

コーヒー抽出滓の有効利用に関する基礎研究（Ⅱ）

照井 文哉*・阿達 了介**・古崎 毅***

Studies on available use of coffee grains（Ⅱ）

Fumiya TERUI,Ryosuke ADACHI and Tsuyoshi FURUSAKI

要 旨

コーヒー産業から大量に排出されているコーヒー滓を活性炭の原料として再資源化することを目的とし、炭化処理時の昇温速度および賦活処理が抽出滓の比表面積へどのような影響を及ぼすかを検討した。炭化処理時の昇温速度は速いほうが、より大きな比表面積を得ることができた。また、炭酸ガスによる賦活処理では、800℃で40分間の処理で約770m²/gという比較的高い比表面積を得ることができた。

Abstract

Effect of rates of heating in nitrogen gas and heating times in carbon dioxide gas on specific surface area of coffee grains was investigated. It was efficient to obtain large specific surface area of coffee grains that the grains were inserted directly into an electric furnace kept at 800℃ and then heated in nitrogen gas. Approximately seven hundred seventy meters square per gram of the specific surface was obtained by the following heating at 800℃ for 40 minutes in carbon dioxide gas.

1. 緒 言

コーヒー抽出滓は、コーヒー産業から年間70万トン以上排出されていると推測されている。このコーヒー抽出滓を活性炭の原料として利用することを念頭におき、これまでに抽出滓の乾燥条件および炭化処理温度と比表面積の関係を明らかにしてきた¹⁾。本報では、炭化処理時の昇温速度が比表面積、および微細構造についてどのような影響があるかを検討した。

また、炭化処理しただけの炭素材は、結晶粒子の周辺およびそれらの間の裂け目にタールの一部が残存することや結晶炭素以外の炭素等により閉鎖されていることがある²⁾。このため、炭化した炭素材を賦活ガス（例：水蒸気、炭酸ガス等）と反応させることにより、細孔を形成させ、比表面積の値を大きくする賦活処理が一般に行われている。本報では、一般によく使われている賦活ガスである炭酸ガスを用いて賦活を行い、賦活処理前後の試料の比表面積および微細構造を比較し、そ

の影響について検討した。

2. 実験方法

2-1. 炭化処理実験

図1に熱処理装置の概略を示す。100℃で24時間乾燥したコーヒー抽出滓を精秤し、アルミナボートに乗せた。これを窒素雰囲気下の磁製管内に挿入した。室温状態の磁製管に試料を挿入して昇温し、800℃の一定温度で4時間熱処理したもの（以下、昇温速度が遅いとする）、あるいは800℃の磁製管内に試料を入れ、試料温度が800℃に達してから4時間熱処理したもの（以下、昇温速度が速いとする）の二つの条件で熱処理を行った。なお、炭化時の窒素ガス流量は50ml/minとした。熱処理した試料は高温で空気と接触すると灰化するため、試料温度を250℃以下にした後、試料を取り出した。

2-2. 賦活処理実験

本研究では、賦活処理に炭酸ガスを用いて行った。炭化処理と同様の装置（図1）を用い、窒素ガスの代わりに炭酸ガスを流した。

炭化処理を行った試料を精秤し、アルミナボー

* 技 官（技術専門職員，物質工学科）
** 苦小牧高専 専攻科
*** 教 授 物質工学科

トに乗せた。これを50ml/minの流量で炭酸ガスを流した800℃の磁製管内に入れ、試料温度が800℃に達してから10～60分間の所定の時間賦活処理した。試料の取り出しは、灰化を防ぐため250℃以下で行った。

2-3. 比表面積測定および微細構造観察

炭化処理後および賦活処理後の試料は、流動式比表面積測定装置（島津フローソープⅡ2300型）を用い、BET一点法により比表面積測定を行った。また、微細構造の観察には、電界放射走査型電子顕微鏡（日本電子JSM-6330F 以下、SEM）を用いた。

3. 結果と考察

3-1. 炭化処理時の昇温速度

図2に炭化処理時における磁製管内の温度上昇の経時変化を示す。●は昇温が遅い場合、■は昇温が速い場合を示している。昇温が遅い場合は、約32℃/minの速度で温度が上昇し、800℃到達までに約24分間かかった。一方、昇温が速い場合は、約192℃/minの速度で温度が上昇し、約4分間で800℃に到達した。このように炭化処理時の試料の昇温速度に大きな差異がある焼成条件で作製した試料の比表面積（表1）および微細構造（図3）を示す。

表1 昇温速度と比表面積の関係

昇温速度	比表面積/ $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$	平均/ $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$
遅い	570	560
	550	
速い	670	680
	690	

