

高真空蒸留におけるWFE薄膜蒸留装置

WFE for High Vacuum Distillation

(化)プラント部 プラント設計課
池田 幸雄
Yukio Ikeda

Among various methods of chemical separation recently being developed, vacuum distillation is widely applied to new fields. In the fine chemical field, the requirement for a higher purity level is accelerating technological exploration in vacuum distillation aspect and also the improvement of equipment performance, which is in turn expanding the application range of vacuum separation, Shinko-Pfaunder has succeeded in manufacture of Wiped Film Evaporator (WFE) for use under higher vacuum. This paper describes the applicability of WFE in term of the mechanism of evaporation under higher vacuum.

まえがき

真空蒸留の操作は古くから行われており、果してきた役割は大きい。さまざまな分離操作が開発されるなかにあつてなお新しい分野に適用されている。最近のファインケミカル分野において、純度の向上による性能の向上や用途の拡大などに寄与しており、真空蒸留が工学的に解明されるに従つて、その用途は更に拡大している。

最近当社の Wiped Film Evaporator (以下WFE) にも取り扱い物質の物性から、高真空下において使用したいとのご希望も多く、当社内のテスト用蒸留装置を高真空下で使用できるよう改造することになった。これを機会に高真空下における蒸発の機構を考えながら、WFE適用の適合性について紹介する。

1. 分子の流れ機構と装置形状

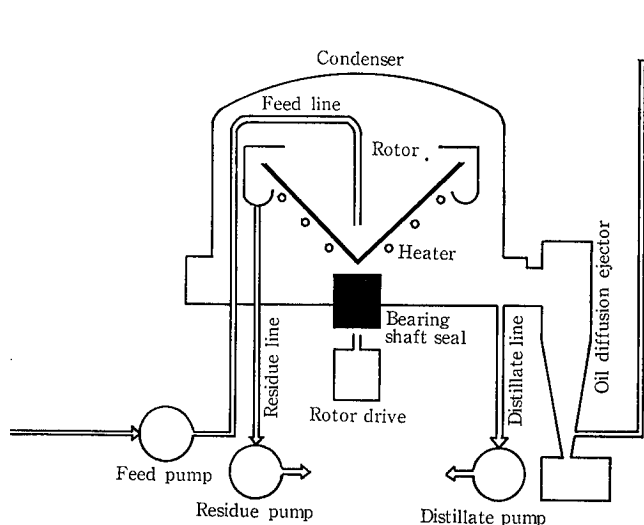
蒸発した分子の移動機構として、低真空域においては乱流または層流を示し、主として中真空域においては滑り流れ、高真空域においては分子流れになると言われている。すなわち低真空域では、蒸発分子が蒸発面から冷却面へ移行するのは圧力差によるため、その流れ機構は乱流または層流を示す。高真空域では空気分子がほとんど存在しな

いため、気相と液相のあいだに動的平衡状態が起らず、蒸発は温度勾配によって起り、蒸発分子は分子流れになるとされている。

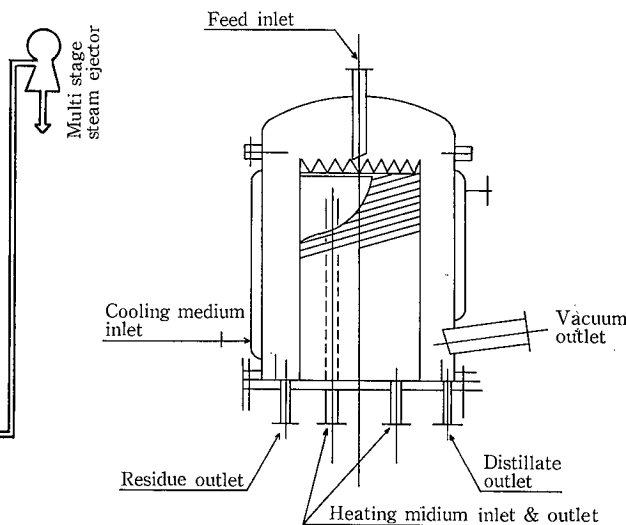
当社が一般に高真空装置と呼んでいるのは $10^{-2} \sim 10^{-4}$ Torrであるが、実験装置と異なり蒸発面と冷却面の間隔、真空系への接続間隔などから工学的な分子流れが起っているとは考えにくい点もあるが、ここではこのような流れに対して考えることにする。

