

17B-10

亜りん酸ニッケル沈殿の粒度制御

上村工業(株)中研、(株)ファインクレイ* ○松井富士夫、古野伸夫*

キーワード [無電解めっき、再生、亜りん酸ニッケル、粒度]

1. はじめに

我々は先に硫酸ニッケルを使用して、亜りん酸イオンを除去する無電解ニッケルめっきの再生システムを提案した¹⁾。このシステムの実用化に際して沈殿の除去効率を高めるために亜りん酸ニッケルの分離条件を明らかにする必要があり、亜りん酸ニッケルの析出から粒子成長過程に着目して沈殿の粒度を制御する諸因子について検討した。

老化液の亜りん酸イオン濃度が高ければ高いほど一度の処理で除去できる亜りん酸塩の量は多いので、できる限り高濃度溶液に適応する装置を検討した。しかし、亜りん酸イオン濃度が 1.5 M を超える老化液に硫酸ニッケルを混合しただけでゲル状となる場合があった。そこで旋回流を底部に発生できる反応槽と遠心沈降分離装置とを組み合わせさせたシステム²⁾を使って実験したところ 2 M 程度までゲル化しなくなった。しかし、混合方法によっては分離が困難であり、また回収した亜りん酸ニッケルの沈殿(ケーキ)の取り扱いやすさに差を生じたため、安定した処理方法について検討した。

2. 実験方法

2.1 沈殿粒度の評価

微量 (1 mL) な懸濁液の沈降性を判別する方法として遊星型沈降分級システム³⁾を用いた。このシステムは内径 0.5 mm、長さ 3 m のポリエチレンチューブを幅 10 mm、長さ 220 mm のコイル状の棒とした器具と、それを垂直に保持し、かつ遊星運動させる装置から成っている。試料をチューブに封入し、一定の速度 (ここでは公転 1600, 自転 16 rpm) で回転することによって、ストークス直径が 3 μm に相当する粒子はコイルの上段へ移行するが、それ以下の粒子は封入された位置で滞留する仕掛けとなっている。

2.2 試料と検討要因

1.5 M 硫酸ニッケル (以下 A 液) 及び pH = 9 に調整しためっき老化液 (1.0 M 亜りん酸イオン含有; 以下 B 液) を使用した。ガラス反応容器 (50 mL) を用いて、生成した懸濁液 (スラリー) に対する A と B の混合順序、混合割合 (mL/mL)、滴下時間、追加攪拌時間、反応温度、及び大気との関係 (容器ふたの有無) についての影響を調べた。

3. 結果

遊星型分級システムの試験結果を表 1 に示した。実験した全ての条件で沈殿は発生したが、その沈殿が移動した条件を○で、移動が認められなかった条件を×で示した。この表から移動しやすい沈殿を得るには A に B を滴下し、大気に十分触れるように攪拌する条件が必要であり、反応温度及び混合割合も沈降状況に影響することがわかった。この結果に

基づいて遠心沈降分離装置を稼動したところ取り扱いやすいケーキが得られ、清澄な液を再現性良く得ることができた。

表1 遊星型沈降分級システムによる沈殿の評価結果
○：沈殿の移動あり ×：沈殿の移動なし

混合 順序	滴下 時間 (分)	追加攪 拌時間 (分)	大気 との 関係	反応温度			
				室温 (20~25℃)		40℃	
				A (mL)/B (mL) 比			
				20/23	22/23	20/23	22/23
Aに Bを 滴下	10	10	開放	○	○	○	○
		10	ふた有	○	○	○	○
		なし	開放	×	×	○	○
		なし	ふた有	×	×	×	○
	1分 以内	10	開放	×	×	×	×
		10	ふた有	×	×	×	×
		なし	開放	×	×	×	×
		なし	ふた有	×	×	×	×
Bに Aを 滴下	10	10	開放	×	×	×	×
		10	ふた有	×	×	×	×
		なし	開放	×	×	×	×
		なし	ふた有	×	×	×	×
	1分 以内	10	開放	×	×	×	×
		10	ふた有	×	×	×	×
		なし	開放	×	×	×	×
		なし	ふた有	×	×	×	×

4.検討

ここで使用した遠心型沈降分離装置は処理液供給量 Q (m^3/h) 及び回転半径 r (m) の容器の回転数 n (rpm) を制御することによって分級できるものとなっている。その関係は次式で表される²⁾。

$$D^2 = k^2 \cdot r^{-3} \cdot n^{-2} \cdot Q \quad [1]$$

ここに、 D は沈降分離する沈殿の粒度 (ストークス直径: μm)、 k は次元を持つ定数 (ここでは $338 \mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1/2}$) である。今回は $r = 0.05 \text{ m}$ の小型機を使用して $200 \text{ g}/10 \text{ min}$ 程度の割合で亜りん酸ニッケルのケーキを得たが、数 10 kg/h 以上の能力の同型装置が湖沼の泥漿から有価物を回収する目的に使用されている。

$D = 3 \mu\text{m}$ に設定して得た亜りん酸ニッケルの沈殿は”液切れ”が良好で取り扱いやすく、遠心機の回転数をあげて D が小さくなった沈殿は”液切れ”が不良で取り扱いにくかった。式[1]から判るように沈殿の分級粒度は回転数に対して1次、処理液供給量に対して1/2次である。

本報告書の作成にあたって日根文男先生のご指導を得た。また本研究は通商産業省の新規産業創造技術開発補助事業の一環として行った。

参考文献

- 1) 松井富士夫、清水浩一郎、柳一美、表面技術協会第97回講演大会要旨集、p.102 (1998.3.18).
- 2) 古野伸夫、粉体工学会誌、32、644 (1995).
- 3) 古野伸夫、第6回フィラーシンポジウム講演予稿集、No.13 (1998.10.23).