

# パルスジェット乾燥法による微粒子製造に関する基礎的研究

平成20年度入学 ミネラルプロセッシング分野 大瀧 大地

## 1. 研究目的

近年、既存の物質に新しい機能を付与する技術としてナノテクノロジーが注目され、その目的を達成するための粉体化技術が急速な進歩をとげている。その技術のひとつとして、パルスジェットエンジンにより強力なパルスジェット(強力空中超音波と熱風)を発生させ、溶液状態の原料をその中に噴霧し、固体と気体に分離・乾燥させるパルスジェット乾燥法が提案されている。本研究では、パルスジェット乾燥システム(PJDS)を用いて銅微粒子を作製し、同時にデンプンを用いることで銅微粒子をデンプンのマイクロ粒子中に回収することを試みた。

## 2. 実験方法

デンプン溶液に界面活性剤として CTAB(臭化セチルトリメチルアンモニウム)を加えたものを2つ用意し、一方には硝酸銅(II)三水和物を 0.20 M となるよう加えアンモニア水で pH 10 に調節し、もう一方には還元剤として抱水ヒドラジンを 2.5 M となるよう加えた。その2つの溶液を混合して 10 秒間攪拌後、PJDS に送液し、パルスジェットにより乾燥してできた粒子を回収した。回収した粒子は、X 線回折(XRD)分析、走査型電子顕微鏡(SEM)観察、収束イオンビーム(FIB)、走査型イオン顕微鏡(SIM)により、化合物を同定、あるいは、粒径、形状、断面、内部などの観察を行った。さらに、銅の回収率も調べた。

## 3. 実験結果と考察

図 1 はデンプン 3%、CTAB 10 mM の混合溶液を PJDS で回収した粒子の SEM 像を示す。図 1 のように 2~5  $\mu\text{m}$  程度のデンプン球状微粒子が、PJDS により短時間で得られる。このデンプン微粒子に銅のマッピングを施したところ、粒子外側表面に銅粒子が分布していることが確かめられた。図 2 は図 1 に示される粒子に含まれるデンプンを除去した後の残渣のみの SEM 像であるが、300~500 nm 程度の含銅微粒子であることが判明した。しかしながら、この微粒子を XRD にかけると明瞭なピークは認められず、非晶質な銅または銅化合物の粒子と考えられる。

次に、デンプン濃度が銅の回収率に及ぼす影響について検討した。図 3 はデンプン濃度を変化させてサイクロン下に回収された銅の回収率を示す。図 3 よりデンプン濃度の増加とともに銅の回収率も増加する傾向が認められる。デンプン 3%以上で回収率は 75%程度で一定となり、最適なデンプン濃度の存在が示唆される。

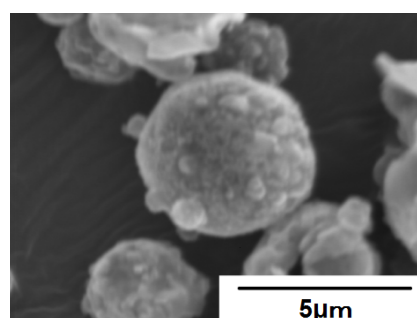


図 1 デンプン・マイクロ粒子の SEM 像

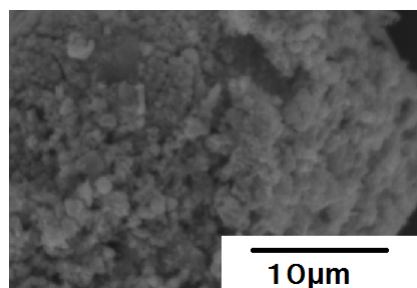


図 2 銅微粒子の SEM 像

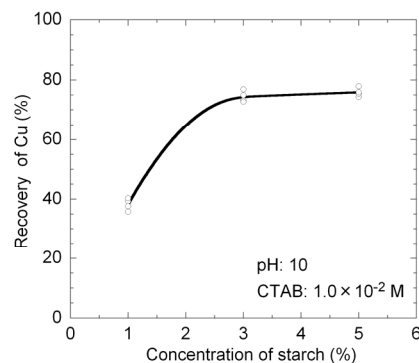


図 3 デンプン濃度と銅回収率の関係