

分離・分級アプリケーションガイド

～ 研究から生産まで～

この先はプロに任せた方が良い。

遠心

ろ過

濃縮

分級

溶媒置換

不純物
除去

生産移行

目詰り

課題を解決する 4

解決策を提案し幅広



Case

ページ

- 1 (インク分離) 3
- 2 (エマルションの分離) 4
- 3 (分級) 5
- 4 (CNTの精製) 6
- 5 (粒子径分布測定) 7
- 6 (粗大粒子除去) 8
- 7 (分散安定性) 9
- 8 (NMR) 10
- 9 (濃縮) 11
- 10 (希釈) 12

ナノ粒子の
分離・分級

遠心×ろ過

Case

ページ

- 14 (濃縮) 19
- 15 (粒子洗浄・溶媒置換) 20
- 16 (精製プロセス) 21
- 17 (ろ過機構造) 22



つのソリューション

い課題にお答えします。



分析前処理
分析精度の改善

プロセス開発
生産へのスケールアップ

Case	ページ
1 (インク分離)	3
3 (分級)	5
5 (粒子径分布測定)	7
7 (分散安定性)	9
8 (NMR)	10
9 (濃縮)	11
10 (希釈)	12

Case	ページ
2 (エマルションの分離)	4
6 (粗大粒子除去)	8
11 (生産用遠心機一覧)	13-14
12 (構造)	15-16
13 (分級)	17
14 (濃縮)	19
15 (粒子洗浄・溶媒置換)	20
16 (精製プロセス)	21
17 (ろ過機構造)	22



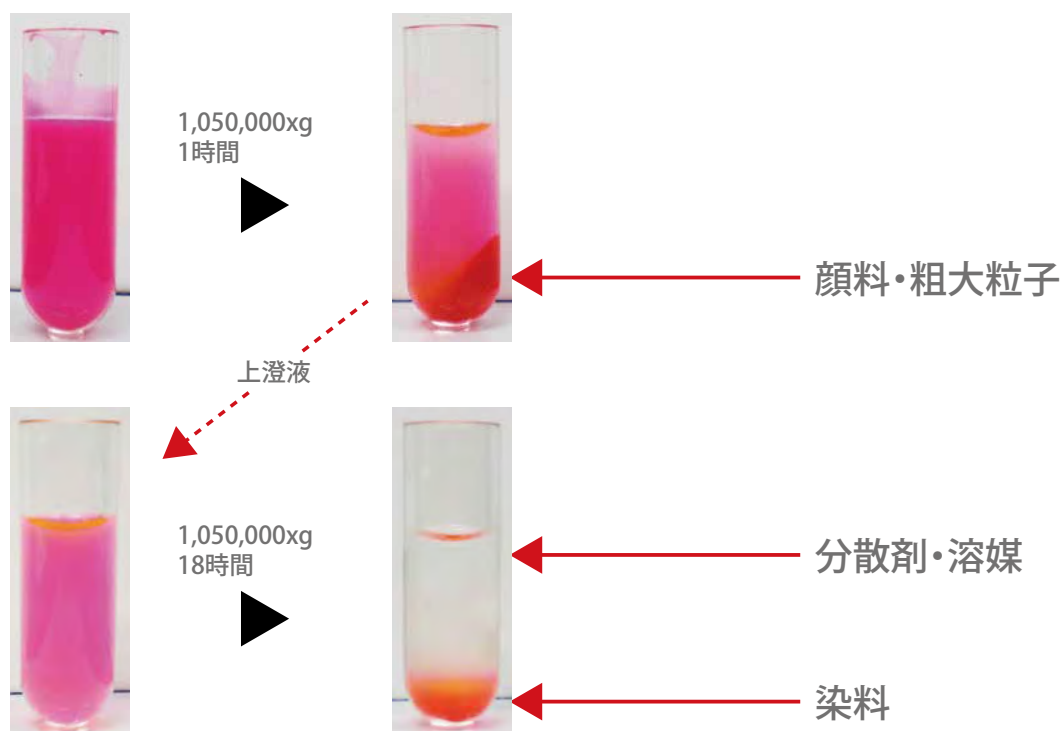
Case 01

インク中の顔料・染料成分を分離する

概要

機能性インクには顔料・染料・分散剤等が含まれています。これらを機器分析で測定する場合、前処理として各成分に分離しておく方が好ましいケースがあります。

分離事例



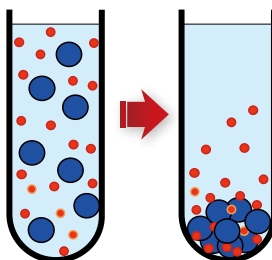
原理

■分画遠心法

溶液中に分散した粒子に遠心力をかけると粒子径が大きいもの・密度が大きいものほど早く沈降します。

沈降しやすさの違いを利用することで顔料・染料・分散剤を分離することができます。

粘度・密度などが既知であれば、おおよその粒子径を算出することも可能です。



関連アプリケーション

超遠心機による塗料の分離(No.135)

分離用小形超遠心機による
墨汁の分離 (No.136)



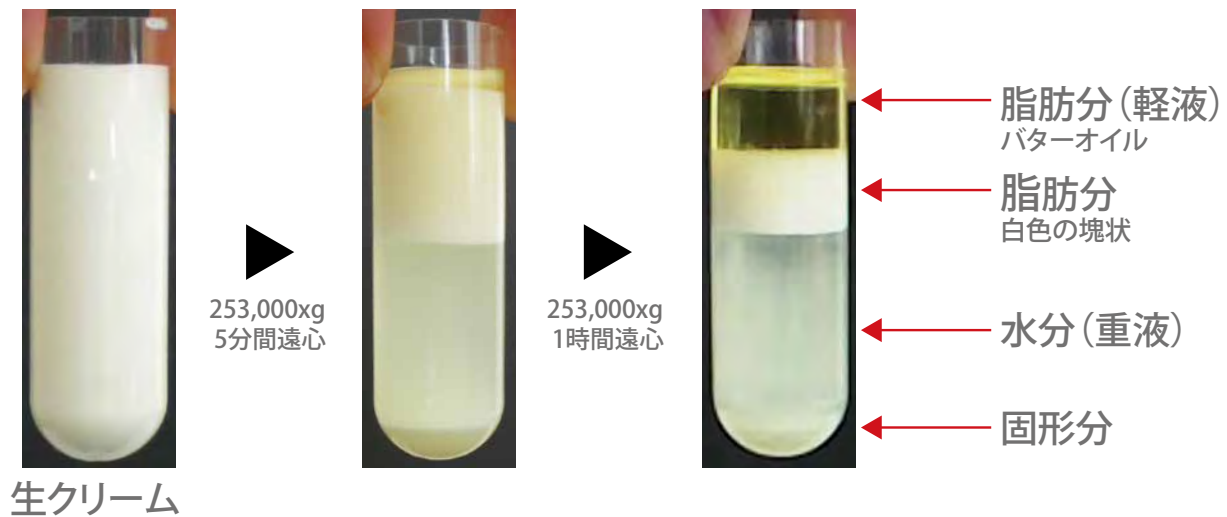
Case 02

軽液・重液の分離
エマルションや乳脂肪分の分離

概要

固形分の分離（固液分離）だけでなく、油と水の分離に代表されるような液液分離やエマルションにも遠心分離を適用することが可能です。

分離事例



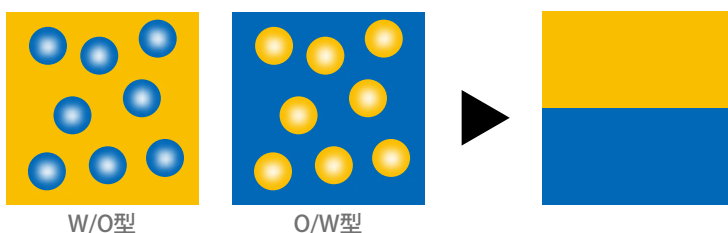
遠心分離（基本分離テクニック）

生クリームのように十分乳化したものであっても、脂肪分、水分、固形分に分離することができます。

原理

■エマルションの分離

W/O型、O/W型など様々な状態のエマルションがありますが、比較的
低めのgで（数千g程度）で比重の違いにより分離します。



■ 油相 ■ 水相

応用

水と油のような2液で特定の成分を抽出し（溶けやすさの違いを利用して、分離する）、遠心分離により液液分離する方法は、遠心抽出法と呼ばれています。

遠心抽出法を利用した生産機ではミキサセトラが大変よく知られています。

Case 03

ラテックス粒子を
粒子径ごとに分級する

概要

ナノ粒子の機能を最大限に発揮するためには、一般的に粒子径を揃える必要があります。「粒子径が大きいほど早く沈降する」という原理を利用した、密度勾配沈降速度法が有効です。

