

木質バイオマス内部の非定常熱分解挙動の リアルタイム計測の可能性検討

A Feasibility Study of Real-time Observation Inside Woody Biomass Under Unsteady Pyrolysis

大徳 忠史, 大上 泰寛
Tadafumi Daitoku, Yasuhiro Ogami

秋田県立大学 システム科学技術学部
Akita Prefectural University

極細の数 μm から十数 μm 程度のセルロース繊維で構成される木質内部の熱分解挙動および伝熱特性を解明することを目指し、特に、本研究課題では熱分解過程をリアルタイム可視化計測の可能性を検討することを目的とした。撮像間隔1s以内を実現でき、試料の熱分解過程の透過像を十分な速度で撮影できることを確認した。試料は加熱温度の上昇とともに熱分解が進行し、X線透過量が大きくなった。また、試験部は、高温雰囲気曝されたときの熱膨張対策を再検討する必要がある、今後の課題である。

キーワード： 熱分解, 木質バイオマス, 透過計測

背景と研究目的：

木質系バイオマスの熱分解のメカニズムを解明することは、植物・木質を起源とする未利用バイオマスの効率的な利用のみならず、防災や消火等の火災対策のための知見を得るためにも重要である。特に先般の東日本大震災以降、未利用資源を有効に利用することを目指し技術開発が急がれている。

高分子化合物の熱分解速度やその組成に関して、熱重量計測(TG)や示差熱量計測(DTA)が従来から用いられている[1]。試料を加熱する過程で、雰囲気と試料が温度平衡状態とするため、試料は伝熱的にBi数(物体内部の熱伝導に対する物体表面の熱伝達の相対的な大きさ)が非常に小さく内部の温度分布はほぼ一様ないわゆる“熱的に薄い”条件で計測される。

また、ある程度の大きさを有する固体の燃焼および熱分解現象では、図1に示すように固体表面への入熱によりガス化に伴う気相燃焼がおり、また固体表面から内部へ熱分解が進行するはずである。このような固体の厚さ方向に温度分布をもつ不均一な系において、表面への入熱量(熱流束)の制御により現象が変化するが申請者の知る限り詳細なメカニズムの報告は無い。可燃性固体の熱分解や燃え広がりに関する研究は数十年の歴史があるが未だ不明なままである。可燃性固体の熱分解挙動のメカニズムを解明することは、植物・木質を起源とする未利用バイオマスの効率的な利用のみならず、防災や消火等の火災対策のための知見を得るためにも重要である。

本研究では、植物由来の可燃性固体としてセルロース繊維で構成される薄い濾紙および木質を対象とする。固体の燃焼現象のメカニズムについて、リアルタイムの熱分解挙動を試料内部の非破壊可視化計測により、その熱分解現象および伝熱特性を解明することを目指し、特に本課題では、熱分解過程のリアルタイム可視化計測の可能性を検討することを目的とした。

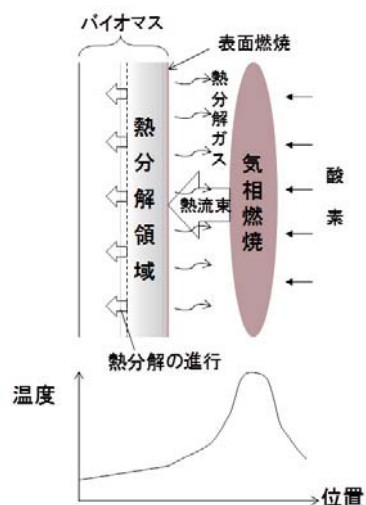


図1. 固体の熱分解様相の概要

実験：

図2に本実験で使用した SPring-8・BL20B2 ビームラインの構成を示す[2]. BL20B2は偏向電磁石を光源とするビームラインで、5-113 keVのX線が利用可能である。また、20 mm以上のX線視野が有り、試料サイズにより数 μm ~100 μm 程度の実効分解能での撮影が可能である。薄膜蛍光板(シンチレータ)を用いて透過X線像を可視光像へ変換し、光学レンズ系により拡大されCMOSへ投影される。

