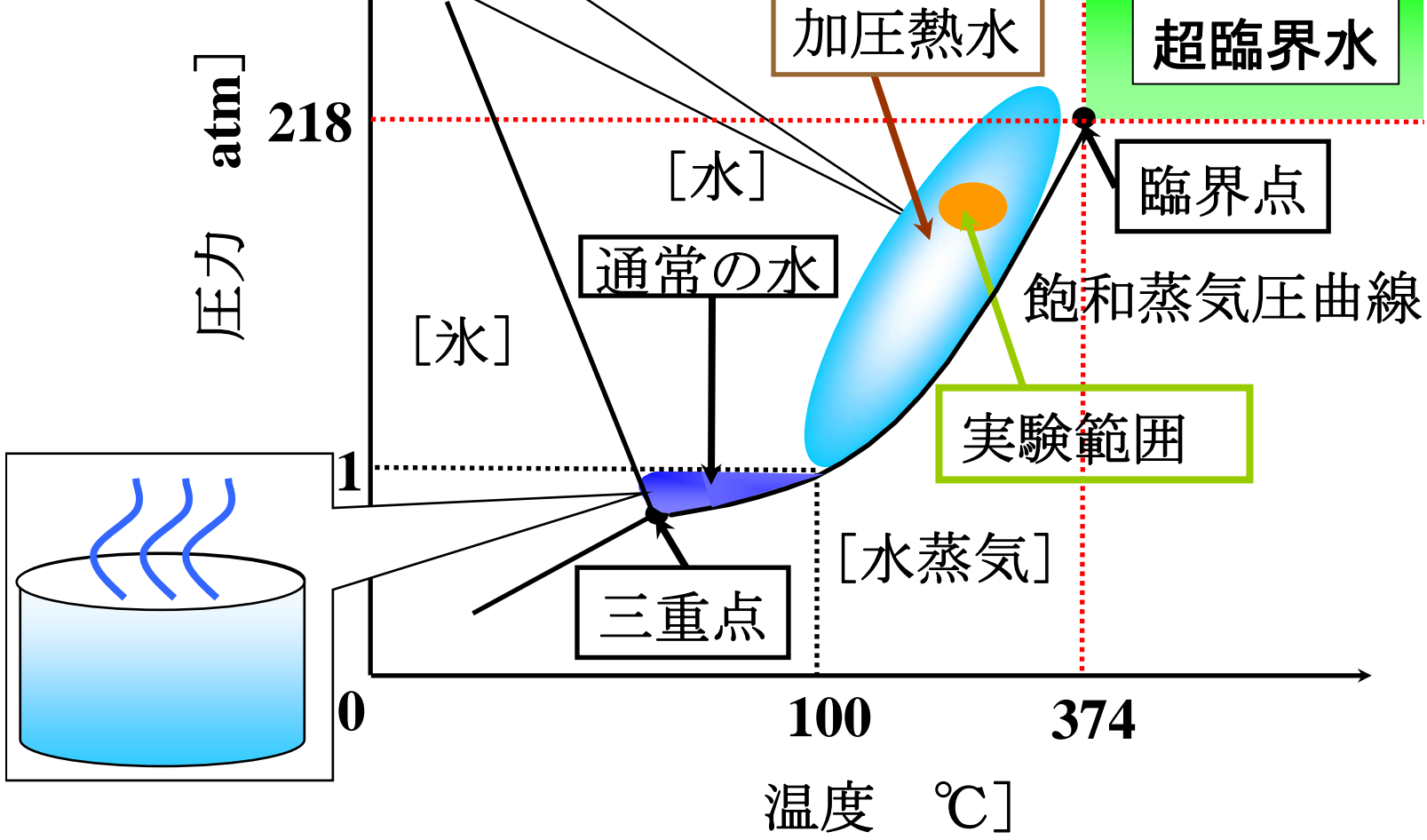
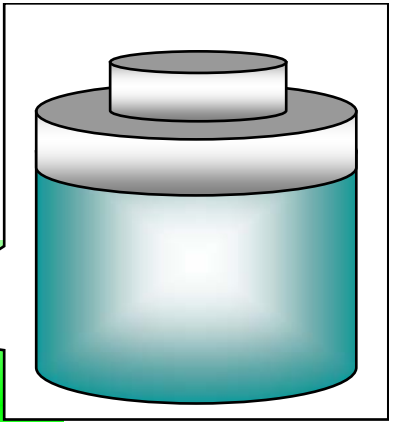
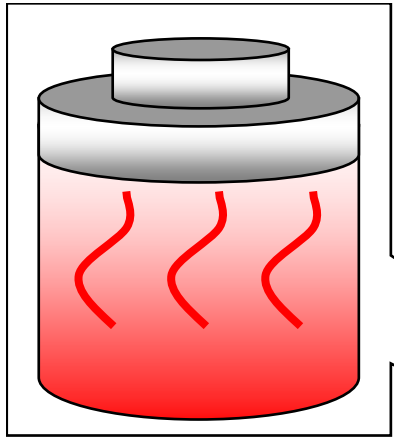
工技セ担当分