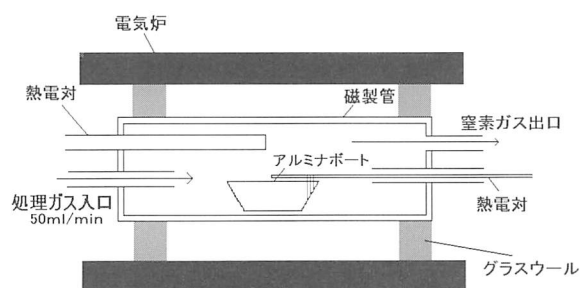


図1 炭化・賦活処理装置の概略図

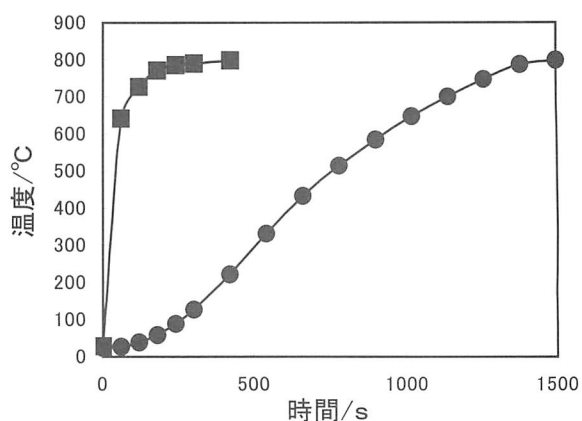


図2 磁製管内温度の経時変化

● 昇温速度が遅い
■ 昇温速度が速い

表1から、昇温速度の速い方の試料が、遅い方のそれと比べて大きな比表面積を有していた。また、昇温速度の遅い方の試料をSEM観察すると、細孔が塞がれていることが認められた（図3a）。一方、昇温速度の速い試料の微細構造は、蜂の巣状の細孔を確認することができた（図3b）。炭化処理をこれら二つの条件で行った場合、次のような要因で比表面積に差が生じたと考えられる。

木質材を炭化する場合、270℃付近の温度領域になると発熱分解が始まりタール状の物質が形成される²⁾。また、コーヒー抽出滓を450～650℃の温度で炭化すると装置内磁製管下部にタール状の液体が溜まることが報告されている¹⁾。図2より450～650℃の温度域で炭化処理される時間は、昇温速度の速い場合で約45秒間、遅い場合で約6分間であった。このことから、昇温速度が遅い場合は、この温度領域での炭化処理時間が長いため、タール状の液体が多く形成され細孔が塞がれたと考えられる。一方、昇温速度が速い場合は、タール成分が細孔を覆う前にガスとして除去されたと思われる（図3b）。

これらのことから、あらかじめ800℃に昇温した磁製管内に試料を入れ、試料温度が速く所定の温度に達するようにすることが、蜂の巣状の細孔が塞がれず、大きな比表面積を有する試料が得られることがわかった。

今までは、コーヒー抽出滓の約0.5gを精秤し、試料として炭化処理を行った。その結果、比較的大きな値の比表面積を有する炭化物を得ることができた。しかし、賦活処理用の試料を多く得るため、試料重量を5倍の約2.5gとした場合、比表面積は、約半分の $270\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ 程度と小さくなっ

