最近のファイン化，高機能化に対応する反応機

Recent Stirred Tank Expected to be Finer and More Functional

山部　芳*　Kaoru Yamabe
西　剛志**　Takeshi Nishi
井嶋優介***　Yusuke Ijima
南　俊充*　Toshimitsu Mimami

日本国内の医薬，ファインケミカルメーカは得意とする合成・反応技術を活かした，より付加価値の高い製品を，開発，製造する方向に向かっている。このような製品の生産において用いられる反応機にはこれまでの汎用的製品を生産する場合とは異なり，ファイン化，高機能化が要求される。本報では当社が開発してきたファイン化，高機能化対応反応機の一例を紹介する。

Japanese medicine manufacturers and fine chemical manufacturers are shifting to production of high-value-added products. Reactors used for these products are different from common products reactors in expected functions.

***Key Words*：**

攪　拌	Agitation
G　L	Glass lining
真　空　断　熱	Evacuated insulation
ファインケミカル	Fine chemical

【セールスポイント】
・バッフル付ログボーン翼による粉体，スラリー，高粘度液の攪拌
・真空断熱反応機による超低温反応機の製作
・グラスライニング機器の市場ニーズとマッチした機能向上

ま え が き

国内の医薬，ファインケミカルメーカは，より付加価値の高い製品を開発し，製造する方向に向かっている。

このような製品の生産において，撹拌槽型反応機は使用され，小型ではあるが従来以上に「高性能化，高機能化，ファイン化（クリーン化）」に対応できる反応機のニーズがある。

1.　現在の顧客ニーズ

高付加価値製品の生産において，反応機に求められる性能はさまざまであるが，近年，当社が対応した３例を紹介する。

１）撹拌機
　粉，スラリー，高粘度液撹拌を１台で対応可能な撹拌機（バッフル付ログボーン翼）

２）超低温反応機
　超低温反応機用真空断熱ジャケット，低温対応可でコンタミネーション（異物混入）の少ない軸封

３）グラスライニング反応機のさまざまな機能向上

以下の章でこれらについて詳細を説明する。

2. 高性能化・高機能化

2.1 撹拌機

重合度，温度等によって粘度が大きく変化するようなポリマーの重合機では，「低粘度～高粘度まで」カバーできるオールマイティな翼が市場から求められてきた。

当社ではフルゾーン翼，バッフル付ログボーン翼等のオリジナル撹拌翼を開発することで対応してきたが，近年ではさらに液体領域を超え，固体の原料から少量の溶媒による溶解もしくは融解，低濃度スラリー撹拌，さらに高粘度液領域での均一混合が要求されるケースがある。

このような「粉体の溶解から高粘度液，高粘度液から低粘度液」までの要求に１台の反応機で応えるため，バッフル付ログボーン翼での対応を検討した。

バッフル付ログボーンは，**図１**のような形状をしており，上部フレームを無くすことでバッフルを挿入し，低粘度時の撹拌と，高粘度時の軸回りの混合不良部解消および非ニュートン性のある高濃度スラリーの撹拌に効果を発揮する。

この特長を活かして，前述の「粉体～高粘度液～低粘度液」の混合撹拌で，バッフル付ログボーンは以下のような性能を発揮した。

１）反応初期（粉→スラリー）

開始時は少量の溶媒中に粉体を逐次投入し，低濃度スラリーの状態から撹拌を開始した。ここでは，低濃度スラリー撹拌性能，また，少液量から撹拌を始めるため，ボトムリボン形状の少液量撹拌性能の特長が活かされた。

２）反応中期（低濃度スラリー→高濃度スラリー→溶解）

スラリー濃度が高くなると，一部で溶媒を含んだ粉体が，局所的に餅状の固体になるが，この混合にはバッフル付ログボーンの高い異粘度混合性能，せん断作用が活かされた。

３）反応末期（重合）

反応が進むと全体が溶解液→高粘度液となる。この領域では，ログボーン翼／バッフル付ログボーン翼の高粘度液撹拌性能が発揮され，バッフルの効果も合わさって，「混練」に近い状態まで良好な混合性能を発揮した。

４）バッチ反応終了後

バッチ反応終了後の洗浄では，低粘度の溶剤を使用して高回転で洗浄するケースもある。このときも，バッフル効果によって上下流が形成されるため，低粘度液混合性能を発揮した。