試験方法： 検知管法、 試験条件： ガス量 0.6L、吸着材(生地)量 0.2g

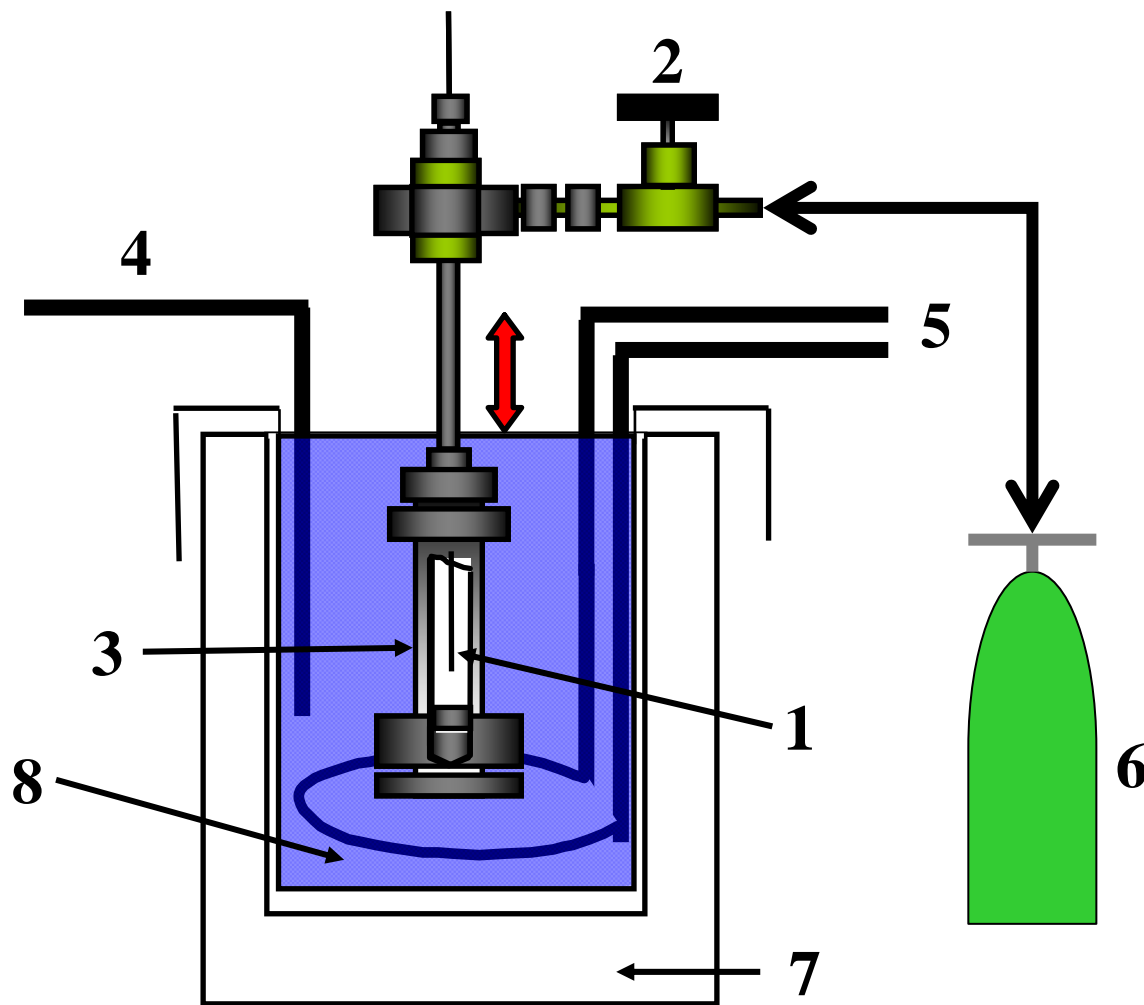


- 絹の吸着機能は、アルカリ、酸性でも優位
- 今後、微粉末で調査予定

水の状態図



回分式実験装置



- 1 Thermocouple
- 2 Stop valve
- 3 Reactor
- 4 Temperature control thermocouple
- 5 Heater
- 6 N₂ gas cylinder
- 7 Heater
- 8 Salt bath