高真空域においては、第1図および第2図に示す遠心式であるとか、フォーリングフィルム形式(濡れ壁式)のように蒸発面と冷却面が向い合った形式が、温度差によって生ずる分子流れに対して、好ましいものであるとされてきた。すなわち分子蒸留は蒸発面と冷却面が対置されている空間を、蒸発面で蒸発した分子が一方向的に冷却面に飛行する状態であると言われている。

この事をWFEについてあてはめて見ると、第3図高真空用に示すように冷却面としては直管を蒸発面と相対する形に配することにより、同様の機能を有していると考えられる。真空系への排気は冷却管の間隙を経て接続されるので、間隔が狭いと圧力損失が大きくなるので注意を要す



第1図 遠心式
Fig. 1 Type centrifugal thin film



第2図 フォーリングフィルム式
Fig. 2 Type falling film

。WFEには前述の問題よりも蒸発面と冷却面との間にワイパーが回転する構造となっており、またワイパーと共邪魔板が設けられる場合もあるので、このワイパー並び邪魔板が分子流れを乱し、蒸発分子の衝突が増加し、蒸分子を蒸発面に飛帰させる事が十分考えられる。

また、高真空域で蒸発させるのは熱不安定物質の場合もあるが、物質の蒸気圧が低い場合が一般的である。すなわ分子量が高いので分子は邪魔板に捕捉され、回転による心力にて飛帰されるので、これらのことから高真空域に使用する場合、邪魔板の形状並びにその有無、および回転数を物性から検討しなければならない。

蒸発面の挙動と装置形状

液相を加熱すると低真空域においては液は沸騰し蒸発を始すが、高真空域になると非沸騰状態にて蒸発が行わる。前項で述べたように蒸発面と冷却面の温度差によって分子流れとなって蒸発することになる。

これは液膜厚の持つわずかな静圧も気相圧に比較して大きな抵抗となり、高真空にさらされるのは液の表面のみとなり、加熱表面での気泡発生はなく、液表面からのみの非騰蒸発となると考えられる。従って高真空下で液膜を厚くすることは、液表面で蒸発に必要な熱を供給するため、温度勾配により加熱面での液温は高くなり、熱分解、こげ付きなどの現象を生ずる。遠心式は遠心力によって強制に液膜を薄くする形式であり、フォーリングフィルム式(濡れ壁式)は、加熱面を液が流下する事によって液膜を薄くする形式である。

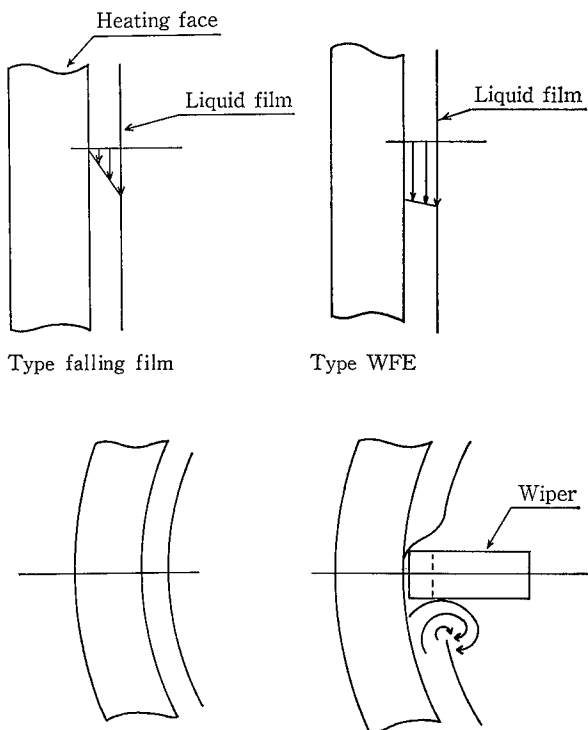
ここでWFEと比較して見ると、フォーリングフィルム式にワイパーを附加した形式と考えられ、機能面から見るワイパーの回転摺動によって加熱面に均一な液分配、すなわち均一な液膜が得られ、ワイパーの溝によって流下速度を加速するために、液膜厚みはフォーリングフィルム式より薄い液膜が得られる。なお、ワイパーによって流下液膜を攪拌する事から、先に述べた加熱面での液温度の上