計測試料は市販のひのき材を用いた。その導管繊維は数 μm から十数 μm 程度のセルロース繊維で構成される。試料は、ビームの観測視野に収まるように直径4 mmとした。試料の熱分解過程のリアルタイムX線透過計測では、試料は断熱容器内に設置し、ノンフレームトーチからの高温窒素加熱により熱分解させた。このとき、断熱容器内は窒素雰囲気となるため試料から火炎は生じない。X線照射方向の窓は、X線の透過を考慮しアルミ箔を用いた。また、熱分解前後の計測試料の内部様相をX線CTにより観測した。本実験における検出器の空間分解能は、結像におけるピクセルサイズが2.76 μm 相当である。X線のエネルギー値は、木材の主構成成分であるセルロース(軽元素の炭素)の計測を主眼として15 keVを選択した。本実験における撮像条件を表1に示した。

表1. 測定条件

Energy keV	15
Pixel size $\mu\text{m}/\text{pixel}$	2.76
Distance between sample and detector mm	92
Imaging interval s	1

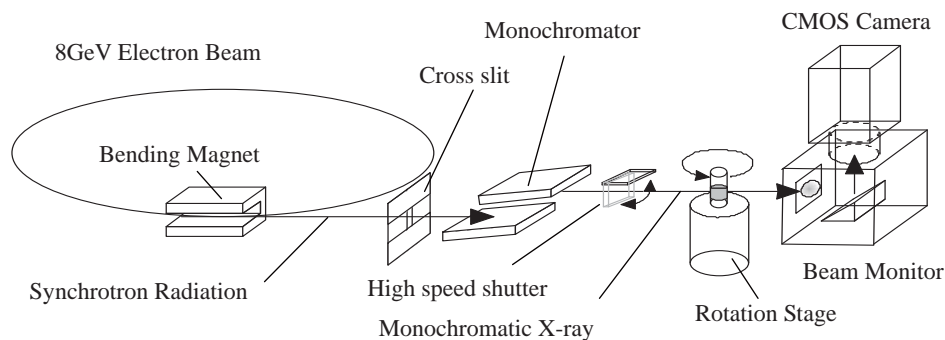


図2. BL20B2 ビームラインの概要

結果および考察：

図3に昇温速度30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ における熱分解過程にある試料の透過像を示した。撮影に要する時間間隔は1 s以内を実現でき、試料の熱分解過程の透過像を十分な速度で撮影できることを確認した。

雰囲気温度が350 $^{\circ}\text{C}$ 付近(画像D)から試料が毛羽立ち、370 $^{\circ}\text{C}$ を超えたあたりで試料が収縮し始める様子が観察された。あらかじめ計測した熱重量計測の結果からも300 $^{\circ}\text{C}$ から350 $^{\circ}\text{C}$ 付近で急激に重量が減少しており、本試料の熱分解温度が350 $^{\circ}\text{C}$ 付近であることを示唆している。

また、図4に試料の高さ中心部での、幅方向の輝度分布を示した。図中のアルファベットは図3の画像に対応している。熱分解の進行により透過像の輝度値が低下しており、X線が透過しやすくなっていることが分かる。試料が熱分解し密度が低下していることが分かるが、試料自体が収縮しており、どのように試料へ入熱しているか詳細が不明であった。現在、円柱座標を仮定した内部の輝度分布解析を進めている。