塩浴組成

NaNO₂ 40%

KNO₃ 53%

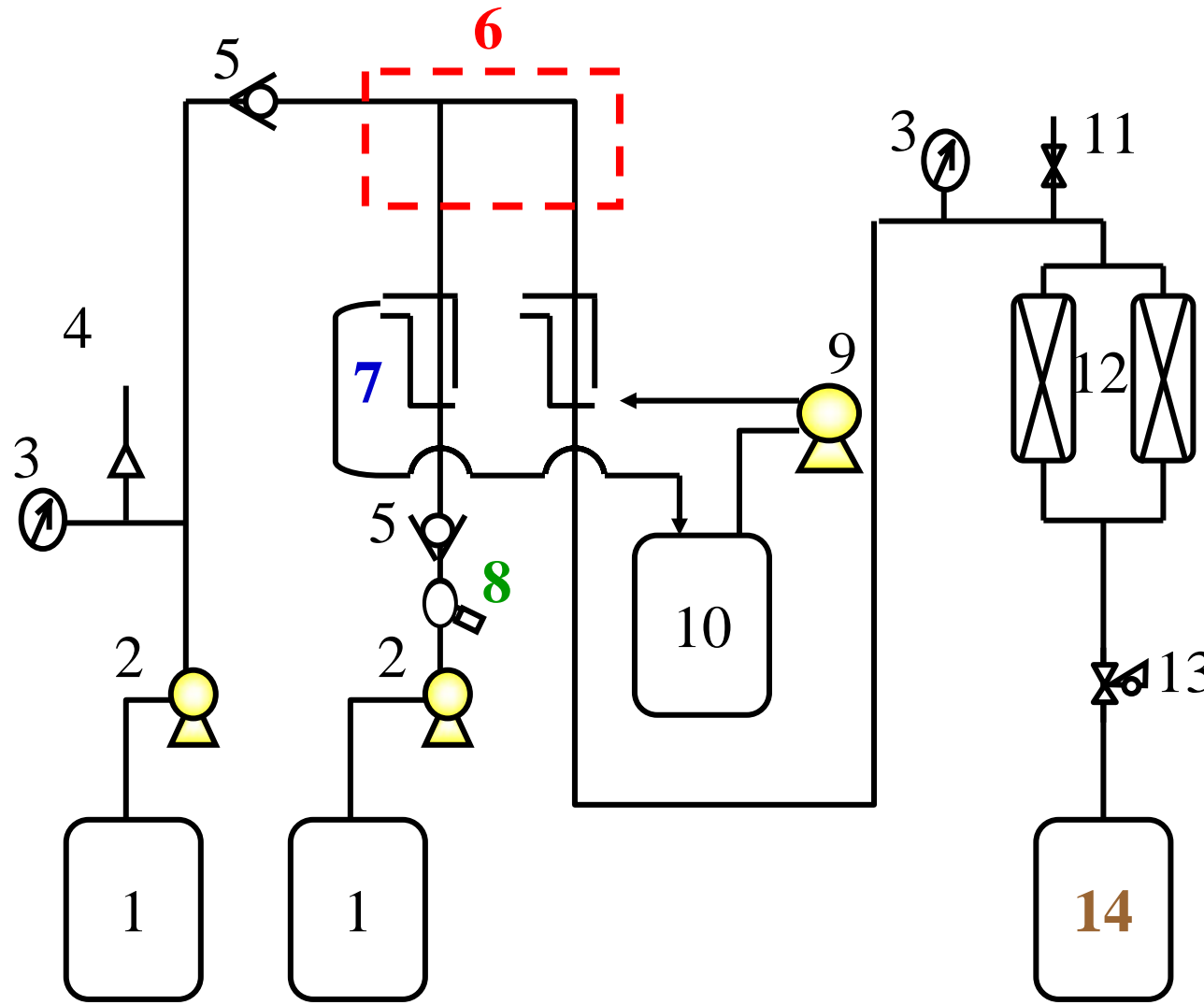
NaNO₃ 7%

使用温度

550°C迄

Fig. Schematic diagram of batch type experimental apparatus¹⁶

流通式実験装置



- 1 Water
- 2 Pomp
- 3 Pressure meter
- 4 Safety valve
- 5 Stop valve
- 6 Heating unit**
- 7 Cooler**
- 8 Multiport valve**
- 9 Pomp
- 10 Water
- 11 Stop valve
- 12 Filter
- 13 Back pressure regulator
- 14 Collector**

Fig. Schematic diagram of flow type experimental apparatus¹⁷

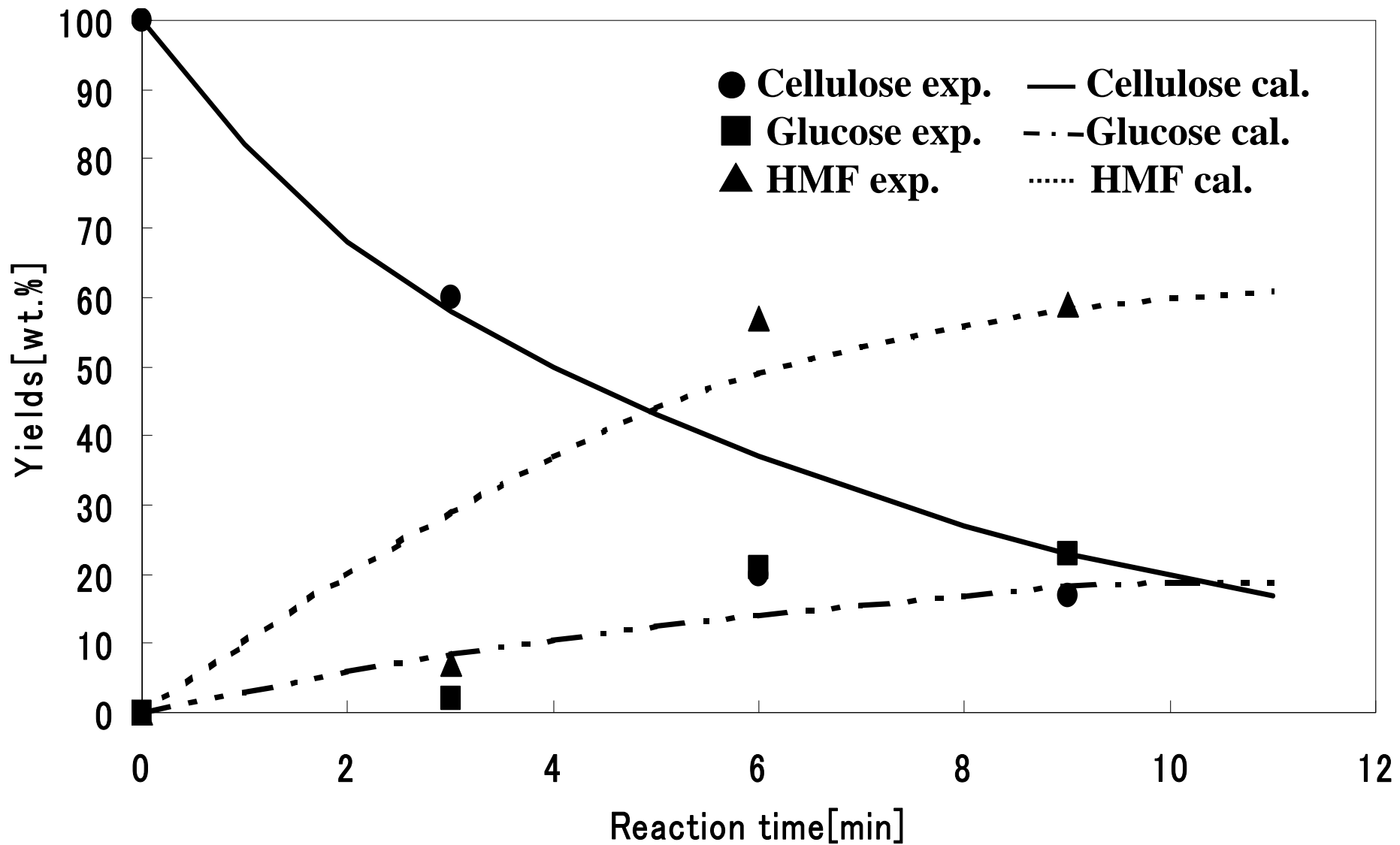


Fig. Cellulose residue and glucose yield vs. reaction time
(Heating unit temperature: 573 K)

