

ステアリン酸によるリン酸三カルシウムの表面処理におけるエタノール蒸留条件の検討

Investigation of Ethanol Distillation Conditions for Surface Treatment with Stearic Acid

有松 宏之¹⁾
指導教員 坂口 雅人¹⁾

1)サレジオ工業高等専門学校 機械電子工学科 複合材料構造研究室

キーワード：界面処理, リン酸三カルシウム, ポリ乳酸

1. 緒言

現在、骨折に使用される骨固定具にはステンレス鋼やチタン合金といった金属材料が使用されているが長期間体内に存在した場合、周辺の骨の萎縮や成長抑制、炎症が発生するため治癒後の摘出が必要になり患者へ大きな負担がかかる⁽¹⁾。そのため損傷の修復に伴い生体内で安全に分解、吸収される材料が求められている。小林らはリン酸三カルシウム(β -TCP)にL-乳酸で界面処理を行い β -TCP/PLAの強度を向上させようと考えた⁽²⁾。 β -TCPに対して重量比0%, 3%, 4.5%, 6%, 7.5%, 12%のL-乳酸を用いて界面処理したところ6%が最も強度が高くなることを報告している。過去の研究室の調査では、エバポレーターを使用した界面処理後 β -TCPの乾燥には約1週間の時間がかかっており生産性が非常に悪い。再現実験ではエタノールの加熱温度を沸点である78℃を超える80℃に設定し行ったが蒸留を行えなかった。本調査ではエバポレーターの操作手順や条件を見直し、蒸留条件による乾燥の速度が速い操作手順や条件を明らかにすることを目的とし調査を行った。

2. 実験方法

エタノール100mlをフラスコに入れ80℃で加熱、エバポレーター(EYELA,N-1100)で1時間回転させた。エバポレーターはチラーによって常温の冷却水を図1に示すように循環させて冷却を行った。エタノールの蒸留条件を検討するためエバポ

レーター内の気圧、冷却水の温度、フラスコの加熱温度の3つの条件を表1に示すように変更し実験を行った。

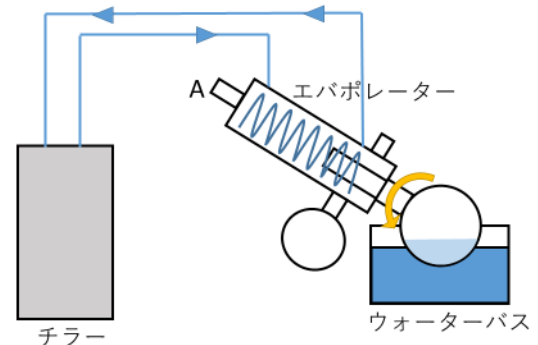


図1 実験器具の配置

表1 実験条件のパターン

conditions	Patterns of Experimentation				
	①	②	③	④	⑤
気圧	開放			真空	
冷却水	未冷却	常温	冷却	常温	
加熱温度	80℃				90℃

3. 結果と考察

3.1 エバポレーター上部を開放し、冷却水の温度を変更した場合

エバポレーターの冷却温度が蒸留の関係しているのではないかと考え、冷却温度を変更して測定を行なった。①冷却を行わない、②常温の水で冷却、③約5℃の冷却水で冷却の3パターンで冷却を行った。また、エバポレーター内の空気の量が変化しないため気化したエタノールが上昇せず蒸留できないのではないかと考え図に示すエバポレ

ター上部 A を開放した。表 2 に実験前後のエタノール量を示した。表 2 より①, ②, ③の全てのパターンにおいて質量変化が無かった。目視による確認の結果, 全てのパターンにおいて気化したエタノールはフラスコ上部で凝縮しフラスコ内へ戻っていた。このことからエバポレーターの冷却温度は蒸留に関係ないと考えた。そのためアスピレーターによって真空を引くことで沸点を低くし, また加熱温度を上昇させることで蒸発量をフラスコ上部での凝縮量よりも多くすることを考えた。

