

M102

ポリエチレンイミンを用いた単分散硫酸塩の反応晶析

(早大先進理工) ○ (学) 三上 貴司*(正) 平沢 泉

1 緒言

複合材向け素材粉体の製造に反応晶析工程が適用できると考えており、凝集が少なく、かつ粒径や晶癖の一様な微結晶群を得ることで、素材品位の均質化と複合材特性の向上が期待できる。単分散微結晶晶析の先行研究例として、コントロールド・ダブルジェット法によるハロゲン化銀写真乳剤プロセス（ゼラチン添加剤利用）があり、筆者らは、ハロゲン化銀プロセスの他物質系への拡張検討を軸に、高品位素材としての単分散微結晶を得るための晶析操作理論の提案を試みている。具体的には、硫酸ストロンチウム等の硫酸塩系を対象に、ゼラチンに替わる高分子添加剤に低毒性かつ安価で石油由来のポリエチレンイミンを用い、ハロゲン化銀プロセスを模擬したコントロールド・ダブルジェット法による晶析試験を行っている。ポリエチレンイミンの添加量や分子量が結晶品質や晶析過程の挙動に及ぼす影響を中心に調査しており、添加剤特性の影響を明らかにすることで、所望品位の微結晶を反応晶析するための添加剤選定に関する工学的指針の創出が期待できる。

2 実験

図 1 に本研究で用いたダブルジェット反応晶析装置を示す。1.5~15 g/L のポリエチレンイミン (PEI) を含む全量 1 L、pH 3 の初期水溶液を 2 L 晶析槽に仕込み、25 °C の恒温槽内に設置した。ここに 0.5 mol/L の硝酸ストロンチウム水溶液、および硫酸ナトリウム水溶液をそれぞれ 10 mL/min にて等モル供給し、300 rpm の撹拌を与えた。目視にて白濁が認められた時点で原料供給を停止し、過飽和が十分消費されるまで撹拌を続けた後、製品スラリーをサンプリングした。濾過・乾燥後、顕微鏡法により製品結晶の粒径分布を解析した。

3 結果および考察

既成の市販品と本法による改良品の比較を図 2 に示す。市販品と比較して本法による改良品は粒径や晶癖が揃っており、単分散性の向上が認められた。粒径分布について、改良品 (PEI-assisted) のそれは、市販品 (Commercial) と比較して分布幅が狭く、市販品の場合、粒径 $2.2 \pm 0.9 \mu\text{m}$ 、CV 37% 程度に対して、改良品の場合、粒径 $1.8 \pm 0.1 \mu\text{m}$ 、CV 7.6% (PEI 添加量 3 g/L の場合) であり、CV にして 80% 程度の単分散性の向上が認められた。

図 3 にいくつかの条件で得られる粒径および粒径分布幅の比較結果を示す。PEI を用いた場合 (分子量 7 万, 添加量 1.5~15 g/L), ミクロンサイズで比較的分布幅の狭い単分散微結晶が得られ、単分散微結晶晶析に対する PEI 利用の優位性が示された。

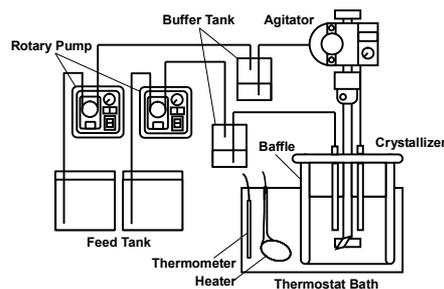


図 1 ダブルジェット反応晶析装置

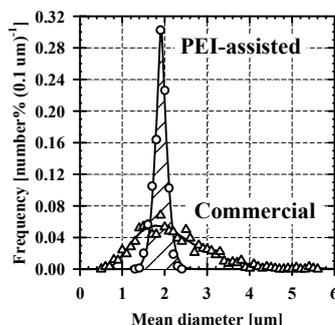
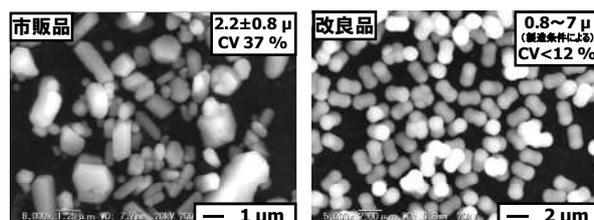


図 2 本法による粒径分布の改善例

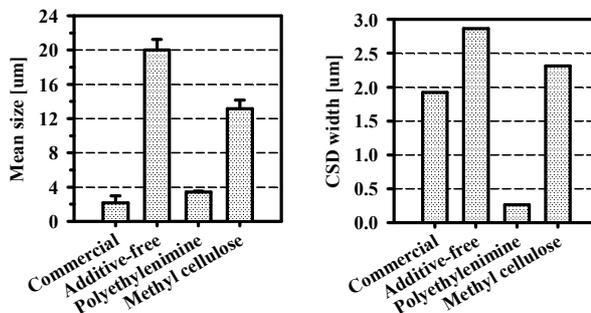


図 3 粒径および粒径分布幅の比較

*mikami-tak@akane.waseda.jp