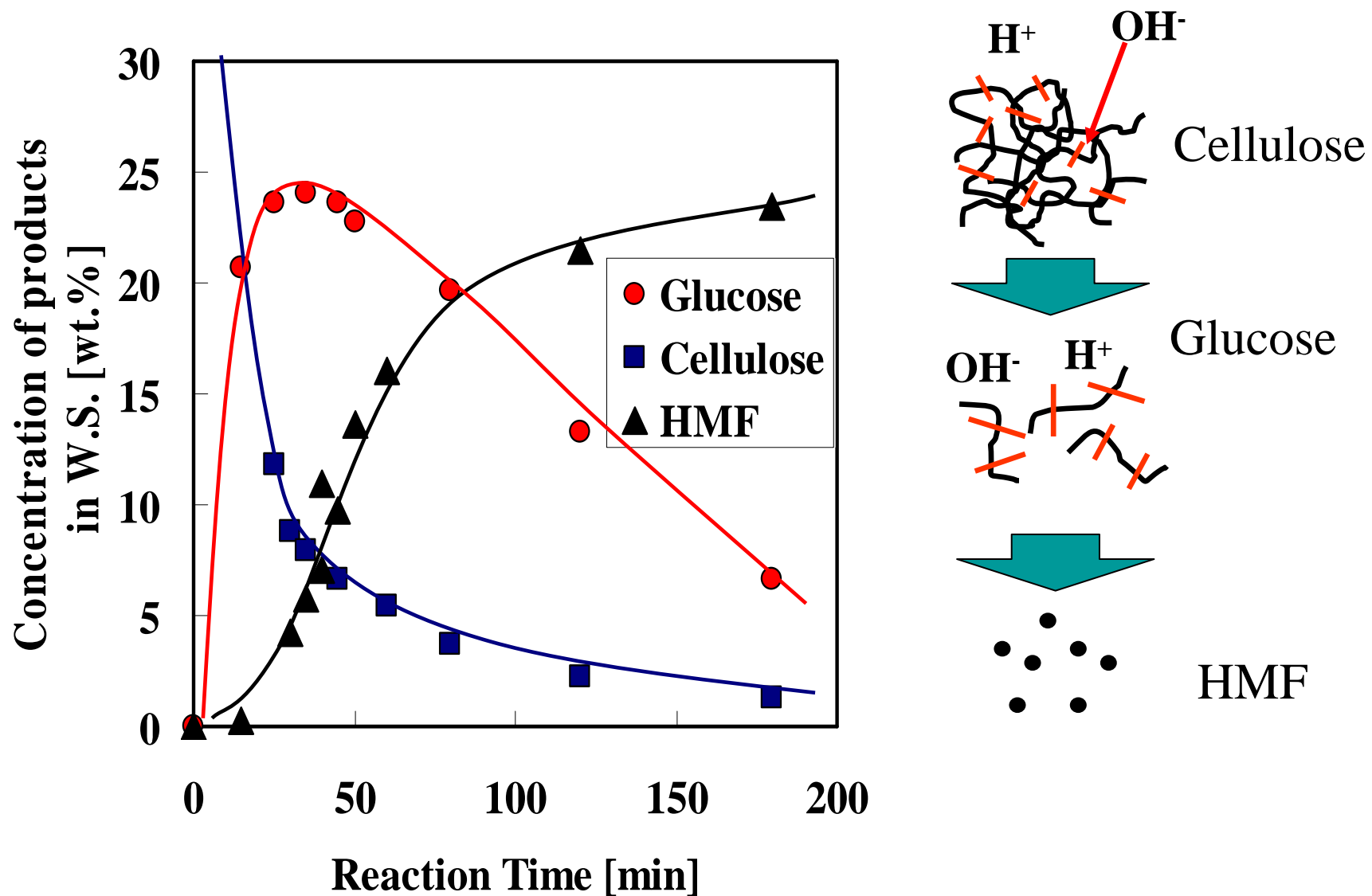
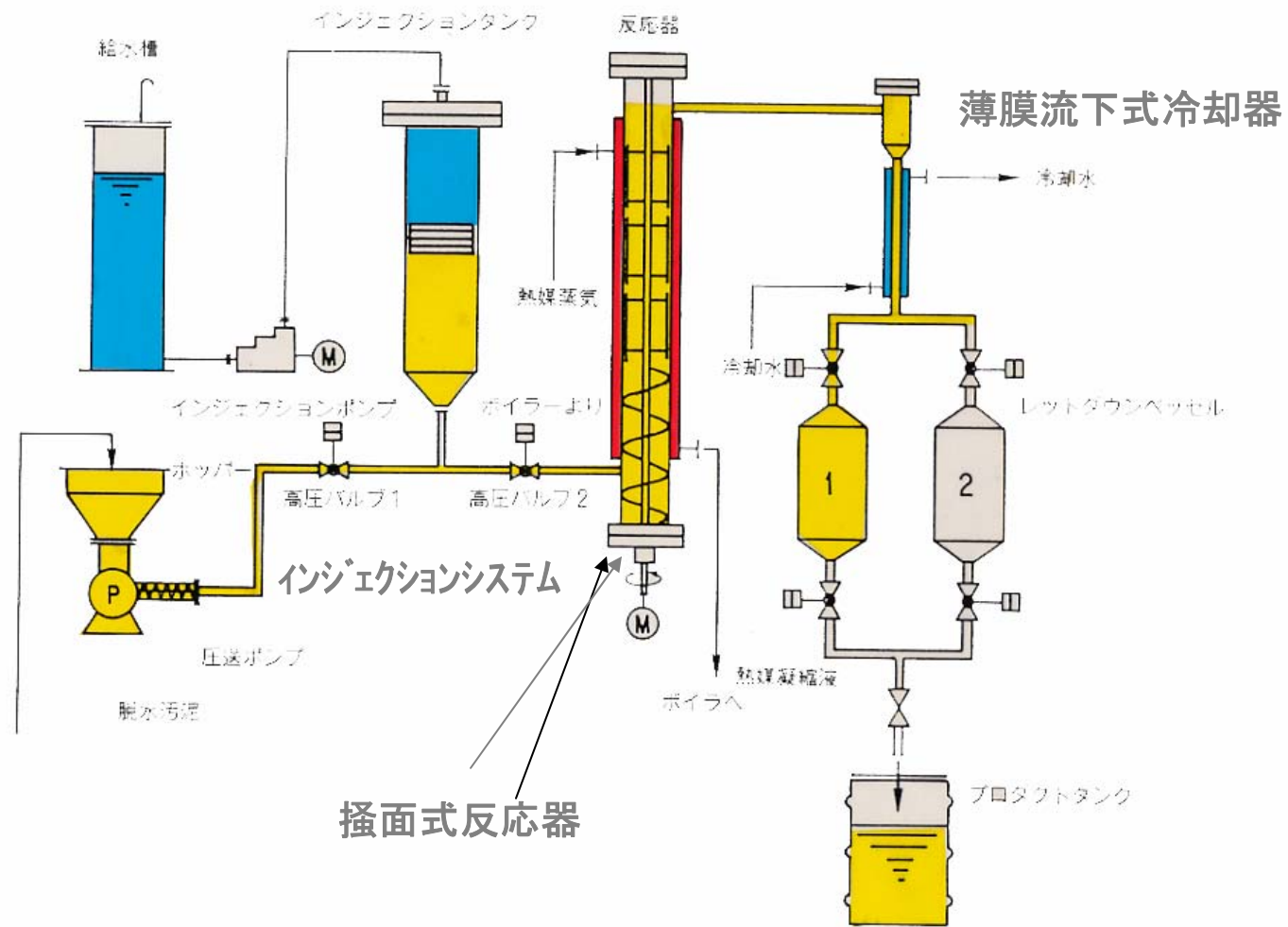


