

(佐竹化学機械工業) ○金森 久幸*, 高橋 徹, 土原 豊治, (正) 塩原 克己

1. 緒言

懸濁重合により、高分子ポリマーを製造する場合、頻りに攪拌装置が使用されている。そこで、本研究ではMMAの懸濁重合において攪拌操作中の攪拌翼、回転数、攪拌翼設置高さ注目し、これらの3つの要素を変化させることにより、PMMA粒子製造中の特に重合率、粒子径にどのような影響を及ぼすのかを検討したので報告する。

2. 実験方法

2-1. 実験装置

実験に使用した攪拌槽は、ガラス製の直径 $D = 165$ (mm) の円筒平底型、4枚バッフル付きで液深さ $Z = 1.0D$ に設定した。攪拌槽は、所定の重合温度にするために恒温槽に水没させ、制御した。攪拌翼は、翼径 $d = 60$ (mm) ($d/D = 0.36$) とし、一般的に使用されている6枚フラッタービン(6FT)、3枚プロペラ(3P)、4枚ピッチドパドル(4PP)を使用した。回転数は、化学工学会第63年会 高橋らの“反応槽内における液滴分散、合一などに対する攪拌操作の影響”中、図1.の完全吸込分散状態を基準に決定した。

2-2. 反応条件

反応条件を表1.のように設定した。

表1. 反応条件

反応時間	4 (時間)	
反応温度	65 (°C)	
連続相	イオン交換水	2555 (g)
分散相	MMA	868
分散安定剤	PVA	52
重合開始剤	BPO	17.4
重合禁止剤	NaNO_2	2.6
連続相比率	75 (vol%)	
分散相比率	25 (vol%)	
分散安定剤	2 (wt%)	

2-3. 重合方法および測定方法

水+PVA+ NaNO_2 を所定の温度に設定後、BPO溶解済みのMMAを回転数250 (rpm)で攪拌しながら注入し、その後指定された回転数に設定し、4時間重合した。

任意の時間にサンプリングしたポリマー粒子の粒径は、(株)堀場製作所の超遠心式自動粒度分布測定装置CAPA-7000を使用して測定した。平均粒径は、体積基準で積算分布の50%に対する $D_p 50$ とした。また、重合率はサンプリング法にて測定した。

3. 結果及び考察

図1.に攪拌翼設置高さC=一定で回転数を変化さ

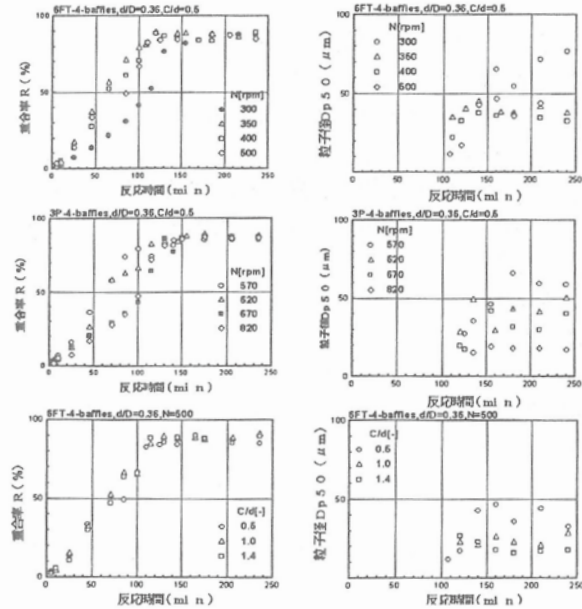


図1. 重合率と反応時間の関係 図2. 粒子径と反応時間の関係

せた場合の6FT、3P、及び回転数N=一定で攪拌翼設置高さを変化させた場合の6FTの反応時間と重合率の関係を示す。C=一定の場合、回転数によらず、6FT、3Pともに重合率の安定する時間は一定であることがわかる。しかし、反応途中での重合率変化の様子が攪拌翼、回転数により異なる場合もあることがわかる。N=一定の場合、6FTは攪拌翼設置高さによらず重合率の安定する時間は一定であることがわかる。図2.に図1.と同じ攪拌条件での反応時間と粒子径の関係を示す。C=一定の場合、3Pは回転数を上げると粒子径が小さくなるが、6FTはN=300 (rpm)を除いて、ほとんど変化しないことがわかる。これは、反応時の攪拌動力の変化、反応終了時の攪拌翼へのポリマー樹脂の付着状況から、回転数により樹脂の付着状況が異なり、流動状態が変化することが影響している。N=一定の場合、翼設置高さが高い方が粒子径の小さいことがわかる。これも、C=一定の場合と同じように、翼設置高さによる樹脂の付着状況が異なることが影響している。

4. 結言

重合率の安定する時間は、攪拌翼形状により異なり、各攪拌翼では回転数、攪拌翼設置位置によらず一定である。また、粒子径は必ずしも回転数を上げると小さくなるとは限らず、同じ回転数でも攪拌翼設置位置を変化させることで小さくなる場合もある。

*TEL: 048-441-9200 FAX: 048-444-1042