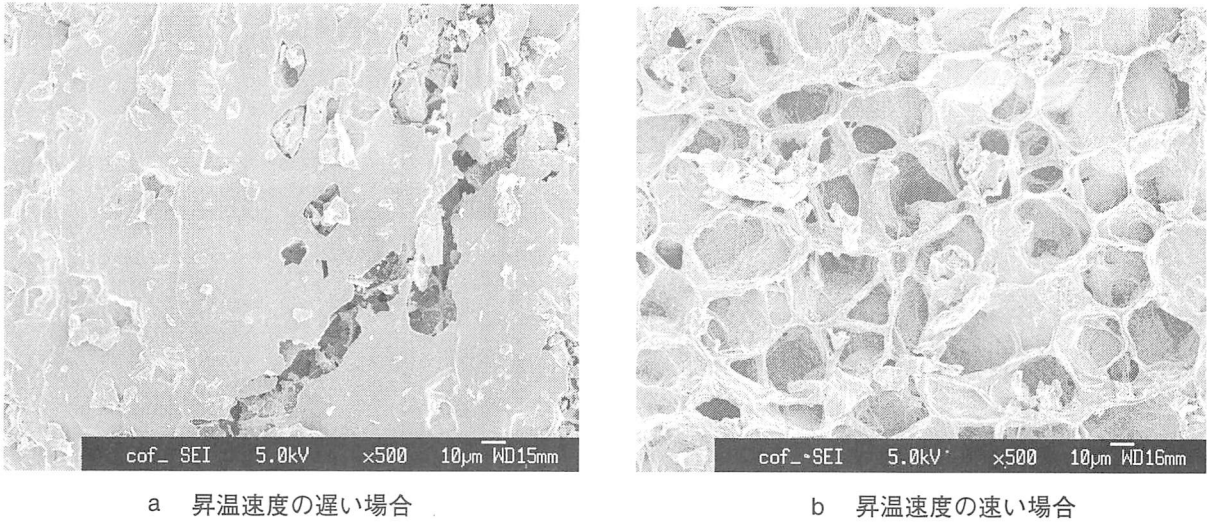


図3 炭化処理後試料の微細構造

た。コーヒー抽出滓の0.5gを試料とした場合、試料層が薄く、細孔を塞ぐタール状成分がガスとして除去される。これに対し、2.5gを試料とした場合、試料層が厚いため、下層のタール状成分が除去されず、細孔を塞いだものと考えられる。

3-2. 賦活処理

賦活処理用の試料は、コーヒー抽出滓の約2.5gを精秤し、窒素ガスを50ml/minで流し、800℃で4時間炭化処理を行ったものを使用した。この試料の0.5gを精秤し、炭酸ガスを50ml/minで流し、800℃で10～60分間の所定の時間賦活処理を行った。試料は、灰化を防ぐため250℃以下で取り出した。

賦活処理時間と比表面積（処理前後）の測定結果を表2に示す。賦活処理時間が10～30分間では、得られた試料の比表面積は処理前と比べ約2倍となった。これは賦活の初期段階で、タール状の炭化物が徐々に酸化消費され、閉塞されていた細孔が開孔しはじめたと考えられる（図4 a, b, c）。

表2. 賦活処理時間と比表面積の関係

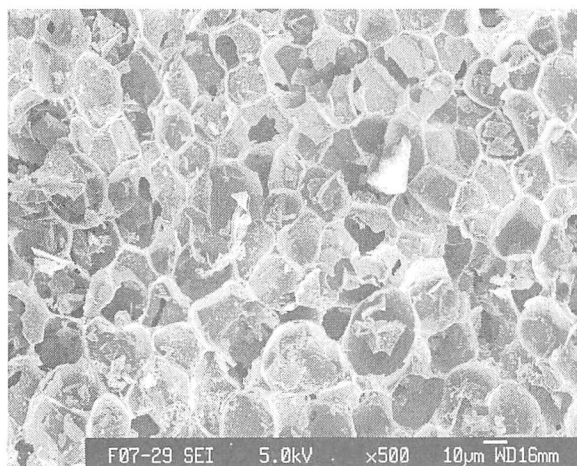
処理時間 /min	処理前 /m ² ・g ⁻¹	処理後 /m ² ・g ⁻¹	質量減少率 (平均)%
10	270	510	14.8
20	320	600	23.4
30	260	570	26.1
40	270	770	47.1
50	270	770	50.1
60	270	700	73.6

賦活処理時間が40～50分間の場合、更に比表面積は大きくなり処理前と比べ約3倍である約770m²/gとなった。これは開孔した細孔の数が、さらに増加したためと考えられる（図4 d, e）。また、質量減少率は約50%であった。賦活処理時間が60分間を超えると、試料の比表面積は処理前と比べ2.5倍と低くなった。処理時間が長くなるとガス化による消失が進行しすぎ、細孔の隔壁に相当する部分が損壊するため、40～50分間処理したものとは比べ比表面積は少し低下したと考えられる（図4 f）。また、賦活処理時間が長くなると、質量減少率が高くなり、60分間の賦活処理では75%減少することがわかった。