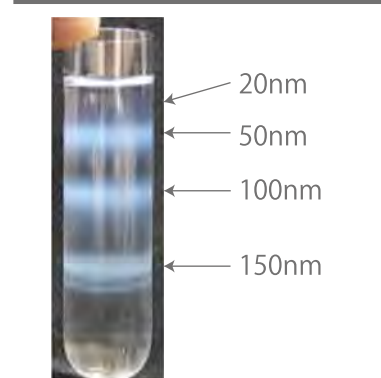
分離事例

遠心前



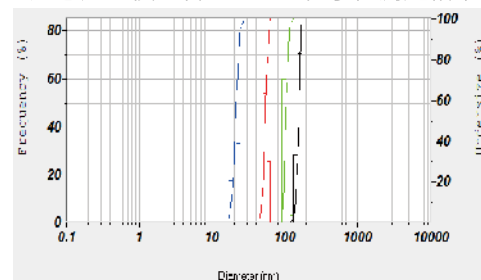
276,000xg、10分間

遠心後



【サンプル】
PSL粒子混合液 (20nm、50nm、100nm、150nm)
各径共、密度1.050g/cm³
(Thermo Fisher Scientific 社製)

遠心処理後の各バンドの粒子径測定結果



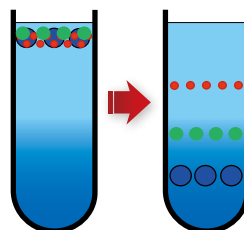
(データ提供: (株) 堀場製作所様)

原理

■密度勾配沈降速度法

分画遠心法 (Case1) は簡便ですが、遠心力による沈降のスタート地点がバラバラであるため、分離能が良くありません。

沈降速度法では、スタート地点を揃えてから沈降開始しますので、粒子密度が同じであれば粒子径に従って分離 (= 分級) することができます。



密度勾配液は、必ずしも密度の勾配がある必要はなく、均一濃度でも大丈夫です。

関連アプリケーション

2種混合標準粒子の分級 (No.152)

混合ラテックス粒子の分離 (No.138)



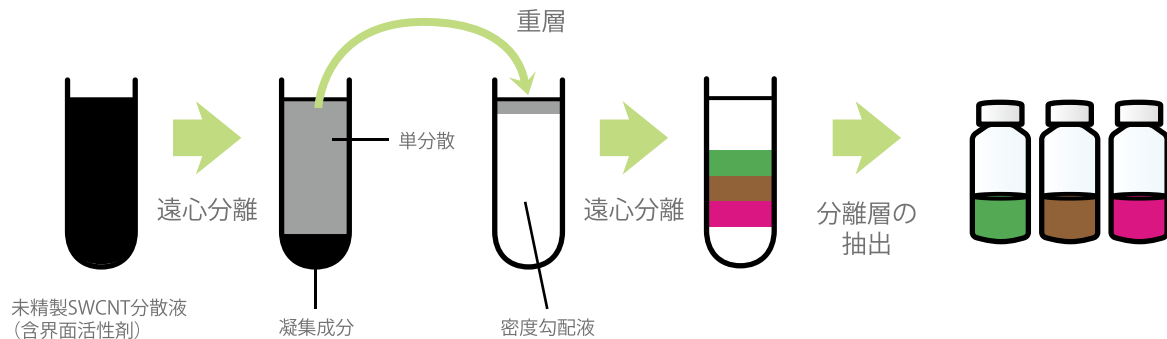
Case 04

単層カーボンナノチューブの
半金分離を行う

概要

単層カーボンナノチューブは円筒状になっていますが、円筒の巻き方(カイラリティ)により半導体性CNT、金属性CNTが混在していることがほとんどです。密度勾配超遠心法を用いることで半導体性CNT、金属性CNTを分離することができ、この操作は半金分離と呼ばれています。

分離事例



密度媒体 (Iodixanol水溶液) で密度1.05~1.15 g/cm³となるような密度勾配を作製してCNTを分離すると、上のような呈色バンドが見られます。

界面活性剤に覆われたCNTの浮遊密度が、金属性CNTと半導体性CNTでは異なっているために上のように分離すると考えられています。金属性CNTと半導体性CNTの位置関係(密度の大小)については、界面活性剤などの条件により変わることが知られています。



金属性単層CNT 半導体性単層CNT
(写真提供: 株式会社ナノカーボン様)

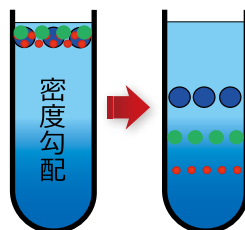
【参考】Arnold, M. S. et al., Nano Letters, 5, 713-718(2005)
Arnold, M. S. et al., Nature Nanotechnology, 1, 60-65(2006)
Yanagi, K. et al., Applied Physics Express, 1, 034003(2008)

原理

■密度勾配沈降平衡法

密度勾配沈降速度法 (Case5) では、長時間遠心すると全て沈降しますが、沈降平衡法は、粒子密度=勾配液密度となった時点で、沈降速度はゼロになり、平衡状態となります。

密度が均一な試料であれば、平衡に到達した時点で濃縮されたバンドが形成されることも本手法の特徴です。インフルエンザワクチンは、ショ糖水溶液を勾配液とした本手法により精製されています。



関連アプリケーション

Iodixanol水溶液を用いた
密度勾配遠心法の一例 (No.166)

小形超遠心機による
シリカ粒子の分離 (No.164)



Case 05

粗大粒子を除去し
ナノ粒子の測定精度を上げる

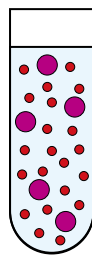
概要

レーザー回折散乱法や動的光散乱法など多くのナノ粒子測定法において、粗大粒子の混入により正しく測定できない場合があります。前処理として遠心分離することで粗大粒子を除去することができます。

分離事例

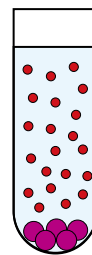
超遠心機による
粗大粒子除去の
イメージ図

遠心前

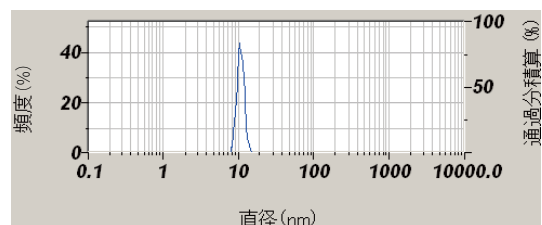
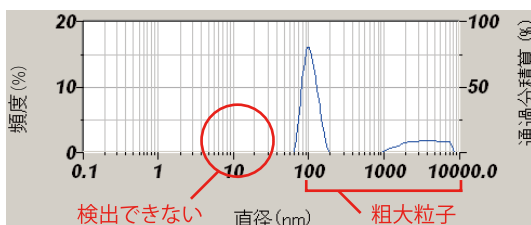


- 測定したい粒子
- 不要な粒子

遠心後



超遠心により粗大粒子を沈降させ、測定したい粒子が分散している上澄み液のみを採取し、動的光散乱式粒子径分布測定装置で測定します。



(データ提供: (株) 堀場製作所様)

