

革新的乾燥粉末化技術がもたらす ポリアクリルアミド(PAM)の新たな可能性

生産本部 生産技術開発部 エンジニアリング課
吉本 英一郎

Yoshimoto Eiichiro



1 はじめに

当社が乾燥紙力増強剤やリチウムイオン二次電池(LIB)用バインダーとして製造、販売しているポリアクリルアミド(PAM)は、水を溶媒として製品が製造されることと、その用途が液体製品をさらに希釈して使用されることから、粘稠な水溶液(図1)として提供されている。

しかしながら、液体製品の場合には取り扱いが困難であるうえに単位重量当たりの輸送コストが高くなることから、当社では液体製品の粉末化に関する研究に取り組んできた。その結果、PAMの分子構造を維持しつつ、粉末状(図2)に加工する技術を開発し、PAMを粉末製品として供給できる体制を整えることができた。

PAMの粉末化により、製品の取り扱いが容易になるとともに、他の原料との分散性が向上し、設備と作業の効率化が可能となったうえ、粉末製品は液体製品よりも安定であることから製品の長期保存も可能になった。

本稿では、当社が開発した粉末PAM製品であるAIPシリーズ(AIP-101、AIP-102、AIP-103)について紹介する。



図1 従来の液体製品



図2 新規開発の粉末PAM製品

2 品種

新規開発した粉末PAMの水溶液性状を表1に示す。

AIP-101はアニオン性基を導入したアニオン性ポリマーで、AIP-102はノニオン性、AIP-103はアニオン性基とカチオン性基の両方を導入した両性イオン性ポリマーである。

当社が開発した粉末化法は、分子量によらず適用できるため分子量の異なるさまざまなPAMを、効率的に粉末製品としてカスタマイズして提供することができる。

製品名	組成	pH	粘度 (mPa・s)(25℃)
AIP-101	アニオン性	5.0 ~ 7.0	3 ~ 11
AIP-102	ノニオン性	6.5 ~ 8.0	6 ~ 20
AIP-103	両イオン性	3.0 ~ 4.5	23 ~ 45

表1 各粉末PAM1%水溶液の性状

3 粉末性状

各製品を、篩分により850μm以下の粒子とし、かさ密度と安息角を測定した結果を表2に示す。

製品名	かさ密度 (g/cm ³)	安息角	粒径
AIP-101	0.30	35°	850μm以下
AIP-102	0.19	70°	850μm以下
AIP-103	0.14	50°	850μm以下

表2 各種測定データ

粒子の形状は製品によって異なり、製造条件、原料ポリマーの特性などにより繊維状や粒子状となる。AIP-102では、広い表面積の粒子形状を有し(図3)、水への溶解性が良好となる。

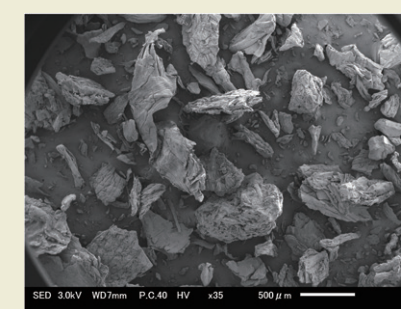


図3 粉末AIP-102のSEM画像

4 溶解性

均一な分散が求められる用途では、溶解性の高い粉末が求められる。溶解速度が速いほど、反応系が均一になるまでの時間が短くなり、プロセス全体の効率を向上させることができる。

AIP-102の水に対する溶解性について、増粘剤や安定剤として広く利用されている水溶性高分子であるカルボキシメチルセルロース(CMC)を比較対象とし、表3に記載した条件で同濃度となるよう水に添加し、水への溶解速度を測定した。

サンプル条件	それぞれ粒径150～250 μ mに合わせた粉末
水量	400ml
攪拌条件	0～5min:200rpm、5～20min:300rpm
濃度	1wt%

表3 溶解性検証の条件

AIP-102とCMCを水に添加し20分攪拌した後の写真を図4、図5に示す。AIP-102では溶解して均一になっているが、CMCでは継粉になった塊が漂い、完全には溶解しなかった。これよりAIP-102は既存の粉末製品に劣らない溶解速度を有することが確認された。

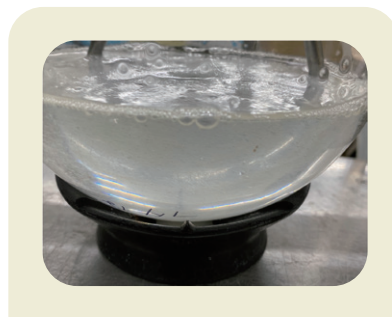


図4 AIP-102溶解の様子
溶け残り なし



図5 CMC溶解の様子
溶け残り あり

次に、各製品の有機溶媒に対する溶解性を評価した結果を表4に示す。この表から粉末PAMは水に対しては良好な溶解性を示すものの、有機溶媒に対しては、溶解性を示さないことがわかる。このことから、粉末PAMは水との親和性が高い一方で、有機溶媒との親和性が低く、有機溶媒への溶解を抑制したい際には有効といえる。