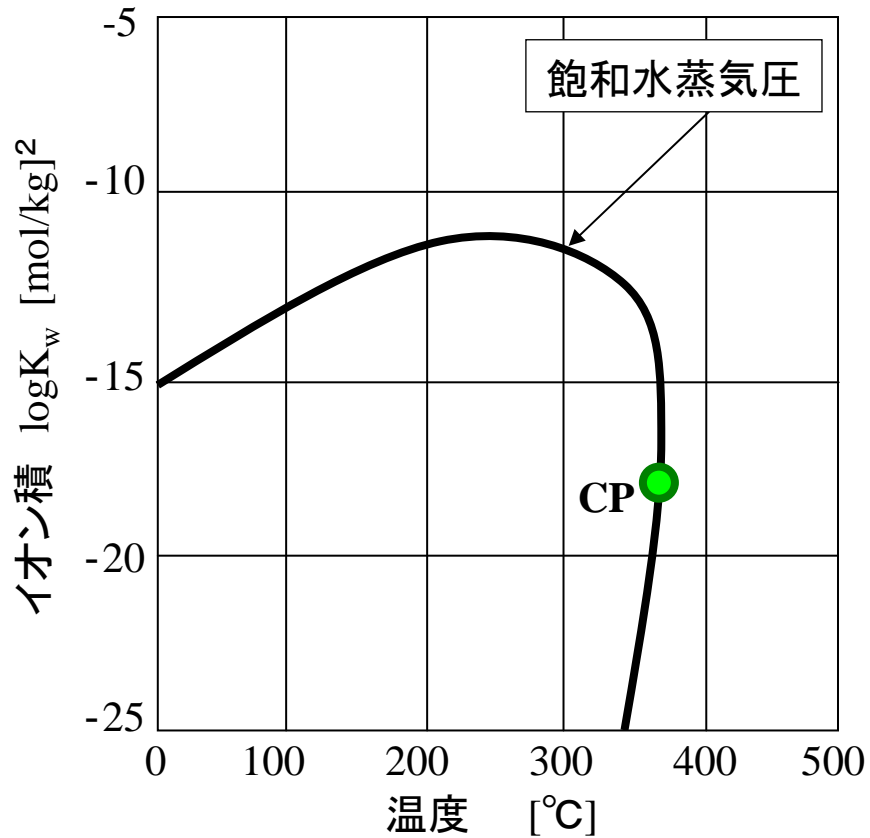
Fig. Decomposition profile of cellulose
(bath temperature, 573K)

パイロットプラントフロー (0.5トン/日)