前処理なしの状態では測定したい粒子 (約10nm) を検出できない状態でしたが、粗大粒子を除去することにより、検出できるようになりました。

原理

■ Rayleigh散乱の粒径依存性

$$\text{散乱係数 } K \propto \frac{d^6}{\lambda^4}$$

d 粒子径
λ 波長

上のように、測定したい粒子が10nm、粗大粒子が100nmとすると、粗大粒子のほうが1,000,000倍 (10の6乗倍) 検出されやすいという性質があります。仮に粗大粒子が個数的に少ないとしても、感度的に粗大粒子側が優位になってしまうため、ナノ粒子の測定ができなくなってしまうケースは少なくありません。
遠心分離により粗大粒子を除去することで、ナノ粒子の測定を改善することができます。

関連アプリケーション

超遠心分離法による前処理技術と
粒子径分布測定 (No.156)



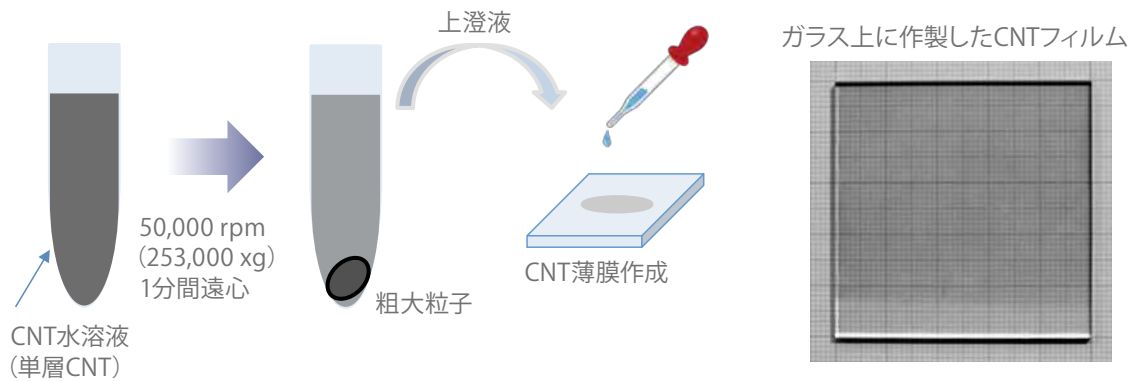
Case 06

CNTフィルム作成における
遠心分離前処理

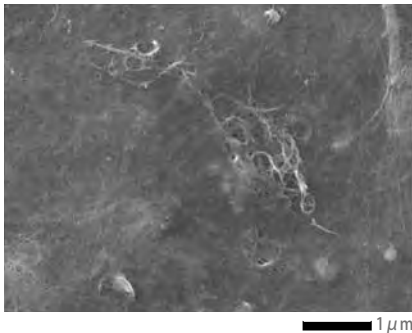
概要

凝集体が形成されてしまうことで均一性が低下し、性能に影響を与えるケースがあります。CNTフィルム作製における凝集体除去の効果を確認しました。

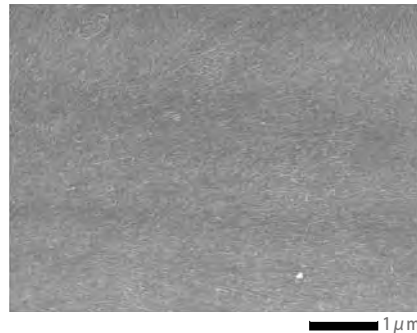
分離事例



遠心処理せずに作製したCNT薄膜のSEM像



遠心分離処理をして作製したCNT薄膜のSEM像



原理

■粗大粒子除去

粒子径が大きいほど早く沈降する、という原理に基づいた分画遠心法を利用しています。

実験上のコツとしては、遠心分離し過ぎないことが重要です。必要以上に沈降させてしまうと、凝集体だけでなく分散試料までが沈降し、濃度が必要以上に下がり、作業効率に影響することがあります。

関連アプリケーション

超遠心法による前処理技術と
粒子径分布測定 (No.156)

小形超遠心機による
金ナノ粒子の分離 (No.165)



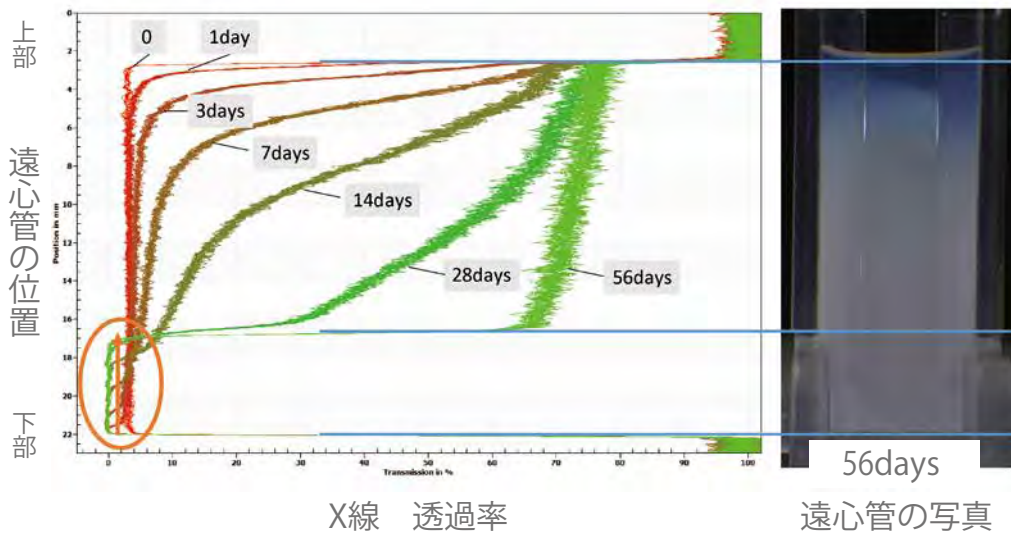
Case 07

遠心法を用いた加速試験で
分散安定性を評価する

概要

分散安定性の評価は、食品・化粧品など多くの分野で品質管理の点から必要とされています。長期間静置・観察する方法もありますが、遠心法により自然沈降を加速させ、より短時間に評価を行うことができます。

分離事例



(写真・データ提供:LUM Japan (株) 様)

目視では評価困難な濃厚試料の場合、X線透過率により分散安定性を評価することができます。自然沈降だと長期間必要となりますが、遠心法を用いることで加速試験を行うことが可能です。

(例) 自然沈降 (1xg) で56日分の遠心効果 = 遠心沈降 (2,000 xg) で約40分間の遠心効果

原理

■ストークスの式

$$v = \frac{D^2(\rho_p - \rho_f)g}{18}$$

v 沈降速度
D 粒子径
 ρ 粒子・溶媒の密度
g 重力(遠心)加速度

沈降速度vは重力加速度(遠心加速度)に比例しますので、遠心加速度に応じて沈降速度が加速されます。

(例えば遠心加速度1,000xgなら自然沈降の1,000倍速く沈降します)
分散安定性が浮上・沈降により決まるようなケースでは、上の式に従って試験を加速させることができます。(粒子の拡散・凝集・合一が支配的となる場合は上の計算から逸脱するため注意が必要です。)

分散安定性評価装置

遠心法で前処理した遠心管を
LUMiReader X-Rayで評価しました。



(輸入総代理・販売元:LUM Japan (株))

Case 08

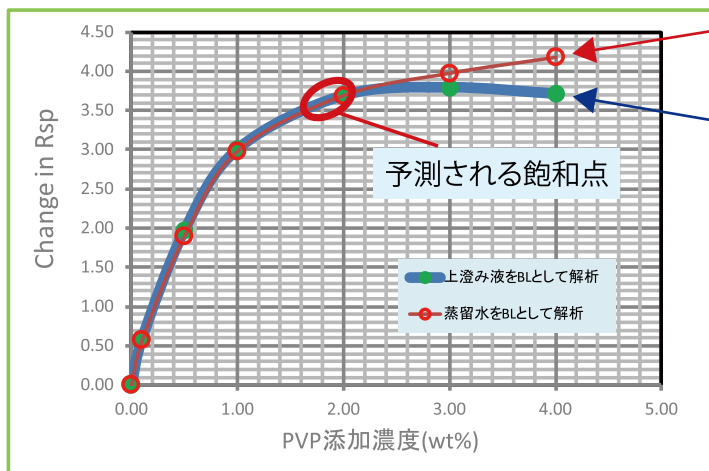
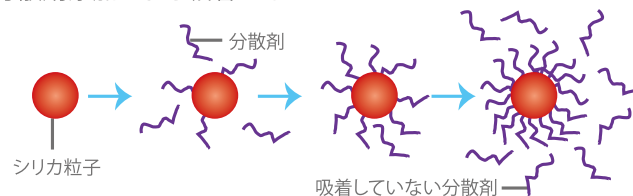
分散剤（ポリマー）の最適濃度の検討