製品名	水	メタノール	エタノール	IPA	トルエン	キシレン	ヘキサン	アセトン	酢酸エチル
AIP-101	○	×	×	×	×	×	×	×	×
AIP-102	○	×	×	×	×	×	×	×	×
AIP-103	○	×	×	×	×	×	×	×	×

粉末 10 gを溶媒 90 gに室温で攪拌しながら添加。不溶物なし：○ 不溶物あり：×

表4 各種有機溶媒への溶解性

5 残存モノマー

液体PAM製品では、重合はほぼ完了しているが、場合によってはごくわずかながら残存モノマーが生じる場合があり、用途によってはそれらの残存モノマーの低減が求められることもある。

今回当社が見出した粉末製造プロセスによれば、残存モノマーの存在を極めて少ない水準まで低減することが可能となる(表5)。

製品名	残存モノマー量
AIP-101	0.0010 %
AIP-102	0.0013 %
AIP-103	0.0007 %

表5 製品中の残存モノマー濃度代表値

このことから、新規粉末製造プロセスが、純度の高いPAM製品を提供するために有効であるといえる。なお、当社では残存モノマーをさらに低減する方法も見出していることから、顧客の求めに応じて指定の濃度まで残存モノマーを低減させることも可能となった。

そのため厳格な品質管理が求められる用途へも粉末PAM製品を提供することが可能となった。

6 応用例 電池性能

AIP-102は、LIB用バインダーとしての利用が期待される水溶性高分子である(図6)。

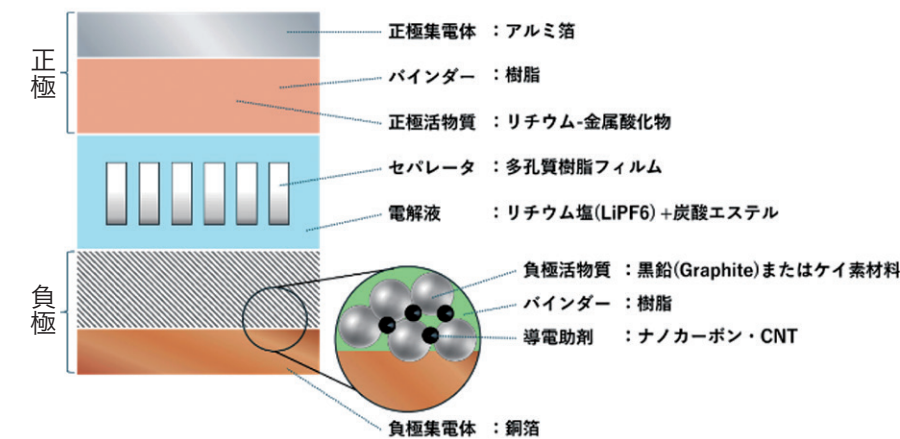


図6 LIBの構造



LIB用バインダーとしての性能では、電解液へのバインダーの溶解により電池性能が低下する可能性があることから耐電解液性が求められ、同時に膨潤性も求められる。**表 6** にAIP-102の耐電解液性と膨潤性を示す。

製品名	耐電解液性	膨潤性	評価条件
AIP-102	99%≦	≦1%	電解液：1MLiPF ₆ EC/DMC/EMC=1/1/1 v/v% 温度：60℃ 浸漬時間：24hr

表 6 AIP-102の耐電解液性・膨潤性

表 6 より、AIP-102は、電解液に対して高い耐性を示し、ほとんど膨潤しないことが確認された。AIP-102のような電解液溶解性が少ない特性は、LIB用バインダーとして使用するうえで好ましい。また、粉末PAMはハンドリング性に優れ、品質の劣化も進みにくいため、特に粉末の混合レシピ開発においても有効と考えられる。



おわりに

本稿では、当社が開発した粉末PAM製品、AIPシリーズについて紹介した。

PAMを粉末とすることで、ハンドリング性や長期保管性の向上、輸送費削減、設備や作業の効率化などさまざまなメリットを生み出し、さらに新規用途への展開も期待される。

AIPシリーズは、これまで主力としてきたPAMの液体製品とは異なり、粉末としてのPAMの新たな可能性を切り拓くものである。当社が開発した粉末化技術は、既存の液体ポリアクリルアミド系樹脂に対して幅広く適用可能であり、顧客のニーズに合わせて、分子量、イオン性、粒子形状などを調整した最適なポリアクリルアミド系樹脂粉末の設計が可能になると考えている。

今後、AIPシリーズについて、従来の液体製品の紙力増強剤、LIB用バインダーにとどまらず、接着剤、塗料、インク、コーティング剤、水処理剤、農業分野など、さらに多くの用途への適用を検討していく予定であり、新しい可能性を有する製品を提供していきたいと考えている。