

AD214

超臨界二酸化炭素を用いた噴霧乾燥による溶液または融液からの微粒子創製

(タナベウィルテック) ○(正)田中雅宜*1・高山悦次*1・(正)安藤英彦*2

1. 緒言

近年、様々な機能性を有する物質が発見・開発されているが、その機能を有効に発揮させる方法として、物質サイズを微小化することが挙げられる。例として、溶解性の低い物質を微粒化させることで表面積を増加させ、溶解性を向上させる方法がある。物質サイズを微小化する手法の一つとして、超臨界二酸化炭素の特性を利用したガス飽和溶体噴霧乾燥法(PGSS-SD)が提案された。^{1,2)}

我々は、この手法に着目し、実験装置を実用化レベルに実装化することを目的に装置の開発を行った。開発・製作した装置外観及び概略フロー図を Fig.1 に示す。

ここでは、本装置を使用した溶液または融液からの微粒子創製について報告する。

2. 装置概要説明

CO₂ボンベ(1)より二酸化炭素を供給し、CO₂加圧ポンプ(2)により所定の圧力まで加圧する。次に、予熱部(3)を通過することで超臨界二酸化炭素とし、混合部(7)へ導入する。同時に、溶液(4)をポンプ(5)により混合部へ供給し、超臨界二酸化炭素と混合する。尚、溶液も予熱部(6)を通過することで、所定の液温にすることができる。次に、混合流体を噴射ノズル(8)から大気圧下または真空圧下の回収槽(9)内に噴霧することにより急速膨張させ、微小液滴を発生させる。微小液滴は回収槽内でジャケット(10)による間接加熱のみで乾燥され、粒子が析出・創製される。

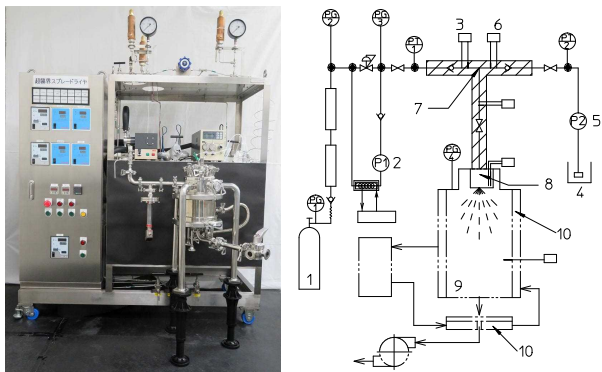


Fig.1 装置外観及び概略フロー図

3. モデル物質の選定と操作条件

本装置を操作する際のモデル物質として、カフェイン及びミリスチン酸を試料として選択する。カフェインは、メタノールまたは水に溶解させ、所定の濃度(5g/L)とした溶液を35°C(水溶液時は90°C)に加熱し、所定の流量(5mL/min)・圧力(15MPa、水溶液時は8MPa)で供給し、85~95°Cの回収槽内に噴霧する。ミリスチン酸は、70°Cに加熱し、融液として所定の流量(5mL/min)・圧力(25MPa)で供給し、0~6°Cの回収槽内に噴霧する。得られた創製粒子は、走査型電子顕微鏡(SEM)、X線回折装置(XRD)により分析を行う。SEMにより結晶形態、平均粒径や粒径分布を求め、XRDにより結晶構造の検討を行う。

4. 結果及び考察

カフェイン試料及びメタノール溶液からの創製粒子のSEM画像とそれぞれの粒度分布を Fig.2 に示す。これより、

本装置により得られた粒子は試料の約1/150に微粒化することでき、かさ密度は約1/15となった。また、SEM画像より得られた創製粒子は、針状結晶であることがわかった。尚、水溶液は真空圧下で噴霧し粒子を創製したところ、収率は低下したが、ほぼ同様の粒子径の微粒子が得られた。

ミリスチン酸試料及び融液からの創製粒子のSEM画像とそれぞれの粒度分布を Fig.3 に示す。粒子径は試料の約1/1100に微粒化することでき、かさ密度は約1/5~1/9となった。また、SEM画像より得られた創製粒子は、板状結晶であることがわかった。

尚、XRDの結果より、カフェイン、ミリスチン酸それぞれの創製粒子は、試料と同じ結晶構造であり、構造変化は見られなかった。

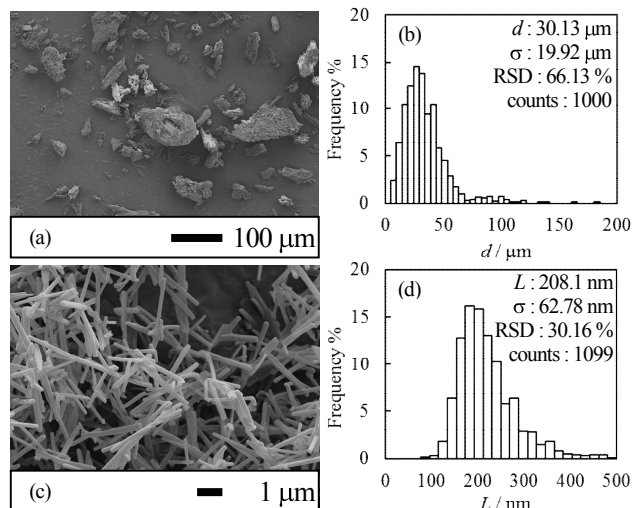


Fig.2 (a)カフェイン試料のSEM画像 (b) (a)の粒子径分布 (c)カフェイン/メタノール溶液からの創製粒子のSEM画像 (d) (c)の粒子径分布 (免脱色)

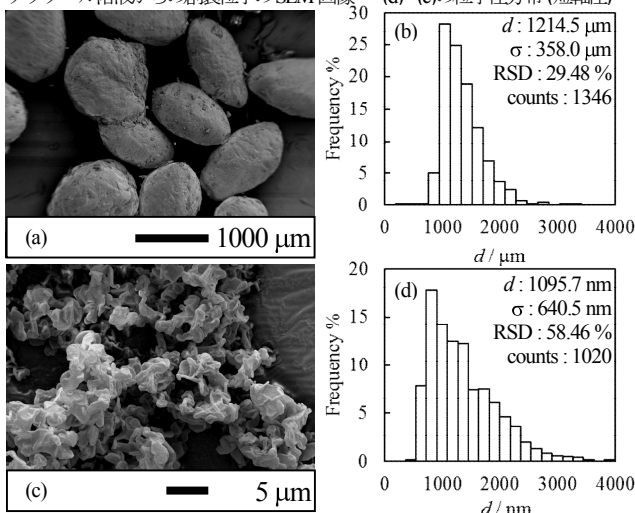


Fig.3 (a)ミリスチン酸試料のSEM画像 (b) (a)の粒子径分布 (c)ミリスチン酸融液からの創製粒子のSEM画像 (d) (c)の粒子径分布

参考文献

- 1) 渡邊航平, 内田博久, 化学工学会第81回年会要旨 ZAA231(2016)
- 2) 内田博久, 渡邊航平, 化学工学, 79, 912(2015)

*1ext@tanabewilltec.co.jp *2h_ando@tanabewilltec.co.jp