概要

分散安定性向上のために分散剤（ポリマー等）が使われますが、最適な添加量の検討は一般的に難しいです。パルスNMRを使う方法では、遠心分離機を組み合わせることで飽和点の予測精度を向上させることができます。

分離事例

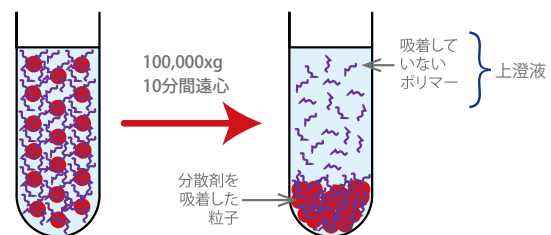
分散剤添加による吸着のイメージ



(データ提供: 三洋貿易 (株) 様)

溶媒をブランク液として測定した場合
→ 飽和点がわかりにくい

遠心分離し、上澄液をブランク液とした場合
→ 飽和点を予測しやすい



原理

■パルスNMR法による分散性評価

粒子表面に束縛されている液体分子と、自由に動ける液体分子では液体分子の運動性が大きく異なります。パルスNMRによる分散性評価ではプロトン (^1H) の T_2 緩和時間をモニターし、ブランク液と比較することで粒子の分散性に関する知見が得られます。

一般的にはブランク液として溶媒を使用しますが、上のように飽和点を求めることが目的である場合には、上澄液を用いる方が良いケースがあります。

粒子界面特性評価装置

Mageleka社 MagnoMeterで
シリカ粒子へのPVP吸着を評価しました。



(輸入総代理・販売元: マジェリカ・ジャパン (株))

【参考】 Catherine L. Cooper, et.al. Soft Matter 9(30),7211-7228, 2013

Case 09

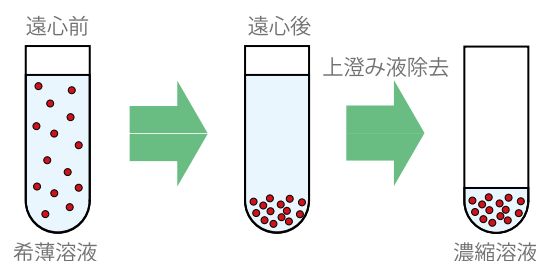
遠心法による希薄溶液の濃縮

概要

レーザー回折散乱式粒度分布計は、適切な光量を得られるようなサンプル濃度に調整して測定を行う必要があります。遠心法を用いることで簡単に濃縮を行うことができます。

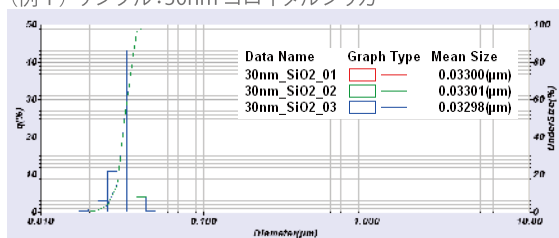
分離事例

濃縮イメージ図



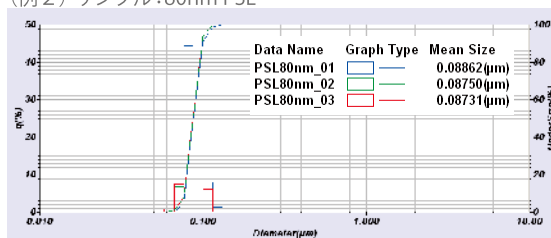
遠心濃縮による測定例

(例1) サンプル: 30nm コロイダルシリカ



遠心濃縮後の粒子径分布結果

(例2) サンプル: 80nm PSL



遠心濃縮後の粒子径分布結果

いずれも、原液 (0.25wt%) を約2倍濃縮することにより、感度良く測定できるようになりました。

(データ提供: (株) 堀場製作所様)

原理

■遠心法を用いた濃縮

原理的には分画遠心法 (Case1) と同じですが、以下の2点に注意する必要があります。

- ・遠心し過ぎないこと
サンプルが沈殿し、遠心力による圧密を受けてしまうと固い凝集体を形成してしまうことがあります。
- ・粒子径分布が大きい場合
大きい粒子ほど沈降しやすいため、粒径分布に影響を与えてしまう場合があります。

関連アプリケーション

希薄溶液の遠心濃縮処理による
粒子径測定 (No.155)



Case 10

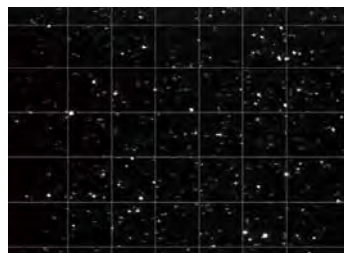
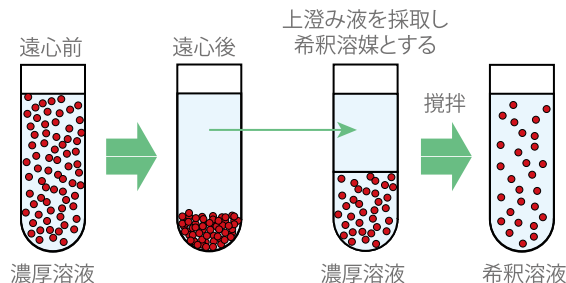
遠心法によるCNT水溶液の希釈

概要

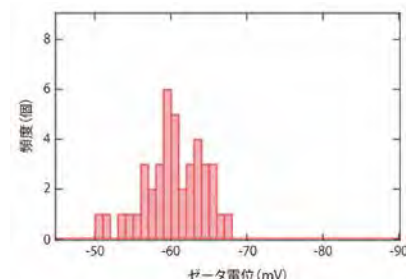
画像解析式ゼータ電位測定装置では、粒子1つ1つを観察するために試料を希釈する必要があります。その際、遠心法で上澄液を作製し、上澄液で希釈することで、ゼータ電位を正しく測定することができます。

分離事例

希釈イメージ図



CNT溶液のゼータ電位測定画面



各CNT粒子のゼータ電位解析結果

(写真・データ提供: 三洋貿易(株)様)

ゼータ電位は-50~-70mVであり、安定な分散状態を維持していることがわかります。
(一般的に、-15mV~-+15mV付近だと不安定(凝集を作りやすい)と言われています)

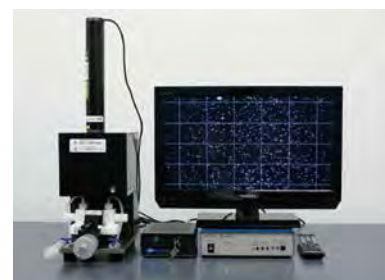
原理

■ゼータ電位

溶液中の微粒子表面(イオン固定層外側のすべり面)の電位をゼータ電位と言います。ゼータ電位を測定することで、微粒子の分散状態、特性について知見が得られるため、近年応用分野は拡大しています。多くの場合、試料を希釈する必要がありますが、その際には、pH、導電率などを変えずに希釈する必要があります。純溶媒を入れて希釈すると、粒子周りの環境(特に電気的な環境)が変わり、ひどい場合には溶剤ショックと言われる凝集状態変化が起こることがあります。理想的な条件で希釈し、正しいゼータ電位測定を行う方法の1つとして、遠心法により得られる上澄液で希釈することをお勧めしています。