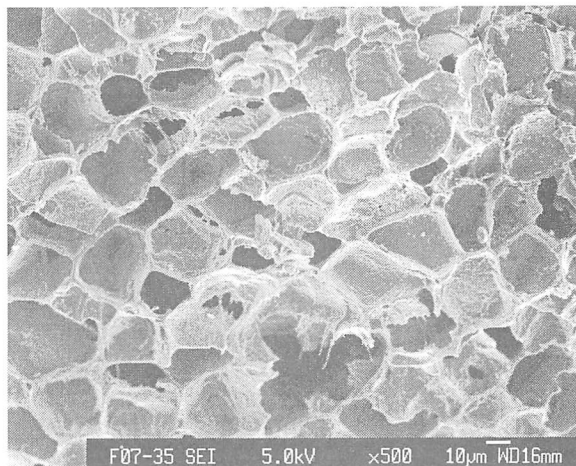
4. ま と め

本研究の結果、次のことが明らかとなった。

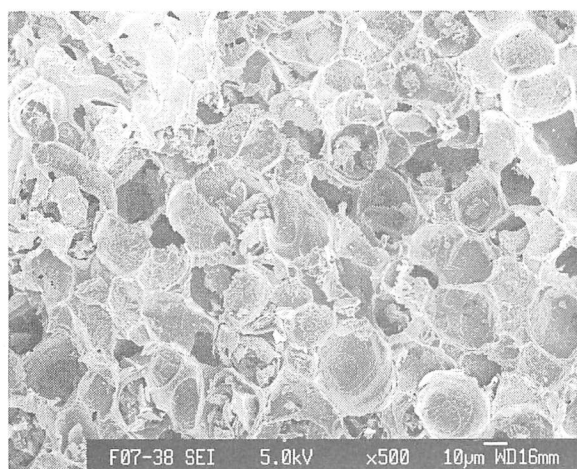
- (1) コーヒー抽出滓を炭化処理する場合、800℃に保った電気炉に試料を入れる（昇温速度が速い）方法で行った方がより高い比表面積が得られた。
- (2) 流量50ml/minの炭酸ガスを用いて800℃で賦活処理する場合、40～50分間の処理時間で約770m²/gという比較的高い比表面積が得られることがわかった。また、質量減少率も50%程度に抑えられることがわかった。



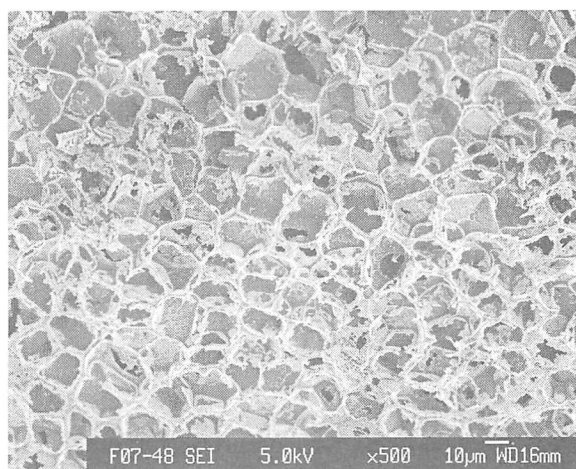
a. 10分間賦活処理



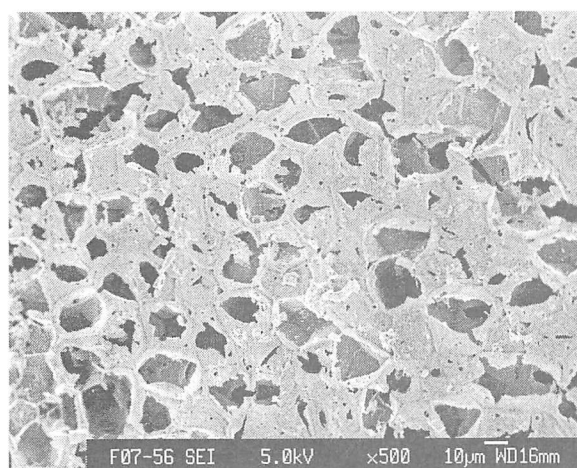
b. 20分間賦活処理



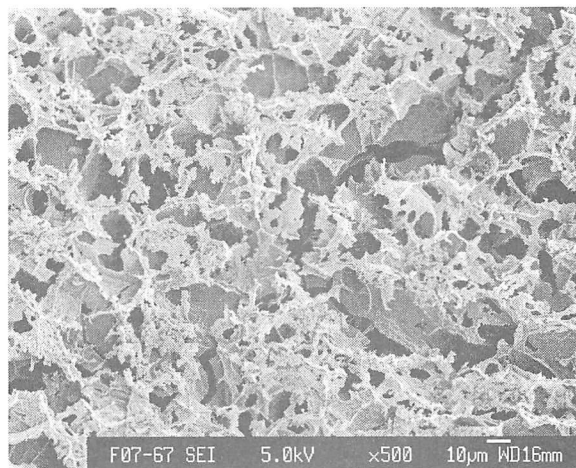
c. 30分間賦活処理



d. 40分間賦活処理



e. 50分間賦活処理



f. 60分間賦活処理

図4. 賦活処理後の微細構造

謝 辞

本研究を遂行するにあたり，比表面積の測定にご協力いただいた本校の平野博人助教授に深く感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 照井文哉，東 静香，古崎 毅，“苫小牧工業高等専門学校紀要”，第36号，pp89-92
- 2) 中島 但，“活性炭の応用技術”（株）テクノシステム（2000）43.

（平成15年11月28日受理）