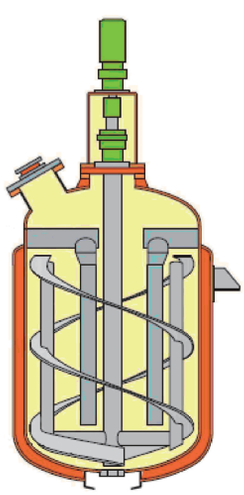


図１　バッフル付ログボーン概略図

以上，多岐にわたる撹拌状況で高い能力を有する撹拌翼が求められる場合には，バッフル付ログボーンが最適であることを確認できた。また，液体の枠を超えて，「粉体」の混合にまで適用することで，バッフル付ログボーンの可能性をさらに広げることに成功した。現在，この特長を活かし，同様の用途で，特殊ナイロン，ポリ乳酸などの重合機，溶解槽に適用されている。

2.2 超低温反応機

反応機の伝熱性能が生産性および品質に大きく影響をおよぼすことは周知の事実であり，伝熱性能の向上にさまざまな工夫がなされてきた。

しかし近年，反応速度が下がっても，副反応が抑制される低温での反応が要求されるケースも増えてきた。とくに，よりファイン化が求められる医薬，ファインケミカル分野の高付加価値製品を生産するケースに低温反応へのニーズが高まっている。中には－196 ℃の液体窒素を用いた冷却で，－100 ℃の超低温での反応を行うケースもある。

－100 ℃の超低温プロセスは，通常の伝熱だけでなく，周囲からの断熱も徹底しなければ実現しない。これは，通常の断熱材では困難な領域であるため，「真空断熱」により，より効率の良い断熱を行うことが不可欠となる。

また，極低温反応機の軸封では，そのファイン化の用途から，－100 ℃という超低温に耐えるだけでなく，摺動材の摩耗粉によるコンタミネーションの面でも厳しい条件が求められることが多い。

これらを踏まえた上で，構造，加工，材質など，さまざまな面で注意が必要となる。

当社で製作した低温用反応機の主な特長について以下に説明する。

2.2.1　構　造

「真空断熱」とは，外部との伝熱面との間に一層，真空の層を設けることで外部との断熱を行うことである。簡単に言えば魔法瓶と同じ原理を反応機に適用したものである。

つまり，極低温反応機では，図２のような二重ジャケットの構造を採用する。一番外側のジャケット（外ジャケット）を真空にして，外部との断熱を行う。

さらに，実際の運転時，ジャケット，缶内コイルには極低温の冷媒が流れる。このとき本体とジャケットの温度差で，ジャケット閉鎖部（本体との接合部）には大きな熱応力が作用する。また，缶内コイルは全長も長いため，低温の冷媒を流したときのコイルの収縮は数百 mm になることもあり，コイルの固定部には大きな熱応力が発生する。このような過酷な運転がバッチ毎に繰り返されるため，疲労強度を十分に考慮した構造設計が必要である。

2.2.2　軸　封

軸封は低温対応およびコンタミ対策から，ノンコンタクトシールを採用した。

従来，低温反応機用軸封はダブルメカニカルシールまたはドライシールを採用してきたが，ダブルメカニカルシールはシール液の混入が懸念され，また，ドライシールは超低温でシール性に問題があるため，超低温反応機ではノンコンタクトシールを採用を検討した。ノンコンタクトシールの一例を図３に示す。

ノンコンタクトシールは，シーラントも窒素ガスであり，缶内に混入しても大半は問題なく，さらに運転中，摺動面は非接触のため摩耗粉もほとんどなく，ファイン化が求められる超低温反応機にとって，現在もっとも適している軸封である。

3.　グラスライニング機器のさまざまな機能向上

近年プラントの生産性，クリーン化，使いやすさへの要求が高まってきており，グラスライニング製機器においても，グラス性能の向上や，反応機の操作性，クロスコンタミ防止のための洗浄性，など改善を求める声が聞こえてくるようになった。