アクアルネサンス90プロジェクトにて実施

水のイオン積

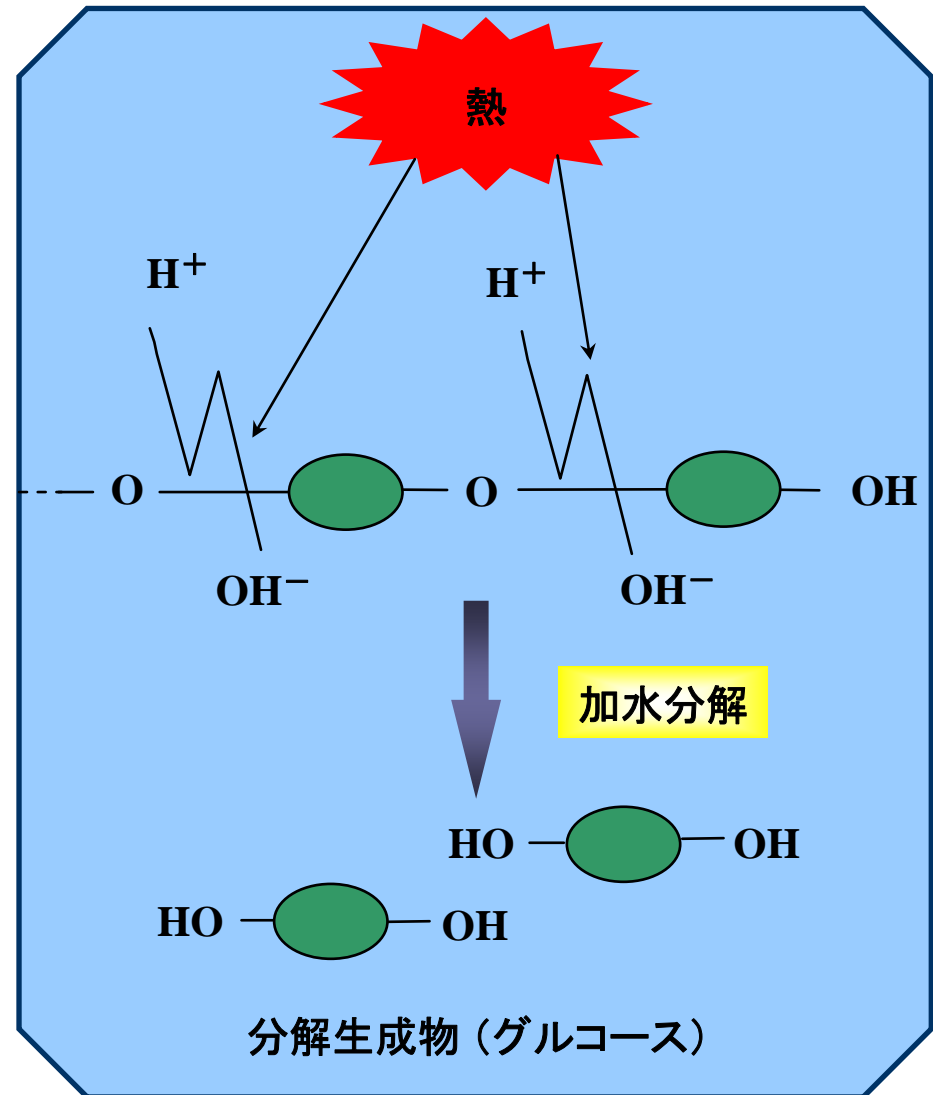


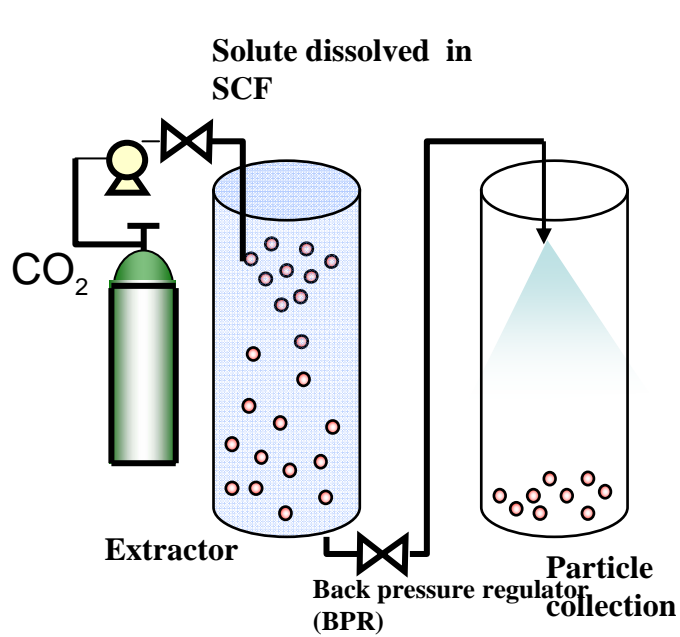
計算法

$$\log K_w = (A + B/T + C/T_2 + D/T_3) + (E + F/T + G/T_2) \log \rho_w$$

$A = -4.098, B = -3245.2, C = 2.2363 \times 10^5$
 $D = -3.9984, E = 13.957, F = -1262.3$
 $G = 8.5641 \times 10^5$