3.2 エバポレーターから真空を引き, フラスコの加熱温度を変更した場合

3.1 よりエバポレーターの冷却温度は蒸留に関係していないと考えられたため, アスピレーターを使用し真空を引き, また加熱温度を④80 °C と⑤90 °C の 2 パターンで測定を行った。実験器具の配置は図 1 にアスピレーターを追加したものである。表 2 より ④80 °C の場合, 1 時間でエタノール 100 ml の重量 78 g の約 1 % の 1 g 蒸発した。蒸発した 1 g のエタノールは回収することができなかった。目視による確認の結果, 3.1 と同様に気化したエタノールはフラスコ上部で凝縮しフラスコ内へ戻っていた。エタノールの質量は減っているためアスピレーターによる減圧は効果があるものと考えられる。⑤90 °C の場合, 1 時間でエタノール 100 ml の重量 78 g の約 95 % である 74 g が蒸発した。蒸発した 74 g のエタノールは 73 g 回収することができた。加熱温度を上げることでエタノールの蒸発量が増えフラスコ上部で凝縮しきれなくなったためエバポレーターまで気化したエタノールが届き蒸留が行えたのだと考えた。

3.3 条件⑤での表面処理とその質量変化

条件で⑤フラスコにステアリン酸 (HISUN, REVODE101, Mn:10×10⁴) 3 g および TCP(富士フィルム和光純薬株式会社製, 032-10855) 50 g をエタノール 200 ml に加えペースト状になるまで表面処理を行い, 材料の質量を 30 分おきに計測し重量の変化を確認した。計測の結果, 図 2 のように質量が変化した。図 2 の横軸は表面処理を行った時間で, 縦軸は残ったエタノールと材料の質量の割合

である。エタノールの蒸留は目視での確認の結果, 90 分時点で行えなくなっていた。フラスコ内の材料が乾燥しエバポレーターにエタノールの蒸気が届かなくなったためだと思われる。実験開始時点のフラスコの質量は 100 % である 205 g で, 90 分時点での質量は 35 % である 71 g であった。

表 2 フラスコ内のエタノール量

Time [min]	Weight [%]				
	①	②	③	④	⑤
0	100	100	100	100	100
60	100	100	100	99	5

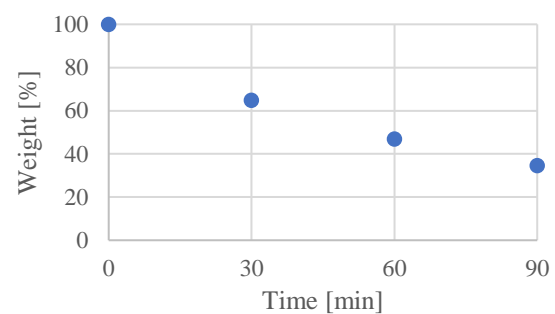


図 2 ⑤の条件での表面処理時における質量変化

4. 結言

本調査ではエバポレーターでエタノールを蒸留させる適切な条件を調査した。調査にあたって, 気圧やエバポレーターの冷却温度, エタノールの加熱温度などを変更した。その結果エタノールの蒸発には加熱温度が最も支配的なパラメータであると判明した。また, エタノールにステアリン酸とリン酸三カルシウムを混ぜた状態でも約 90 分で蒸留を行うことができた。

文 献

- (1) 杉山芳樹, “顎骨用吸収性骨接合材料について: 一高強度 PLLA 材料を中心として—”, 岩手医科大学歯学雑誌, Vol. 30 (2005), pp. 121-131.
- (2) Satoshi Kobayashi, Risa nagao “Effect of surface modification of β -tricalcium phosphate on mechanical properties of poly(L-lactic acid) composites”, Advanced Composite Materials, vol.24, (2015), pp.467-480, DOI:10.1080/09243046.2014.917353