ゼータ電位測定装置

顕微鏡電気泳動方式ゼータ電位測定装置
model502を用いてCNT分散液を測定しました。



(製造・販売元: 三洋貿易(株))

Case 11

開発/生産用遠心機のラインナップ

遠心加速度

研究用遠心機

 + 
小形超遠心機 CS150FNX
+S140AT ローター
Max. RCF: 1,050,000×g
ローター容量: 2.0mL×10 本

 + 
超遠心機 CP100NX
+P100AT2 ローター
Max. RCF: 803,000×g
ローター容量: 6.5mL×8 本

 + 
小形超遠心機 CS100FNX
+S50A ローター
Max. RCF: 210,000×g
ローター容量: 30mL×6 本

 + 
高速冷却遠心機 CR22N
+R22A4 ローター
Max. RCF: 55,200×g
ローター容量: 2.0mL×30 本

 + 
微量高速遠心機 CF18RS
+T15A41/42 ローター
Max. RCF: 22,260×g
ローター容量: 50mL×4 本

 + 
微量高速遠心機 CF18RS
+T15A39 ローター
Max. RCF: 21,500×g
ローター容量: 2.0mL×24 本

 + 
微量高速遠心機 CF18R
+T6AP31 ローター
Max. RCF: 4,770×g
ローター容量: 50mL×8 本

 +  +  + 
微量高速遠心機 CF18R
+T5SS31 ローター
多本架冷却遠心機 CF5RE
+T5SS2 ローター
Max. RCF: 4,170×g
ローター容量: 250mL×4 本

 + 
多本架冷却遠心機 CF5RE
+T4SS6 ローター
Max. RCF: 3,150×g
ローター容量: 750mL×4 本

 +  + 
多本架冷却遠心機 CF5RE+T3S6 ローター
Max. RCF: 2,140×g
ローター容量: 500mL×4 本

 + 
超遠心機 CP80NX
+P32CT ローター (連続式)
Max. RCF: 102,000×g
ローター容量: 430mL

 + 
超遠心機 CP80NX
+P21A2 ローター
Max. RCF: 71,000×g
ローター容量: 230mL×6 本

 + 
高速冷却遠心機 CR22N
+R18C ローター (連続式)
Max. RCF: 34,960×g
ローター容量: 1L

 + 
高速冷却遠心機 CR22N
+R9A2 ローター
Max. RCF: 15,100×g
ローター容量: 1.5L×4 本

 + 
大容量冷却遠心機 CR7N
+R7A ローター
Max. RCF: 11,100×g
ローター容量: 1L×6 本

 + 
大容量冷却遠心機 CR7N
+R5S2 ローター
Max. RCF: 5,150×g
ローター容量: 1L×6 本

連続超遠心機


生産用連続超遠心機
CC40M
Max. RCF: 118,000×g
ローター容量: 7.7L (実容量)

円筒型遠心機

 AT-6 形
Max. RCF: 13,200×g
ローター容量: 6L
エス・シー・テクノ社製

 BS-10 形
Max. RCF: 20,000×g
ローター容量: 10L
タナベウィルテック (株) 製
※全自動排型

バスケット型遠心機


CS-20 形
Max. RCF: 1,415×g
ローター容量: 25L
タナベウィルテック (株) 製

※写真はイメージです。また、最大処理量と遠心加速度の範囲もおおよそのイメージです。

※ローター容量は、特に断りがない限り

生産用遠心機

形 式	特 長
生産用連続 超遠心機	Max.118,000×gにより従来機種で遠心力不足であきらめていた分離が可能。最大流量が少ない。
円筒型 シャープレス	Max.20,000×gで高速分離可能。低価格な沈降回収手動モデルの他、沈降自動排出モデルもあり。
ディスク型	ディスクを多層に配置し分離面積を稼ぐ分離手法。比較的流量を多く処理できるが遠心力が小さいのが難点。沈降自動排出モデルあり。
デカンタ型	大量処理に適したモデル。スクリュコンベアによる沈降自動排出が可能。高濃度試料の生産に適しているが遠心力が小さい。
バスケット型	洗濯機の脱水槽イメージ。低速だが汎用性が高い。

ディスク型遠心機

※ディスク型遠心機は沈降面積で分離性能が変化します。



Culturefuge 100 形
Max. RCF : 12,440×g
沈降面積 : 11,500m²
アルファ・ラバル(株)製



Culturefuge 400 形
Max. RCF : 7,400×g
沈降面積 : 180,200m²
アルファ・ラバル(株)製

スクリュデカンタ型遠心機

Z1L 形
Max : 4,600×G
処理量 : 1～2m³/hr
タナベウィルテック(株)製



Z5LL 形
Max : 3,100×G
処理量 : 30～45m³/hr
タナベウィルテック(株)製



DAC-67 形
Max. RCF : 535×g
ローター容量 : 1,060L
タナベウィルテック(株)製

リ呼称容量を示します。

最大処理量

Case 12

生産用遠心機の構造

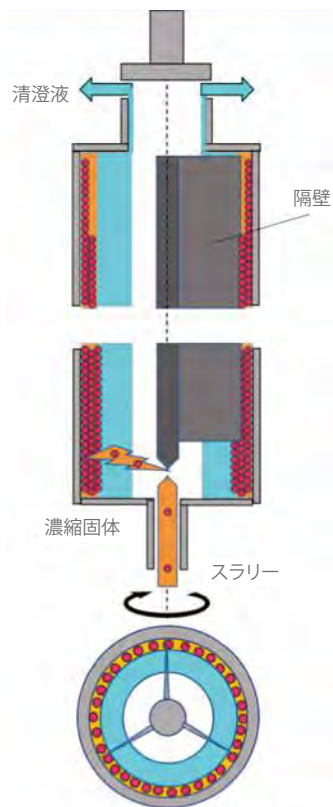
円筒型遠心分離機

連続

バッチ

密

液/液



円筒状のロータが、機体上部から本体胴内（チャンバ内）に垂直に吊下げられた構造です。スラリーはロータの下部から注入され、分離された粒子はロータ内に沈降し蓄積され、清澄液は上部排出口から排出されます。主に工業材料や食品・飲料の分離・精製に用いられており、高速回転型は、インクや電子材料用のナノ粒子にも用いられています。

遠心分離（スケールアップ）

デカンタ型遠心分離機

decanter centrifuge

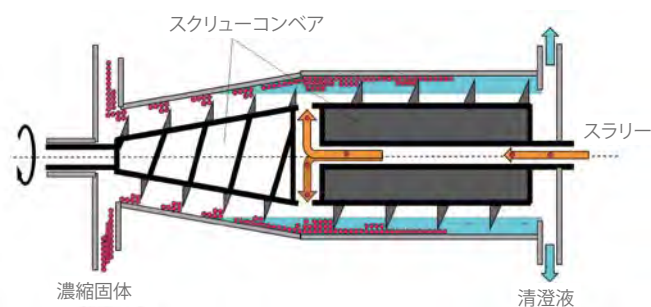
自排

連続

液/液

ロータは円筒部と円錐部から構成され、横向きに設置されています。

回転筒内部には、差速を持って回転するスクリーコンベアが設けられているのが特徴です。サンプルはスクリーコンベアの中心軸を通してロータの中ほどに供給され、分離されます。粒子はロータ内壁に沈殿し、沈殿物はスクリーコンベアで円錐部側に搬送され、掻き上げられて脱水され、連続的に排出されます。清澄液は後方の排出口から排出されます。回転速度は生産用遠心分離機の中では低速ですが、汚泥の様に比較的高濃度で、沈降分離しやすいスラリーを連続的に大量に処理するのに向いています。



