

DI101

L-グルタミン酸結晶多形の晶析におよぼす攪拌の影響

(岩手大理工) ○ (正) 土岐規仁*, 丸山啓太, 川原田理奈, (正) 横田政晶
(佐竹マルチミクス) (正) 根本孝宏, (正) 加藤好一

1. はじめに

L-グルタミン酸 (L-Glu) はアミノ酸の1つで調味料などに使用されており、準安定形の α 形結晶、安定形の β 形結晶の2つの多形があることが知られている。 β 結晶が製品として流通されているが、多形制御に関する攪拌操作については不明な部分も多い。また、既往の研究では β 形結晶の晶析において、生産には17時間以上を必要とすること¹⁾ が報告されている。そこで本研究では、L-Glu 結晶多形におよぼす攪拌の影響を調べ、 β 形結晶の短時間での工業プロセスの構築を目指した。

2. 実験およびCFD シミュレーション解析

L-Glu 61°C飽和濃度の水溶液を70°C加熱条件下で作成した。そして、加熱した吸引瓶とブフナーロートを用いて、吸引濾過を行った。その溶液をジャケット付き晶析槽に入れ、3枚プロペラ翼 (4枚バツフル)、RB Mixing System, HS604 (2枚バツフル)、3つの攪拌様式 (図1参照) を用いて各 Pv 条件において冷却晶析実験を行った。得られた結晶を吸引濾過、洗浄し、乾燥機で一晩乾燥させ、実体顕微鏡および粉末 X 線回折で評価した。

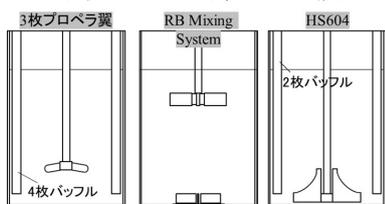


図1 攪拌形式の概略図

また、攪拌作用検証のため CFD シミュレーション解析 (Computational Fluid Dynamics: CFD) を行った。

3. 結果と考察

図2に3つの攪拌様式 (3枚プロペラ翼, RB Mixing System, HS604) を用いて晶析させた場合の各 Pv [W/m³]での β 形結晶存在率を示す。いずれの攪拌翼でも β 形結晶は低 Pv 条件で優先的に晶析するが、Pv=20 W/m³以上ではほぼ α 形結晶が析出される。攪拌作用が強まると α 形結晶の生成が促進されることが伺える。一方、図3に各 Pv の α 形結晶の平均粒径を示す。Pv が大きいほど α 形結晶の平均粒径が大きいため、流動状態が良好になり、結晶が均一的に

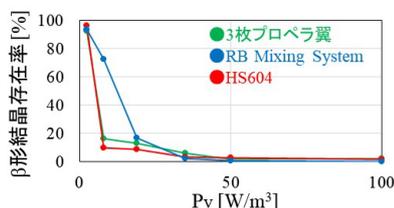


図2 Pvと β 形結晶存在率の関係

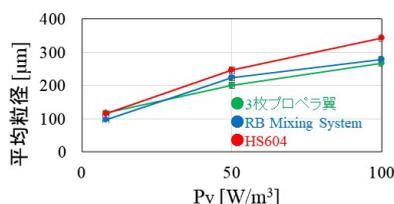


図3 Pvと α 形結晶の平均粒径の関係

分散される事で結晶成長速度が大きくなったことが示唆された。

図4は CFD シミュレーションを用いて本実験で用いた晶析槽内の流体の動きを解析した結果である。3枚プロペラ翼は十分な上昇流が得られず、槽上部では緩やかな流動状態となっている。一方、RB Mixing System と HS604では槽内全体的に渡る上下大循環流のフローパターンが形成されている。特に HS604では結晶が淀み易い槽底部で良好な流動作用が得られることが確認された。

表1には流速および剪断応力の結果を示す。結晶多形と平均粒径は、結晶の分散状態と共に流速分布や剪断応力に相関関係が見られることが推測される。

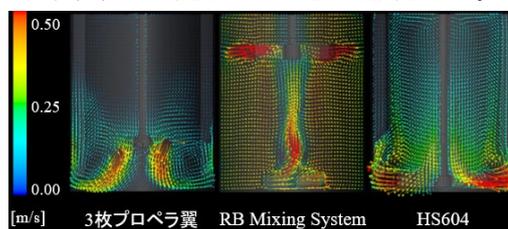


図4 CFDシミュレーション解析結果 (フローパターン)

表1 流速および剪断応力結果 (Pv=Const.条件)

	回転数 [min ⁻¹]	流速 [m/s]		剪断力 [Pa]	
		平均	最大	平均	最大
3枚プロペラ翼 (4枚バツフル)	450	0.088	1.27	0.76	39.6
RB Mixing System	220	0.34	0.94	1.25	51.3
HS604 (2枚バツフル)	140	0.15	0.81	1.59	41.9

以上の結果を踏まえて β 形結晶の工業プロセスとして結晶分散作用に優れた HS604を用いて実験を行った。低攪拌速度から始めることで α 形結晶の核発生と成長を抑制し、高攪拌速度に切り換える操作を行うことで溶液媒介転移を促進させた。結果として、 β 形結晶存在率を80%以上にするには、既往の研究では約15時間必要であったが、5.5時間まで短縮することが出来た。

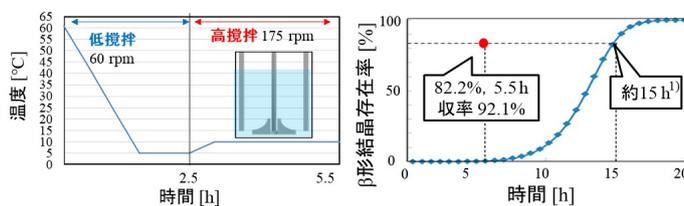


図5 温度変化と β 形結晶存在率の経時変化

4. 結言

本研究により、従来法と比較して効率的に β 形結晶を得られる攪拌操作の方向性を把握するに至った。

参考文献

1) Tsai-Ta C. Lai, et al., *Org. Process Res. Dev.*, 18, 1382-1390 (2014)