

機械的分離プロセスによる浮遊微細粒子の高効率収集

物質生命化学科 富永 昌人

1. 背景と目的

工学部物質生命化学科は、教育型環境マネジメントシステム ISO14001 の認証取得に反映されるように、積極的に環境教育に取り組むとともに、環境マネジメント能力を有する人材を社会に送り出している（図1参照）。1年次の「環境 ISO」、「化学と安全」、2年次の「水環境化学」、「環境調和化学」および3年次の「環境計測化学」の環境教育科目を開講し、知識の拡充を図っている。また同時に1年次から3年次にわたって幅広い分野での実験技術も修得する。

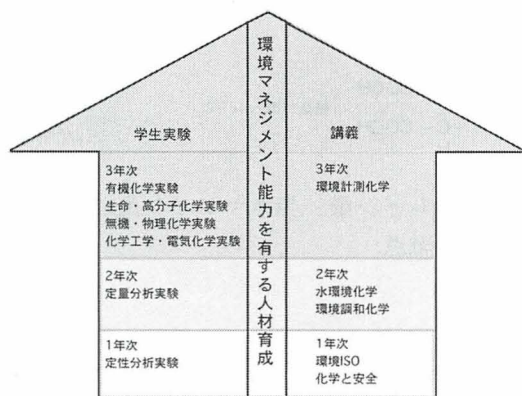


図1 物質生命化学科における環境系授業と学生実験による環境教育。

本プロジェクトでは、廃棄物・廃液などの適正かつ効率的な処理を目指した機械的分離プロセスによる実験廃液高効率処理を目指した。本プロセスは、超遠心分離機によって廃液に含まれる沈殿物を濃縮もしくは固形化状にするものであり、廃液中の浮遊微粒子を高濃度に濃縮・分離することで、その後の廃液処理の効率化を行うことを目標とした。また、実験廃液に限定することなく、溶液反応を取り扱う化学実験では高頻度で行われる生成浮遊微粒子の収集操作も、超遠心分離操作によって高効率化できる。さらに物質生命化学科の学生実験では、化学系の実験に偏ることなく生命系の実験も行われる。例えば、生物実験系ではDNAの抽出操作もあるが、簡易型の遠心分離機を用いていたため、その操作が制限を受けていた。本プロジェクトによって、化学から生物系におよぶ広い分野での学生実験教育の拡充が期待された。

2. 実施内容の概要

1年次～3年次の学生実験に関係あるものの、特に3年次の学生実験に於いて、実験廃液に含まれる浮遊している微粒子状の沈殿物を高濃度に濃縮・分離することによるその後の廃液処理の効率化、および微小浮遊生成物の超遠心分離操作による高効率収集、生命系実験の環境拡充が期待できた。設備の購入及び実験プログラムの拡充準備のための期間を確保するため、および既に前期の有機化学実験/生命・高分子化学実験が既に開講されていることを考慮して、今年度は電気化学実験における「マレイン酸の電解合成」で主に実施した。

コハク酸からマレイン酸の電解合成では（図2参照）、合成されたマレイン酸は溶液中に浮遊する微粉末結晶状態であるため濾過による回収がなされる。また、原料のコハク酸と生成したマレイン酸との分離精製は、再結晶と濾過操作によってなされる（図3参照）。そこで濾過操作を超遠心操作に置き換えることで、学生実験教育の拡充を図った。

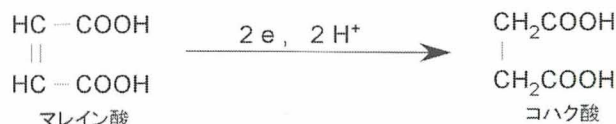


図2 マレイン酸からコハク酸への電解合成反応。

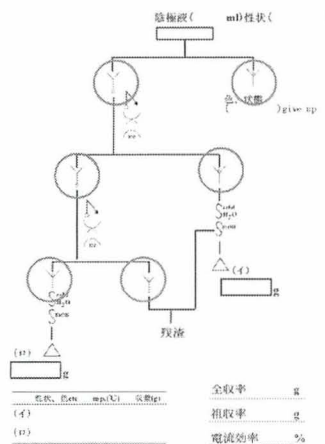


図3 コハク酸の精製分離操作の概略図。丸印が濾過操作。

3. 実施結果

予備検討として、最適な回転数、遠心操作時間およびローターの温度を検討した。その結果、ローターの温度を0℃、50000rpmの回転数で5分間行うことで十分にコハク酸の粉末結晶を溶液中から回収できることが解った（図4参照）。