分離板型(ディスク型)遠心分離機 disk separator

減

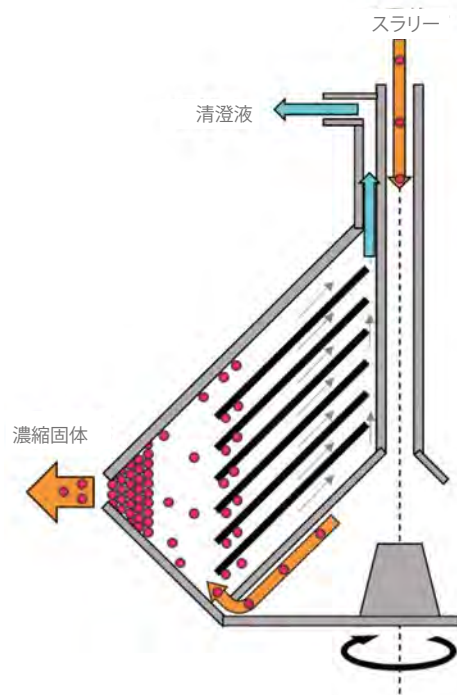
密

自排

連続

液/液

ロータ内部には、下に向けた傘型のディスクを非常に狭い間隙で数十枚から数百枚積み重ねた構造です。注入されたサンプルは、ディスクの間隙を外周側から回転中心に向かって流れ、比重の大きな粒子は遠心力により、まずディスクの裏面に沈降し、次にディスクの裏面に沿って外側に分離されボウル内壁に蓄積されます。濃縮された粒子は回転中に排出するため連続運転が出来ます。清澄液は遠心力の弱い中心に向かって流れ、上部排出口から排出されます。主に工業材料や食品・飲料・医薬品の分離・精製に用いられており、大量のサンプルを連続的に処理するのに向いています。



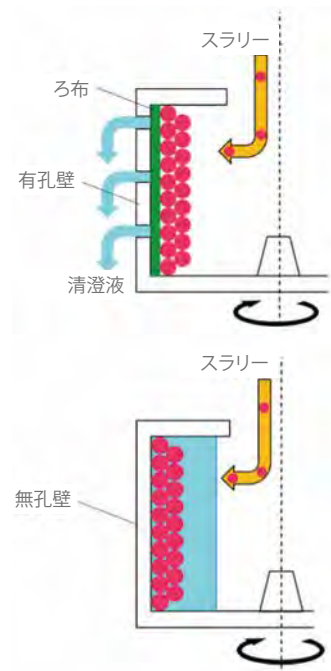
遠心分離(スケールアップ)

バスケット型遠心分離機

バッチ

バスケット型遠心機は分離方式の違いから、遠心沈降機と遠心ろ過機に分けられます。ロータはどちらも広い開口のバスケット状で、ちょうど胴鍋の様な形状です。

遠心ろ過機のロータ内部には多数の穴(洗濯機の洗濯槽の様な構造)が開いており、有孔壁型と呼ばれます。サンプルは回転中に上部の開口部から注入され、ロータ内壁に設置されたろ材(ろ布や金網等)を通過した液体と、ろ材に残った個体(ケーキ)に分離します。遠心沈降機はロータには穴が空いていないため、無孔壁型と呼ばれ区別されます。回転中に注入されたサンプルは、ロータが満たされると一旦注入を止めて、分離に必要な時間遠心分離します。遠心分離が完了すると清澄液は、回転中に上部開口部からスキミング装置を用いて汲み出します。蓄積された沈殿物は、回転停止後にロータ壁から剥離し回収します。生産用遠心機の中では最も低速であるが、ロータ容量を大きくすることで、処理量を増やすことが可能です。



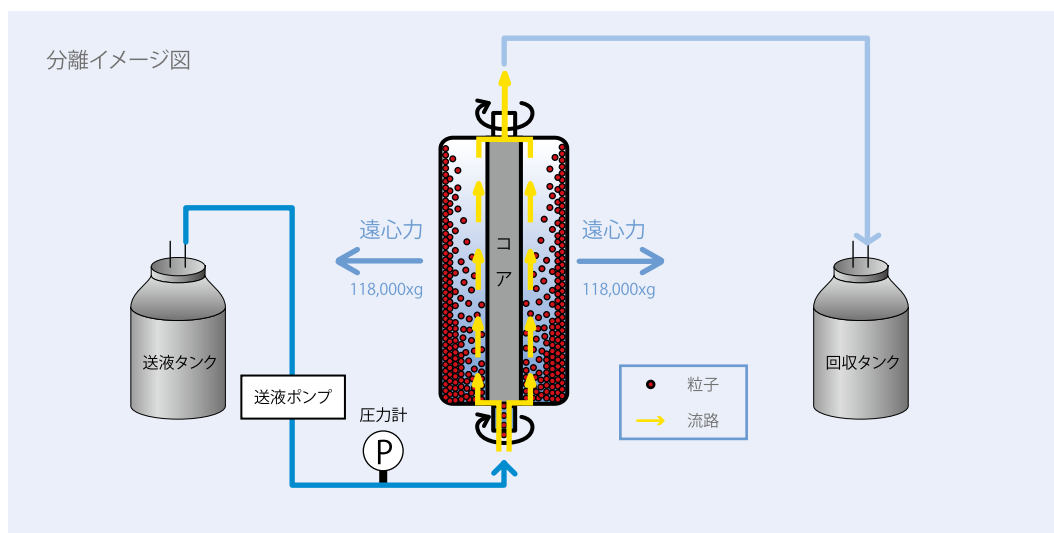
Case 13

生産用連続遠心機へのスケールアップ

概要

開発した新材料の製品化を検討するには、量産に向けた方法・工程を検討する必要があります。円筒型遠心機は、研究用遠心機からの移行検討がしやすい量産向き遠心分離機です。

移行事例



遠心分離を行いながら、回転体に試料を供給することにより、飛躍的に作業効率を上げることが可能となります。

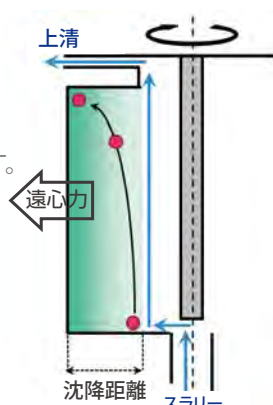
原理

■連続式遠心機

連続式遠心機では、遠心時間ではなく、遠心加速度と流量で遠心効果が決まります。

流量が遅いほど、試料が遠心効果を受ける時間が長くなるため、遠心効果は高くなります。

逆に、流量が速いほど遠心効果は下がります。



関連アプリケーション

Case4で紹介した密度勾配沈降平衡法を円筒型遠心機で行うことも可能です。インフルエンザウィルスは、連続遠心機を使った密度勾配沈降平衡法を用いて精製されています。

最適な遠心機を選択
(量産化への分離条件の移行)

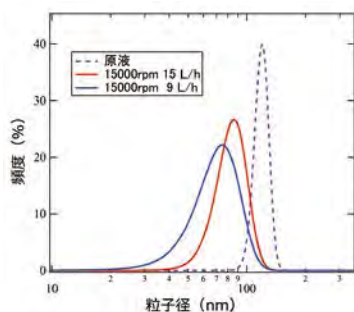


事例1 沈降しやすい粒子の場合（例 サブミクロン粒子、金属粒子）

ラボ用遠心機で5,000～10,000rpmでの沈降挙動を確認することにより、生産用連続遠心機（例えばAT-8形）で同等の分離結果が得られるような条件を算出することができます。



高速冷却遠心機 CR22N+R18Aロータ
Max.RCF:42,200xg
ローター呼称容量:50mL×8本



AT-8 形
Max. RCF: 20,000xg
ローター呼称容量: 8L
エス・シー・テクノ社製

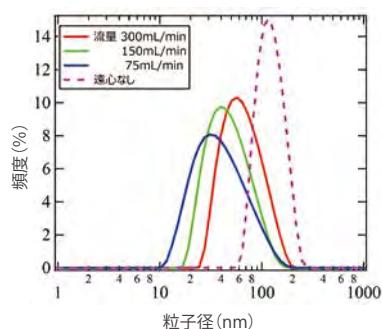
AT-8形遠心機で、ラボ用遠心機と同等の分離結果を連続的に得ることができました。