また、本計測ではdark像の取得に失敗しておりノイズが多くなってしまった。

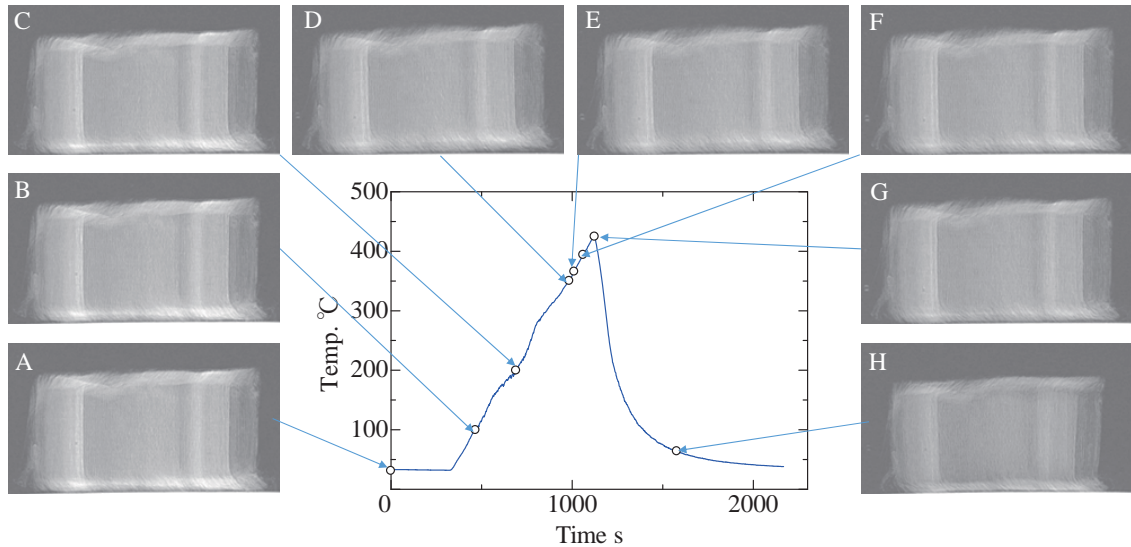


図3. 熱分解過程にある木質バイオマス試料と温度プロフィールの一例

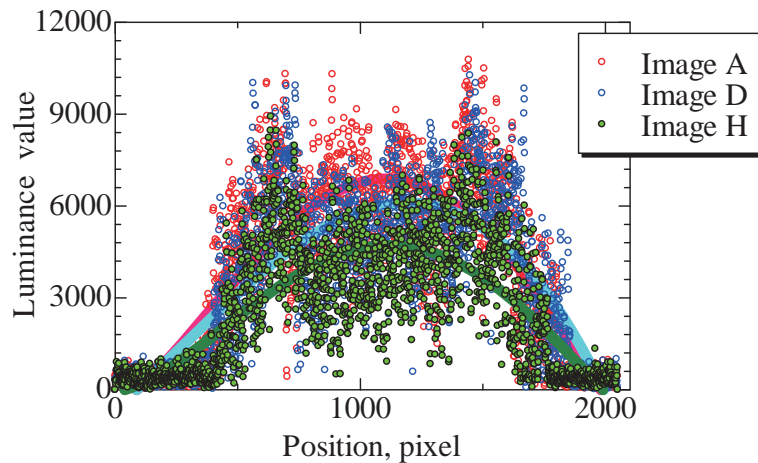


図4. 透過画像の輝度分布の変化

まとめと今後の課題：

BL20B2 ビームラインにおいて、バイオマスの熱分解過程のリアルタイム可視化計測を試み、撮像間隔 1 s 以内を実現でき、試料の熱分解過程の透過像を十分な速度で撮影できることを確認した。熱分解前後の CT 画像等も解析しながら熱分解が試料内部や表面近傍でどのように進行しているのか、引き続きデータの解析を続ける。

今回試作した試験部は高温雰囲気曝されたときの熱膨張の影響が大きかった。回転ステージと試験部高温チャンバーを分離する必要がある。対策を施し熱分解過程をリアルタイムに計測するシステムを構築していく。

参考文献：

- [1] 例えば、バイオマスハンドブック 第2版, 日本エネルギー学会編, オーム社.
- [2] S. Goto et.al., *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 682-685, (2001).