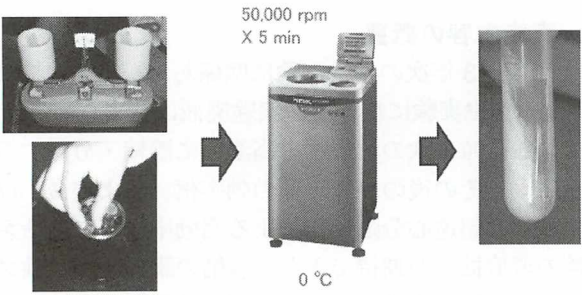


図4 超遠心操作の概略図.

コハク酸の精製過程を吸引濾過法および遠心分離法をそれぞれ16班に操作してもらった。それぞれの手法におけるコハク酸の融点測定結果と分離操作時間を表1にまとめた。

微細粒子の収集については、従来の吸引濾過法に比べて遠心分離法の操作時間は若干長くなる傾向にあった。

表1 コハク酸の精製過程を吸引濾過法および遠心分離法のそれぞれの手法で行った場合のコハク酸の融点測定結果と分離操作時間

日時	遠心分離器			吸引濾過		
	収率(%)	融点(℃)	所要時間(分)	収率(%)	融点(℃)	所要時間(分)
10月8日	93.9	190～199	21	63.5	214～217	20
	88.5	175～198	23	69.7	191～200	17
10月9日	65.6	191～193	20	77.2	190～195	16
	30.9	194～195	27	68.1	191～192	14
10月15日	57.9	183～184	22	67.4	190～204	17
	50.3	融点が出ない	22	63.6	192～193	19
10月16日	68.7	187～195	22	43.7	融点が出ない	21
	44.1	197～199	29	65	189～199	16
11月5日	77.7	186～190	18	75.6	178～180	17
	62.1	189～193	21	66	181～182	15
11月6日	65.5	182～184	19	104.6	185～186	18
	65	188～191	19	57.4	182～183	18
11月12日	64.2	190～192	23	52.6	201～208	20
	51.3	187～189	25	58.1	188～193	16
11月13日	52.7	189～191	22	84.2	187～189	19
	62.3	190～192	20	61.5	196～197	16
平均	62.5		22	64.4		17

融点が200℃以上のデータは濾紙が混入している

精製されたコハク酸の純度は融点測定で評価された（図5参照）。吸引濾過法を用いた場合には、融点がコハク酸（融点：185～187℃）のそれよりも明らかに高い場合が多くみられた（表1にマーク）。このことは、吸引濾過法では濾紙を使用するが、この濾紙の混入を意味する。すなわち濾紙上に回収された結晶を取り出すときに、濾紙まで回収してしまったと考えられる。

遠心分離法は、実験での微粉末（結晶など）の採集法に有効な手法であることを学生は学ぶことができた。

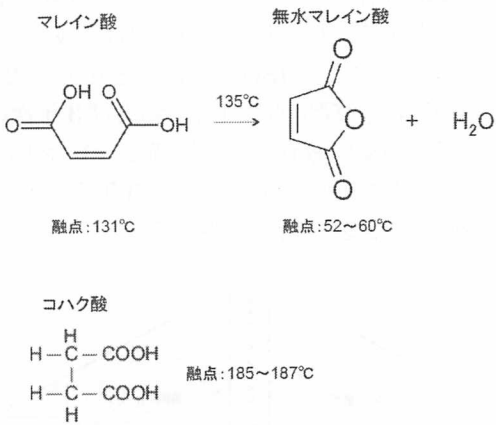


図5 マレイン酸、無水マレイン酸およびコハク酸の融点.