事例2 沈降しにくい粒子の場合（例 ナノ粒子、カーボン粒子）

ラボ用超遠心機で20,000～50,000rpmでの沈降挙動を確認することにより、生産用連続超遠心機（例えばCC40M形）で同等の分離結果が得られるような条件を算出することができます。



超遠心機 CP80NX+P21A2ロータ
Max. RCF: 71,000xg
ローター呼称容量:230mL×6本



生産用連続超遠心機 CC40M
Max. RCF: 118,000xg
ローター容量: 7.7L (実容量)

CC40M形超遠心機で、ラボ用超遠心機と同等の分離結果を連続的に得ることができました。

特長

上の結果を見てもわかるように、量産レベルで粗大粒子除去や分級に使用でき、回転数・流量を変えることでカット径を調整することができる点が強みです。

Case 14 ナノ粒子スラリーのろ過・濃縮

概要

目詰まりやケーキ形成によるろ過障害が発生するためにナノ粒子のろ過分離は従来困難でした。ケーキ形成を遠心力で抑制することで、シリカ粒子スラリーを約40wt%まで濃縮することができました。

分離事例



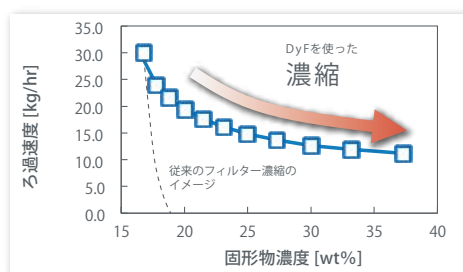
シリカ粒子スラリー
（粒子径約700nm）



ろ過/濃縮
ディスク細孔径60nm



濃縮後



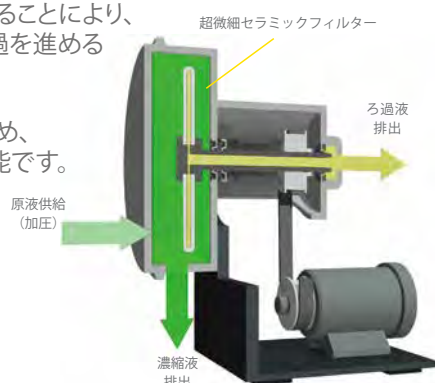
シリカ粒子スラリーをフィルターろ過することにより、攪拌しながら脱水することができました。通常のろ過だとケーキ形成によりろ過速度低下、あるいは停止してしまいますが、ケーキ形成を遠心力により抑制することで、約40wt%まで連続的に濃縮することができました。

原理

■ダイナミック・クロスフローろ過

セラミックフィルターが回転することにより、ケーキ形成を抑制しながらろ過を進めることが可能です。

細孔径は最小で5nmであるため、微小粒子スラリーにも適用可能です。



関連アプリケーション

シリカ粒子スラリーのろ過・濃縮は、三菱ダイナフィルタ (DyF152/S) で行いました。



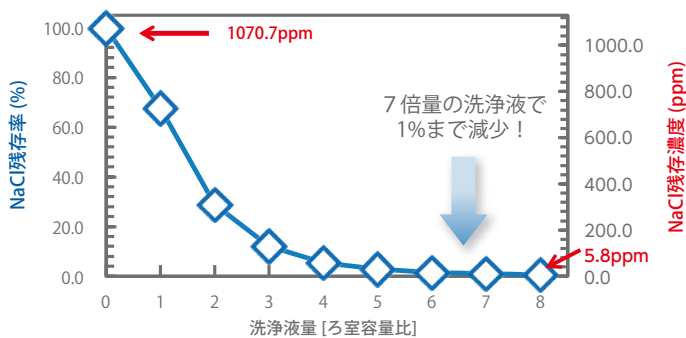
（製造元：三菱化工機（株））
（総代理店：エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ（株））

Case 15 ナノ粒子スラリーの粒子洗浄・溶媒置換

概要

遠心分離やフィルターろ過を用いて粒子洗浄・溶媒置換を行う方法がありますが、乾燥凝集を避けたい・再分散できないなどの理由で困難なケースがあります。
回転式セラミックフィルターを利用することで粒子洗浄・溶媒置換を行いました。

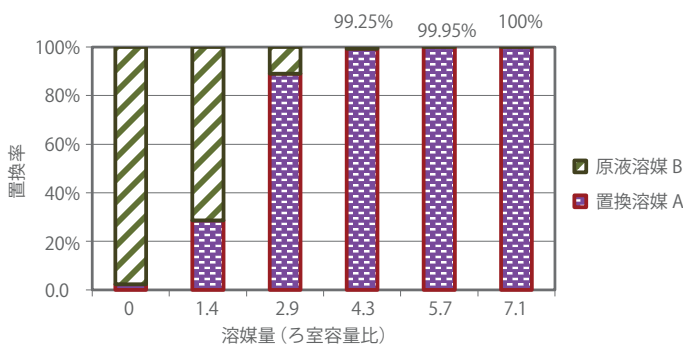
処理事例



NaClを含むアルミナスラリーを洗浄し、電気伝導度よりスラリー中のNaCl残存率を求めました。

スラリー量に対し約7倍で、残存率を1%まで減少できました。

ろ過分離（活用事例）



スラリー中の溶媒を溶媒Bから溶媒Aに置換することができました。

約5倍量の溶媒A投入により、99%以上の置換率を得ることができました。

ろ材（セラミックフィルター）

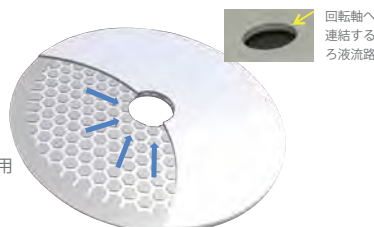
▶ 特長：最小細孔径5nmセラミックフィルターにより、
ナノ粒子のろ過/濃縮が可能

DyFセラミック膜の細孔径と材質

平均細孔径	5nm	7nm	30nm	60nm	200nm	500nm
材質	TiO ₂	MgAl ₂ O ₄	ZrO ₂	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃

ディスク構造

ろ過（流路）面積を確保しつつ
高い回転数・逆洗圧に耐えられる
強度を維持できるハニカム構造を採用



関連アプリケーション

回転式セラミックフィルターの活用事例



Case 16

ナノ粒子スラリーの製造プロセスを
1台でまとめる

概要

ナノ粒子向けろ過装置である三菱ダイナフィルタを用い、取扱いが難しい各種プロセスを複合的に組み立てました。ろ過（濃縮）→不純物洗浄→溶媒置換の各工程を1台でまとめることが可能です。

処理事例

ろ室内 サンプル変化

【ろ室内】原液サンプル



水分散シリカ 3wt%
青色染料 NaCl 3wt%

濃縮

【ろ室内】サンプル



水分散シリカ 20wt%
青色染料 NaCl 3wt%

洗浄

【ろ室内】サンプル



水分散シリカ 20wt%
~~青色染料~~ ~~NaCl 3wt%~~

置換

サンプル



エタノール分散シリカ
20wt%

ろ過（粒子の濃縮）

シリカスラリーの分散性を維持しながら、連続的に原液スラリーを供給し、ろ室内にシリカ粒子だけを濃縮していく



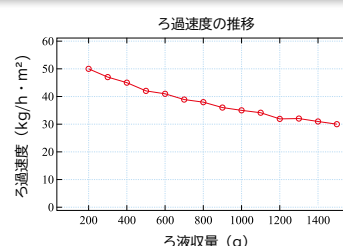
3wt%

11.25mPa・s



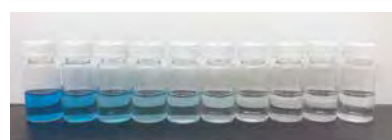
20wt%

3417.2mPa・s

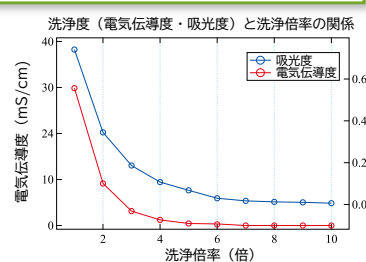


洗浄（染料の洗いとNaClの脱塩）

濃縮されたシリカスラリーをろ室に保持した状態で、イオン交換水を連続的に供給し、青色染料とNaClをろ液側に排出していく



ろ液経時変化

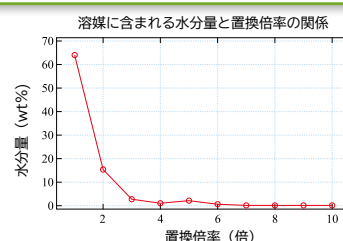


溶媒置換（分散を維持したままEtOHへ置換）

洗浄されたシリカスラリーをろ室に保持した状態で、エタノールを連続的にろ室内に供給し、シリカの分散状態を維持したまま溶媒が変更でき、後工程が「乾燥」の場合等にも有効です。