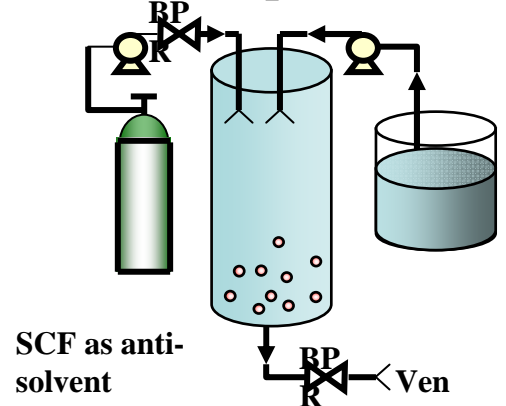
水分子によるセルロースの加水分解





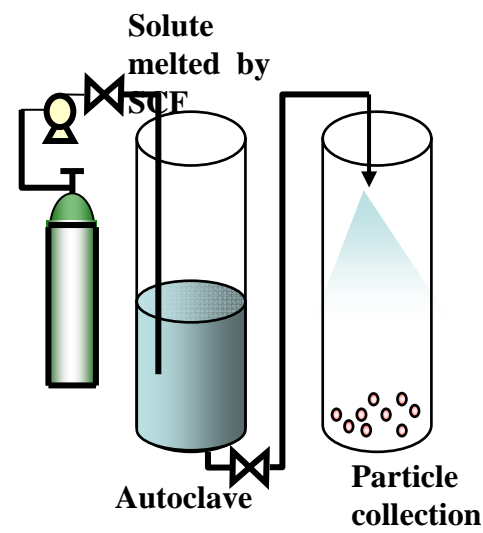
(a) RESS

rapid expansion of supercritical solution



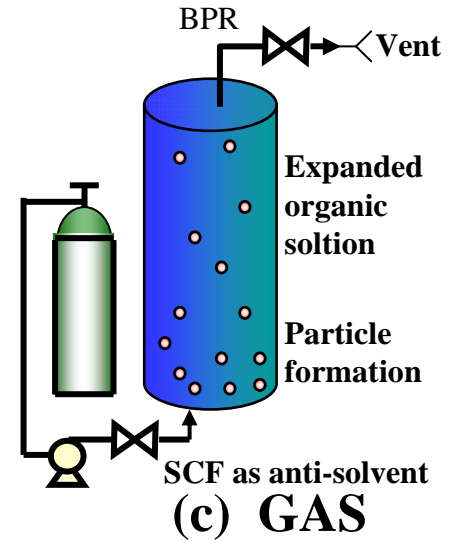
(d) SAS/ASES/PCA

supercritical antisolvent precipitation
aerosol solvent extraction system



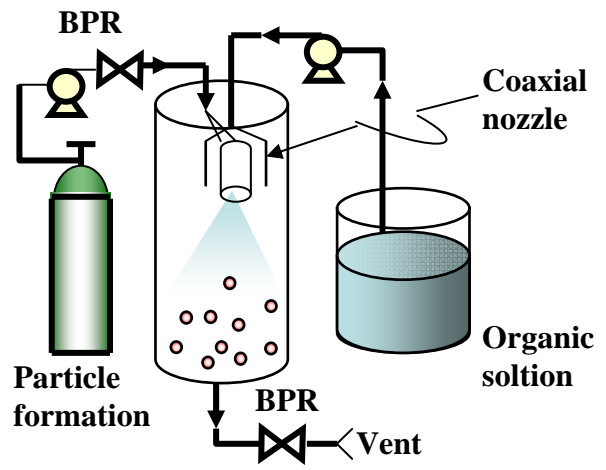
(b) PGSS

particles from gas-saturated solution



(c) GAS

gas antisolvent process



(e) SEDS

solution enhanced dispersion
by supercritical fluid

開発した 絹繊維分解用 熱水装置



原料の絹繊維



通常のボールミル
では粉碎困難



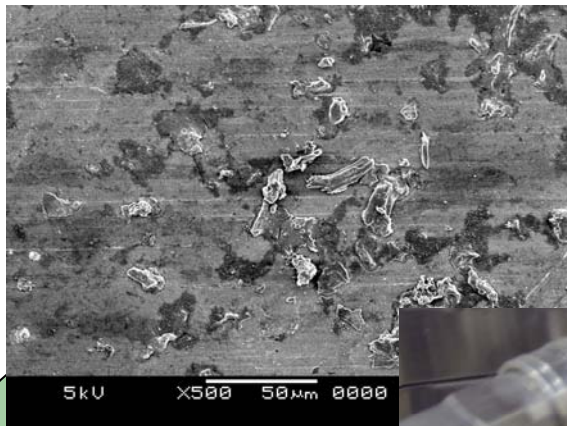
粉碎

凍結粉碎器



凍結粉碎器
のセル

製造した絹粒子の表面処理（溶解性向上）

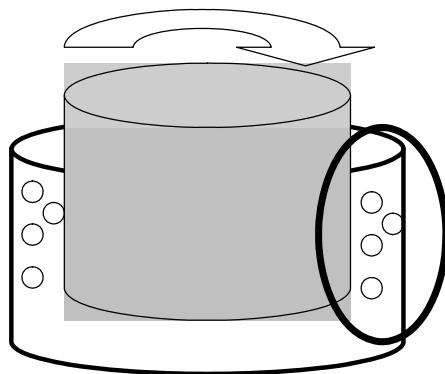


製造した絹粒子



熱水分解

粉碎



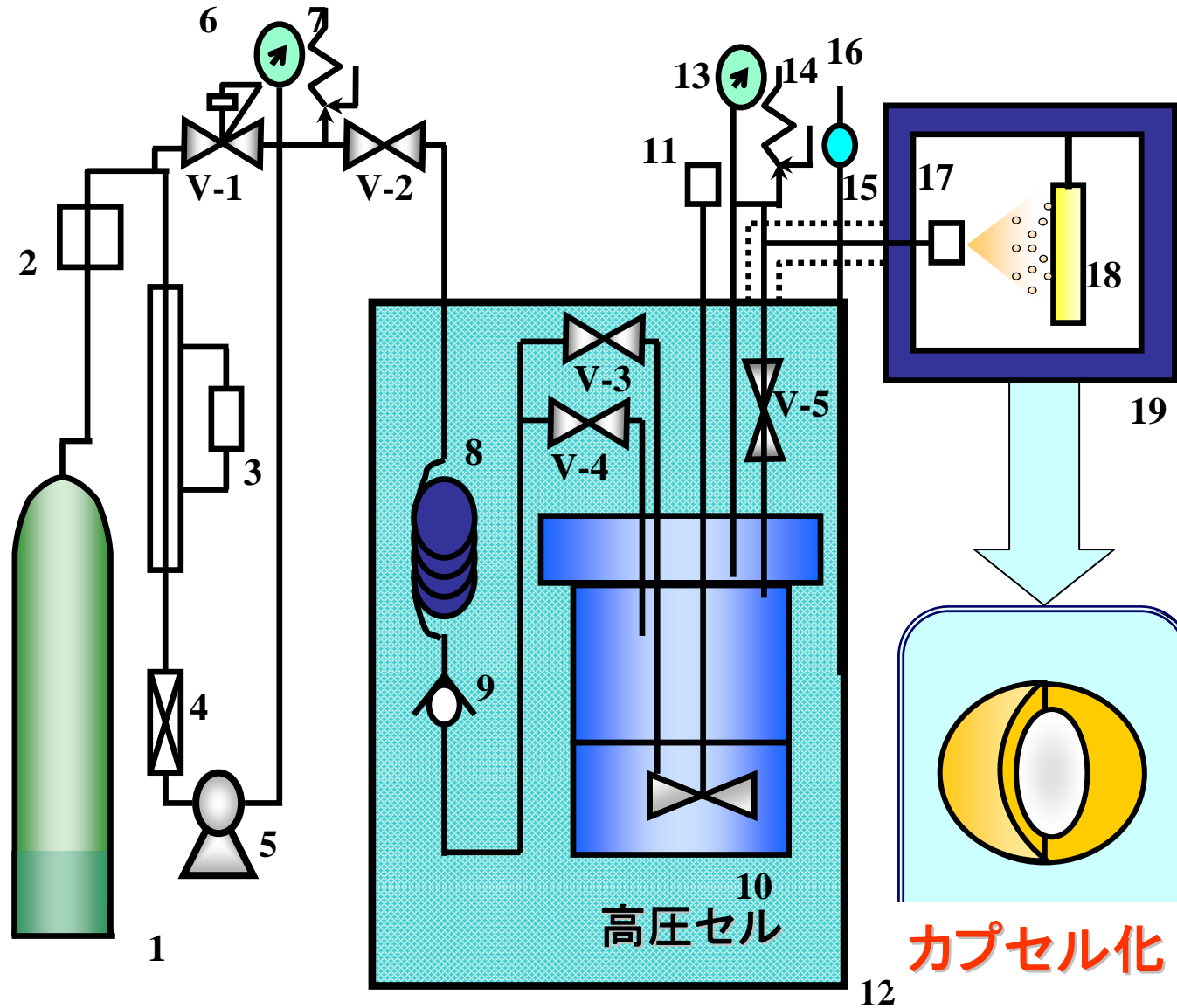
壁面間の
せん断力



試作品



実験装置

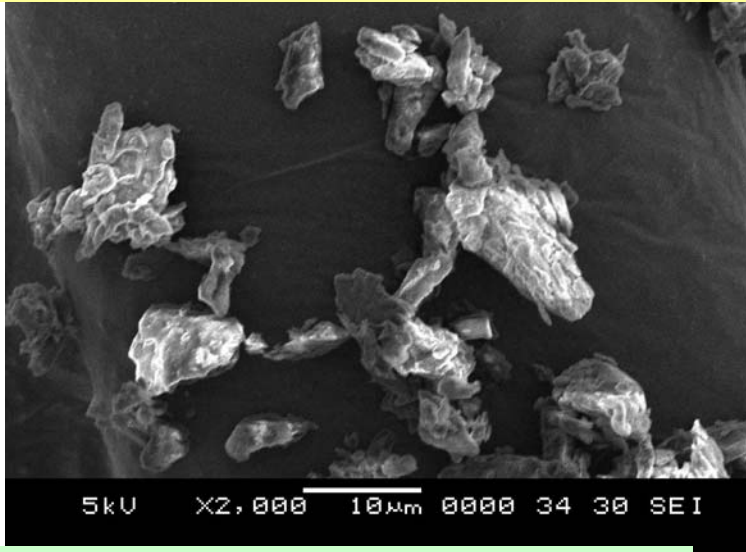


- 1 ガスボンベ
- 2 ドライヤー
- 3 冷却装置
- 4 フィルター
- 5 ポンプ
- 6 圧力計
- 7 安全弁
- 8 予熱配管
- 9 ストッパー
- 10 高圧セル
- 11 モーター
- 12 水浴
- 13 圧力計
- 14 安全バルブ
