

## M124

## 内部循環型微結晶溶解機能付き晶析装置の基礎検討

(阪市大院工) ○(学)森北 達弥・(正)五十嵐 幸一・(正)大嶋 寛\*・(関西化学機械)(正)西村 午良・(正)野田 秀夫

## 【Introduction】

濾過性を重視する晶析工程においては、一般的に微結晶の少ない、粒径の揃った大きな結晶が望まれる。我々は、溶液散布翼 WallWetter®を用いて、加熱した結晶缶上部内壁に結晶スラリーを散布し、微結晶を溶解除去する機構を開発し、均一な大結晶が得られることを示してきた。この機構は、晶析缶壁で微結晶を溶解させることを特徴とした。本研究では、スラリーを晶析缶壁に散布することなく微結晶が溶解される機構を新たに開発し、基礎検討としてグリシンの結晶化を行った。

## 【Experimental Methods】

装置概略図を Fig. 1 に示す。内部に設置した微結晶溶解翼(4)はアルミ製円筒で、外壁にケーブル状ヒーターを巻き付けている。円筒を回転させるとスラリーは内壁面を伝って上げられ、加熱される。溶液攪拌は微結晶溶解翼とは独立した同軸の攪拌翼を用いて行った。

本実験では、グリシン溶液 1.7 L を 250 mg/mL になるように調製し、70°C で溶解させた後、40°C から過飽和となる 25°C まで 10°C/h で冷却した。微結晶溶解翼に供給する電圧を制御し、出力が 0、150、210、270 W となるように設定した。溶液温度が 25°C に達した後、その状態で 30 分間微結晶溶解翼を回し、その後、回転を停止した状態で 1 時間攪拌した。得られた結晶は吸引濾過後、乾燥させてからふるいによって粒径、粒径分布を計測した。

## 【Result】

Fig. 2 に各ヒーター出力における溶液温度の経時変化を示している。なお、ヒーター出力 0 W では加熱翼を回転させていない。全ての条件において冷却が 10°C/h で計画通り進行したことがわかる。ヒーターを停止した後 1 時間の攪拌をするのは、ヒーターで得た過飽和分を全て結晶成長により消費させるためである。

Fig. 3 に、得られたグリシン結晶の累積重量分布を示した。結晶量は全条件で等量であり、これは結晶回収時点で結晶化が終了していることを示している。ヒーターの出力上昇と共に微結晶の割合が減少し、大きな結晶の割合が増加していることがわかる。210 W と 270 W で粒径分布にあまり差がみられないのは、溶解翼通過中に微結晶が十分に溶解したためであると推察される。本装置では回転数を変えることでスラリーの滞留時間を制御できるため、さらに詳細な検討を行うことにより、さらなる粒径分布の向上が期待できる。

\*E-mail: ooshima@bioa.eng.osaka-cu.ac.jp

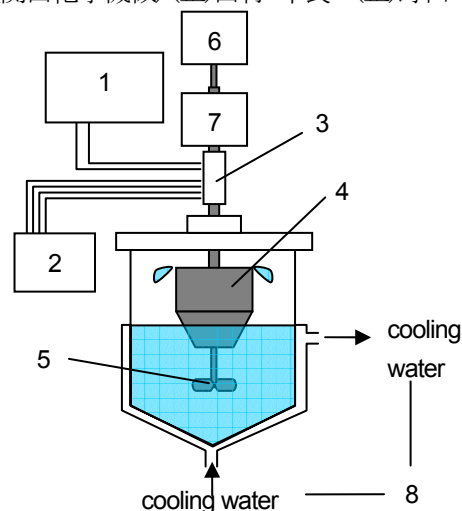


Fig. 1 装置概略図

(1:ヒーター出力調節器、2:温度計測器、3:回転体通電機構、4:加熱溶解翼、5:攪拌翼、6:攪拌翼モーター、7:溶解翼モーター、8:恒温槽)

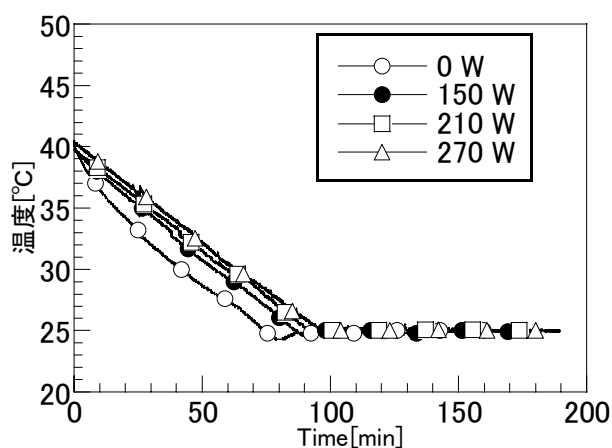


Fig. 2 溶液温度の経時変化

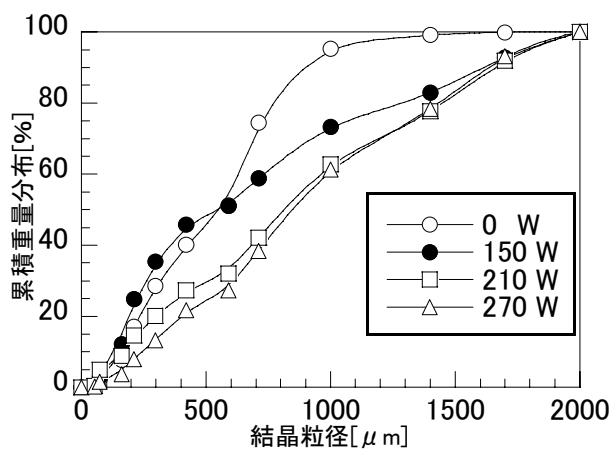


Fig. 3 各ヒーター出力で得られたグリシン結晶の累積重量分布