ろ室内の最終生成物



(データ協力:三菱化工機(株)様)

Case 17 ろ過装置の構造

回転式クロスフローろ過装置

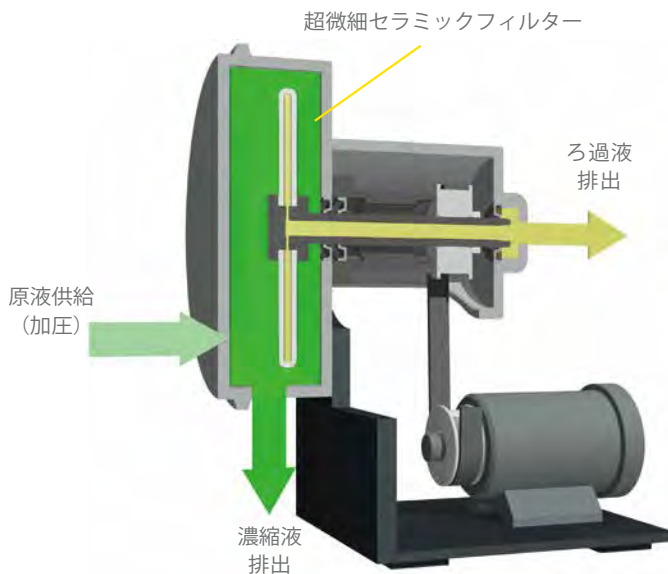
密

バッチ

循環

セラミック製のろ材（セラミックフィルター）がろ過室中で回転することにより、スラリー中の粒子によるろ材目詰まりを抑え、ろ過速度を安定させることが出来る装置です。遠心分離とは違い、分散状態を維持しながら、濃縮や洗浄、溶媒置換が実施出来ます。高濃度に濃縮させた状態で洗浄や溶媒置換を実施することで廃液が少なく出来るのもメリットの一つになります。セラミックフィルターの孔径は最小で5nmから選択ができ、ハンドリングがしにくいナノ粒子スラリーの製造工程を組む際に非常に有用です。シミュレータが可能な研究開発レベルの少量機械から、大容量処理可能な生産機までラインナップは豊富に揃っております。

回転式クロスフローろ過装置動画



ろ過分離（スケールアップ）

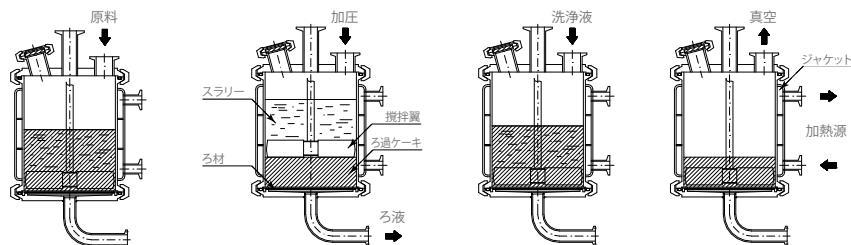
多機能型ろ過乾燥機

減

密

循環

バッチ



1. 給液

2. 加压ろ過

3. 混合・洗浄

4. ろ過・乾燥

給液弁を開いて原料を規定量給液する。

加压ガスを注入し、ろ過ケーキ表面にひび割れが生じてきたら、攪拌翼でスムージングする。

洗浄液を注入し、攪拌翼を回転させ混合・洗浄する。

加压ろ過にて洗浄液をろ過した後、ジャケットに熱媒を通し、缶内を真空にする。攪拌翼を回転しながら乾燥する。

密閉した容器内で、スラリー原料をろ過（加压or吸引）・混合/洗浄・乾燥工程と自由に設定することができます。研究用途や少量生産にも最適な小型機から大量生産用の大型機まで最適な工程でのスケールアップが可能な装置です。各工程において、攪拌翼が優れた能力を発揮します。ろ過時のスムージングや混合/洗浄・乾燥時のケーキ全体を効率良く流動させることで短い時間で効果を実現します。GMP要求に対応したサニタリー仕様です。接液部材質は、ステンレスやハステロイ材等対応しており、主に医薬品や機能性材料等に用いられており、研究～生産まで対応が可能です。

多機能型ろ過乾燥機動画



プロにお任せください。お悩み中の「分離課題」。

You choose which ONE!!

Centrifuge rpm? xg? Filtration Pore size?

★Ag particles 45wt% D10=7nm D50=50nm

Launch : 2024year!!!

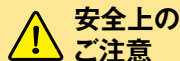
Viscosity: 14mPa·s (RT)
Solvent: water

Free Surfactant = 20,000Da

Solvent replacement Acetone!!

Particle residue X Cleaning Removal

check : Dispersibility ✓
Design ✓
Marketability ✓
Productivity ✓



安全上の ご注意

- 正しく安全にご使用いただくため、製品のご使用前に「取扱説明書」をよくお読みください。
- 取扱説明書および製品に表示の「⚠危険」、「⚠警告」、「⚠注意」などの項目に従って正しく安全にお使いください。
- 有害物質、放射性物質、病原性物質あるいは感染性が否定できない血液等の試料を分離する場合には、必要な安全対策を講じた上で行ってください。

●引火性あるいは爆発性のある試料や活発に反応する物質は使用しないでください。弊社の遠心機は防爆構造ではありません。また、そのような物質を装置の近くで取り扱ったり置いたりしないでください。

●ロータに付属している「耐薬品性一覧表」をご覧ください。ロータ（バケットを含む）の材質に対して使用不可となっている試料は使用しないでください。ロータ（バケットを含む）の腐食の原因となる場合があります。

●使用する試料に関してご不明な点は、最寄りの営業所にご確認ください。

遠心機【製造・販売・保守】

エッペンドルフ・ハイマック・テクノロジーズ株式会社

本社工場 〒312-8502 茨城県ひたちなか市武田1060

東京セールスオフィス

東京都千代田区東神田二丁目5番12号 龍角散ビル3F
TEL 03-5829-3612

中部セールスオフィス

愛知県名古屋市中村区名駅2-28-9 名駅プライトビル4F
TEL 052-433-3081

北海道セールスオフィス

北海道札幌市北区北二十三条西6-2-2
TEL 011-299-8109

関西セールスオフィス

大阪府大阪市東淀川区東中島1-19-4 ルーシッドスクエア新大阪12F
TEL 06-6795-9200

九州セールスオフィス

福岡県福岡市博多区堅粕4-1-37 博多三弘ビル1F
TEL 092-482-8109

himac お客様相談センター
0120-024125
受付時間 9:00~12:00 / 13:00~17:00 (土・日・祝日・弊社休業日除く)
<https://www.himac-science.jp>



〈特記事項〉

- このカタログに掲載した製品は、外観または仕様の一部を変更することがあります。
- この資料に記載された技術を適用することによって生じるいかなる損害に対し、弊社は責任を負うものではありません。
- 印刷の都合上、実際の色と異なる場合があります。
- 安全のために使用環境、使用条件、据付条件が制限される場合があります。
- このカタログに記載している二次元バーコードから閲覧できるアプリケーションや動画は、その性格上、発行当時のままの情報を掲載しており、旧社名・旧商標の表記および古い機種名、現在は入手不可能な製品や利用できない情報が含まれている場合があることを予めご了承ください。

EHTD-M001A | 2022.12