昇は抑えられ熱分解、こげ付き問題に対して良い効果を与えると同時に、攪拌操作が液表面への熱の供給が促進される。

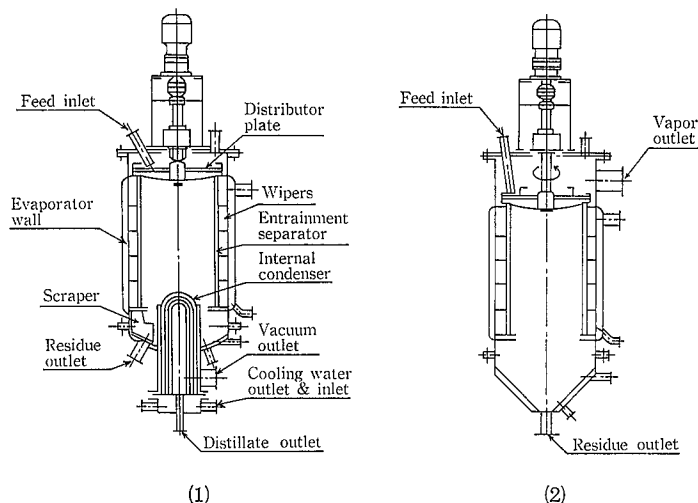
3. 粘性液と装置形状

液粘度が上昇するとフォーリングフィルム形式では液膜は厚くなり、高真空域に限らず低真空域においても取扱いが困難となる。遠心式においても液膜の均一性という面から見ると、その液は低粘度域が限度と考えられる。

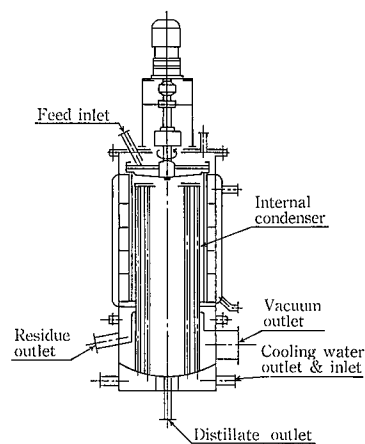
一般に高粘性液に対しては、非接触式の薄膜蒸発器が用



第4図 液膜の状態
Fig. 4 State of liquid film



第3-1図 低真空用薄膜蒸留装置
Fig. 3-1 Low vacuum wiped film evaporator



第3-2図 高真空用薄膜蒸留装置
Fig. 3-2 High vacuum wiped film evaporator (molecular still)