当社はこれらのニーズに応えるため，さまざまな新商品を開発してきた。

3.1　ツインスター

GL 製反応機の撹拌翼としてはオーバル型３枚後退翼やアンカー翼の他に，当社が開発したフルゾーン翼などがある。

このうちオーバル型３枚後退翼は，低粘度液撹拌で使用されており，GL 施工の容易さ，低コストなどを理由に GL 製撹拌翼全体の約60 %以上を占めてきた。

この低粘度撹拌翼においても顧客ニーズは多様かつ高度化し，従来のオーバル型３枚後退翼ではこれらのニーズを満足することが困難となってきた。主なニーズは下記である。

１）少液量から称呼容量まで撹拌ができること。

２）３枚後退翼よりも優れた撹拌性能を有すること。

３）洗浄性，サニタリー性が良いこと。

当社では，上記のニーズを満足する新型撹拌翼として GL 製「ツインスター」翼を開発した。

3.1.1　ツインスターの形状

ツインスターの形状を図４に示す。ツインスターは二枚板翼であり，翼先端を一部折り曲げ後退させた非常にシンプルな形状である。また，撹拌翼下面を撹拌槽底面（鏡部内面）に沿う形状としており，

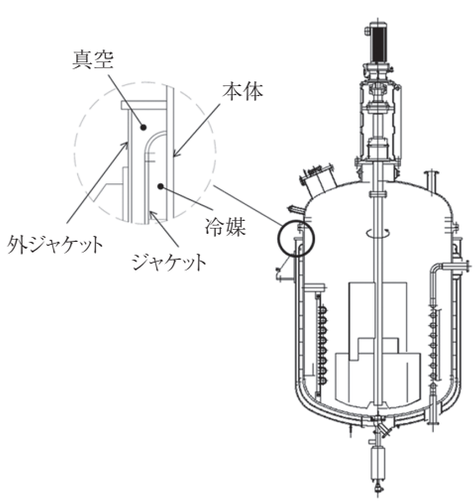


図２　真空断熱二重ジャケットの構造

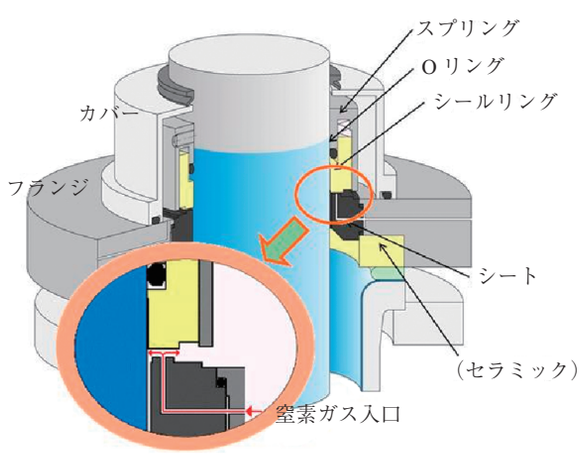


図３　ノンコンタクトシール概略図

撹拌翼位置（高さ）が従来のオーバル型３枚後退翼よりも低い位置となっている。このため，従来翼より少液量撹拌が可能である。

3.1.2　ツインスターの特長

以下にツインスターの特長を示す。

1）**図５**に示すように，ツインスター翼ではオーバルファウドラー翼では混合不可能な，撹拌槽呼称容量の３％程度の液量から混合可能である。

2）オーバル型３枚後退翼の1.4～２倍の混合性能を有する。（同一の混合時間とすれば，1/2以下の動力となり，省エネ化が可能）

　また，オーバル型３枚後退翼の50～80％の動力で粒子の均一浮遊および液滴の分散が可能である。

3）シンプルな形状であり，洗浄性が良好である。

　また，センターマンホールからの挿入が可能であるため，よりサニタリー性の高い密閉型の撹拌槽への取り付けが可能である。

　なお，オーバル型３枚後退翼との互換性があり，既存の撹拌翼の改造にも対応できる。

ツインスターは優れた撹拌性能と少液量対応からオーバル型３枚後退翼に替わる汎用撹拌翼として多数の納入実績を有している。

3.2　ファーマグラス「**PPG**」

GMP 仕様が要求される医薬産業用機器に対しては，従来とは異なった GL 機器の特性が要求されている。とくに洗浄性の向上や，機器のアルカリ洗浄のための酸アルカリ交互使用時の耐食性向上など，医薬のみならず，電子材料，ファインケミカル分野においても新しい性能を持つグラスが必要となってきている。

当社においても，GL 機器の用途が，大型機器を必要とする従来の石油化学，樹脂工業などから，中小型機器が中心の医薬，ファインケミカル分野へと移り変わっている現状を踏まえ，PWG 社（独）との技術提携により2003年10月より日本国内で PPG の販売を開始した。

