

J203

マイクロリアクタによるカルシウムヒドロキシアパタイト粒子の合成

(日立機械研) ○(正)片山絵里香*, (正)富樫盛典, (阪教大) 神鳥和彦

1. 緒言

近年、ミクロンオーダーの微細な流路を有するマイクロリアクタを、ナノ粒子合成に適用する動きが活発化してきている。マイクロリアクタを用いることで、核生成の段階で迅速に混合し、粒子成長時間を一定とするため、微小で均一なナノ粒子が生成できる¹⁾。しかし、マイクロリアクタの迅速混合の効果(混合性能)と生成する粒子サイズの関係性を定量的に示した研究は見当たらない。

そこで本研究では、生体試料やカラムの充填剤として用いられるカルシウムヒドロキシアパタイト(CaHAP)粒子の合成²⁾にマイクロリアクタを適用し、①マイクロリアクタの混合性能と生成する粒子サイズとの関係性を解明すること、②微小で異方性の小さなCaHAP粒子を合成することを目的とし、実験的な検討を行った。

2. 実験手法

マイクロリアクタの混合性能は、Dushman反応に基づき評価した³⁾。Dushman反応では、HCl水溶液とKI、KIO₃、CH₃COONaを混合した水溶液を反応させ、混合性能が良好なほどI₃の生成量が少なくなる。従って、I₃の吸光度を測定して、マイクロリアクタの混合性能を評価した。

また、CaHAP粒子合成には、神鳥(2004)の行ったCa(OH)₂とH₃PO₄からCaHAP(Ca₅(PO₄)₃OH)粒子を生成する反応(化学反応式(1))を取り上げた²⁾。



実験では、図1に示すマイクロプロセスサーバー®(日立プラントテクノロジー製)を用いて、Ca(OH)₂水溶液(0.020mol/L)とH₃PO₄水溶液(0.012mol/L)を等流量でマイクロリアクタに導入した。また、マイクロリアクタの比較対象として、従来方法であるバッチ法(混合量:20.167L)での実験を行った²⁾。反応温度はともに20℃とした。得られたCaHAP粒子については、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて粒子サイズを評価した。

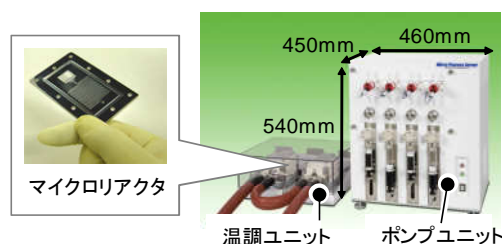


図1 マイクロプロセスサーバー®(日立プラントテクノロジー製)

3. 実験結果および考察

CaHAP粒子の結晶構造を図2に示す。ここで、CaHAP粒子はc軸方向への成長が速いという特徴を持つ。以降、粒子サイズは図2に示す(a,b軸方向長さ)×(c軸方向長さ)で表す。

マイクロリアクタの混合性能と粒子サイズの関係を表した実験結果を図3に示す。Dushman反応の結果から、バッチ法ではI₃の吸光度が3.67ABSと大きく混合性能が悪い。一方、マイクロリアクタでは流量が5mL/minの条件で0.62ABS、50mL/minで0.16ABSとなり、流量が多くなると混合性能が向上したことが分かる。また、CaHAP粒子のサイズは、バッチ法では12×80nm²、マイクロリアクタでは流量が5mL/minで10×40nm²、50mL/minで8×20nm²となり、各軸方向への粒子サイズが小さくなった。これはマイクロリアクタの混合性能向上に伴い、粒子成長が進む前に反応が終了したためと考えられる。

以上の結果から、マイクロリアクタを用いて混合性能を向上させることで、従来法に比べ、微小で異方性の小さなCaHAP粒子が生成することを明らかにした。

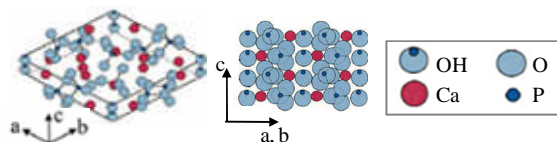


図2 CaHAP粒子の結晶構造

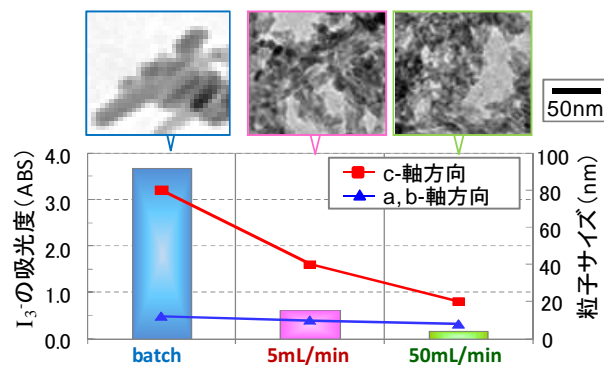


図3 混合性能と粒子サイズの関係

引用文献

- 1) 中村, マイクロリアクタテクノロジー, 162(2005)
- 2) 神鳥, 表面, 42, 21-33(2004)
- 3) Ehrfeld, W. *et al.*, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 38,1075-1082(1999)

* TEL : 029-353-3242 FAX : 029-353-3865

E-mail : erika.katayama.vs@hitachi.com