- 15 ヒーター
- 16 温度計
- 17 ノズル
- 18 吹きつけ板
- 19 空気恒温槽

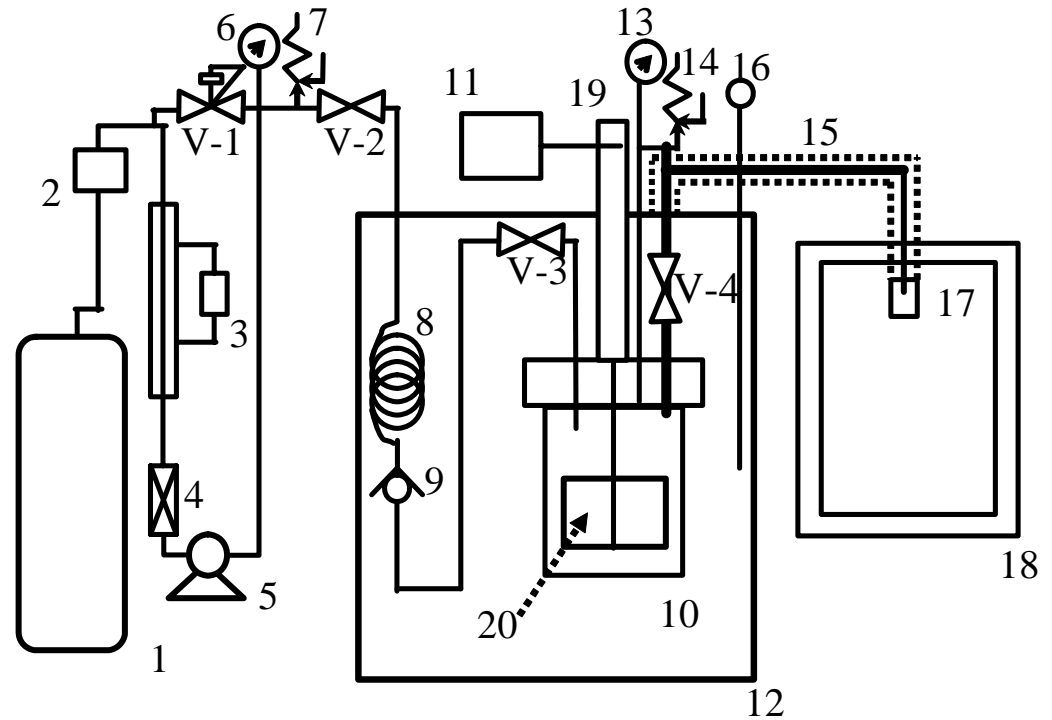
V-1 背圧弁
 V-2～V-5 ストップバルブ

Fig.微粒子製造装置

製造した絹粒子の表面処理（溶解性向上）



超臨界二酸化炭素により
フッ素樹脂コーティングした絹粒子



- | | | |
|------------------------------|---------------------|---------------------|
| 1. Gas cylinder | 2. Dryer | 3. Cooling unit |
| 4. Filter | 5. Pump | 6. Pressure gauge |
| 7. Safety valve | 8. Pre-heater | 9. Check valve |
| 10. High-pressure cell | 11. Agitator | |
| 12. Air bath | 13. Pressure gauge | 14. Safety valve |
| 15. Heater | 16. Thermometer | 17. Nozzle |
| 18. Water bath | 19. Mechanical seal | 20. Column agitator |
| V-1. Back pressure regulator | V-2-V-4. Stop valve | |

製造した絹粒子の商品化

装置最適化研究

- 1) 120℃熱水蒸気処理(45分)
- 2) マイクロ波加熱器(500W、1分30秒)
- 3) 凍結粉碎(-196℃、2分)

120℃熱水蒸気処理に市販の圧力鍋(5,000円)、
マイクロ波加熱器として、市販の電子レンジ
(5,000円)、凍結粉碎(1000,000円)

ハンドクリームとしては、50g~300g程度の商品が中心で、
委託生産でバッチ生産する場合、1000個単位での委託が
可能であることがわかった。