3.2.1　PPG の特長

1）明るく見やすいライトブルーカラー

これまで，グラスライニングのグラスの色は濃紺色が標準色で，ユーザの要求により白色も製作してきた。標準色の濃紺色の場合，缶内が暗く，覗き窓から缶内が観察しづらく，また，白色の場合は，内容物が白色であることの多い医薬品などで容器洗浄後のグラス面への付着が確認しづらいという欠点がみられた。PPG のライトブルーカラーについては次のような点が考慮されている。

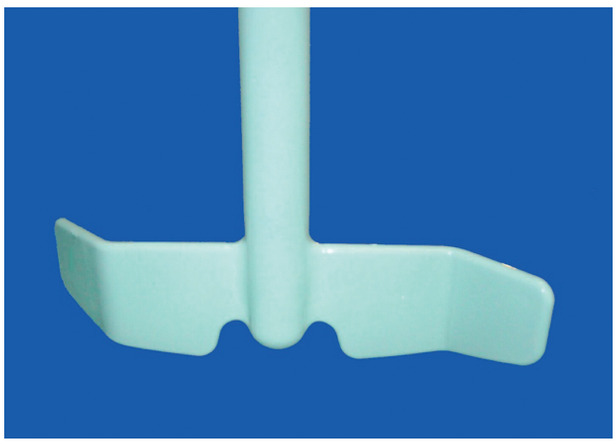
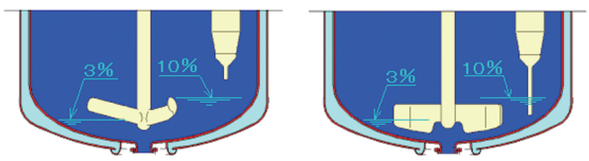


図４　ツインスターの形状



オーバル型３枚後退翼　　ツインスター

図５　少液量撹拌の比較

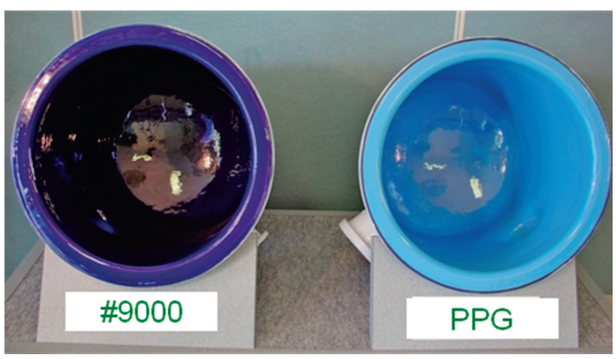


図６　従来標準グラス＃9000（左）と PPG（右）

a）欧州でのユーザ調査の結果，ライトブルーカラーと同系色の製品が見られなかったこと。

b）淡色の製品のグラス面への付着でもコントラストがよく，付着状況がはっきりわかること。

c）従来の暗い缶内と比較して格段に缶内が明るく缶内の視認性が改善されること。

その結果，洗浄後のグラス壁面への付着物の有無の認識が確実におこなえるようになった。PPG グラスと従来のグラス #9000のグラス色の対比を**図６**に示す。

2）洗浄性の向上

PPG はグラスの軟化流動性を向上させることにより，従来のグラス表面より滑らかなグラス表面を実現している。従来のグラスと比較して PPG にはミクロなレベルでの微小なうねり，へこみが少ない。

これにより，付着物の減少が期待でき，付着物の洗浄プロセスにおけるダウンタイムが期待できる。

現在では医薬用途以外でも採用されるケースが増加しており，納入後の顧客評価も高い。

3.3　ECOGL II

GL 製反応機におけるグラス層は絶縁物であるため，電気抵抗率の高い有機溶媒や粉粒体などの内容物を撹拌した場合，撹拌や沈降等の摩擦によって静電気が発生し，大きな帯電が生じる。帯電が一定以上になると沿面放電が発生し，グラス層が破壊する静電気障害が報告されている。静電気に起因する放電は GL 機器の損傷を引き起こすだけにとどまらず，放電によって内容物が爆発する危険性があり，安全上の大きな問題である。

当社では，グラスに導電性を付与した，グラスとして「ECOGL」を，また，ECOGL の色相を薄色とすることで視認性を高めた「ECOGL II」を上市した。

ここでは「ECOGL II」について，その特長を紹介する。

3.3.1　ECOGL II の耐静電気性能

ECOGL II の「帯電防止性」と「耐放電破壊性」について述べる。

帯電防止性とは，GL 製反応機内で発生した静電気を緩和する性能を意味するものであり，これを評価した結果を図７に示す。

図７より ECOGL II の15 kV，30 s 印可後の帯電圧は1 500 V 以下で，帯電圧が半減するまでの時間は2.0 s と，高い帯電防止性を有していることがわかる。

次に，耐放電破壊性についてであるが，上述のようにグラス面の帯電を防止したとしても，内容物の絶縁性が高い場合，内容物の帯電を完全に防止することは不可能である。大きな帯電が発生するような使用状況においては，内容物から静電気放電が発生して，GL 層が絶縁破壊するよう事例がある。このような，内容物から放電が発生した場合の耐放電破壊性を評価した結果を図８に示す。

図８より，標準グラスが±30 kV のインパルス電圧印可時に絶縁破壊するのに対し，ECOGL II は，±50－60 kV と高く，優れた耐放電破壊性を有していることが分かる。

このように，ECOGL II は静電気の帯電を防止する効果が大きいだけでなく，万一放電が発生した場合にも絶縁破壊しにくい優れた耐静電気性能を有している。

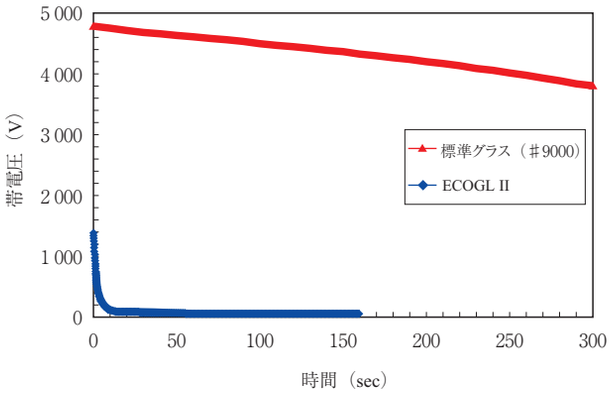


図７　ECOGL II の帯電減衰曲線

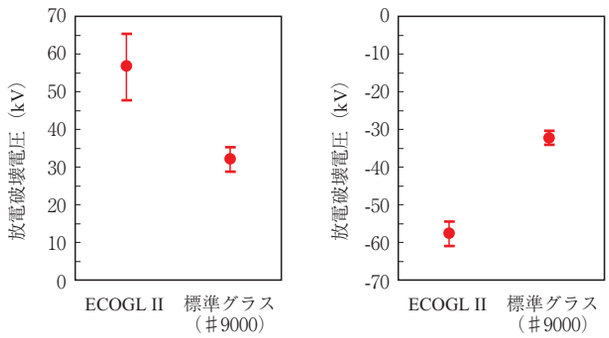


図８　各グラスの放電破壊電圧

む　す　び

めまぐるしく変化する市場のニーズをいち早くキャッチする情報力と，そのニーズに合った商品を開発する開発力に加え，実現の可能性とそれによる効果のバランスを見極める判断力が必要不可欠であるが，それぞれに共通してもっとも必要なことは，スピードである。

そのためには，既存の技術を応用し，市場のニーズに適合させることも非常に重要な手法である。

今後も新たな技術の開発だけでなく，既存の技術を応用し，市場のニーズにスピーディに応えていくよう，努力する。

[参考文献]

1）菊池雅彦ら：神鋼パンテツク技報，Vol.37，No.3（1993），p.3-6.

2）中尾末貴ら：神鋼環境ソリューション技報，Vol.1，No.1（2004），p.77-80.

3）中村隆彦ら：神鋼パンテツク技報，Vol.45，No.1（2001），p.33-38.

4）宮内啓隆ら：神鋼環境ソリューション技報，Vol.1，No.1（2004），p.66-69.

5）多田篤志ら：神鋼環境ソリューション技報，Vol.7，No.1（2010），p.9-15.

*プロセス機器事業部 技術部 装置設計室　**プロセス機器事業部 技術部 GL 設計室　***プロセス機器事業部 営業部