いられているが、液膜を薄くするために高速回転翼を持つことから、冷却面を蒸発面に対置することができないことが、高真空での使用を難しくしていると思われる。

WFEでは、これらの機能をほぼ満足していると考えられるが、高粘度域には機械的強度面と攪拌機構の面での配慮が必要である。

ここで、フォーリングフィルム式とWFE内の液の流れを考えて見ると第4図のように模擬的に説明できる。

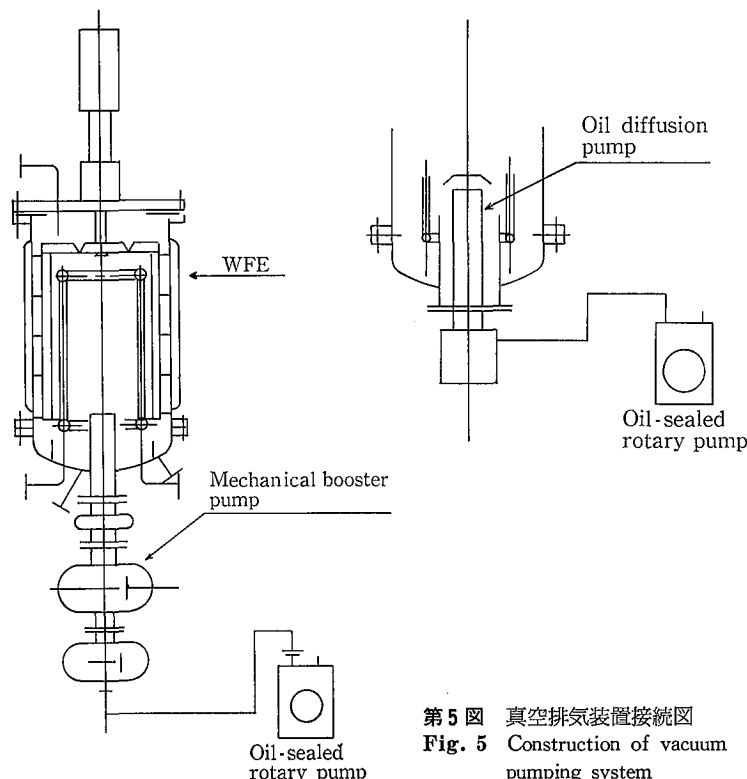
フォーリングフィルム式では加熱面上での速度は0となり沸騰も起らないため、液の更新は少ないものと考えられる。WFEではワイパーによって液の攪拌を行うと共に、ワイパーの溝によって流下速度を早くする様に設計されているので、図に見るように加熱面での液更新もフォーリングフィルム式、および遠心式に比較して早いと思われる。

このことからWFEは低粘度液から高粘度液まで十分機能を発揮するものと考えられる。

4. 高真空と装置形状

蒸発面と冷却面の物質移動については、それ以降の真空排気系の間においても、その機能を備えていなければならないが、高真空下で処理される場合、一般には十分な脱ガス、低沸点物の除去が行われているので、冷却面で凝縮されない不凝縮ガス分は少ないと考えられる。しかし蒸留中の分解ガスも含めると可塑剤では、液容積に対して250%のガス容積であるとの報告もあり、高真空下においてはかなりの排気容量の真空系を必要とすることがわかる。

従ってこの発生ガス量、洩れ空気量を圧力損失を生ずることなくスムーズに排出するためには、装置内に十分な空間と真空系へ接続管を設けるに必要なスペースが必要となる。



第5図 真空排気装置接続図
Fig. 5 Construction of vacuum pumping system

WFEの場合、第5図に示すように装置内空間および排気管接続スペースも確保できるが、冷却媒体出入口などの関係から高真空域における空気洩れ封止、メンテナンスを考えると、各機器の取付支持方法に工夫が必要である。

図に示すように高真空排気系は、WFEに直接接続または蒸発器内に設けて圧力損失を少なくし、補助真空排気系は別に設けることが、機能的またはメンテナンス上からも好ましい。

5. 高真空下における蒸発

沸騰蒸発操作では、通常液への伝熱と蒸気の除去が律速となるが、中高真空下での蒸発には液表面からの蒸発速度も考慮しなければならない。

先に述べたように高真空下での蒸留は蒸発面と冷却面との温度の勾配によって起るので、このような状況下での蒸発面からの蒸発速度は次式で示される。

$$W = 2110 f A P \sqrt{M/T}$$

ただし、W: 蒸発量 kg/h

f: 蒸発係数

A: 蒸発面積 m²

P: 飽和蒸気圧 Torr

M: 分子量

T: 温度 °K

蒸留圧力と沸点は対応しているから蒸発面への熱供給が十分行えるように液膜を薄くすれば、加熱面の温度を熱分解点ぎりぎりまで高くできることがわかる。

蒸発係数 f について Burrows は蒸発した分子の行動を検討した結果、次式で与えられるとした。

$$f = F + (1 - F)(2e^{-K} - e^{-2K})$$

$$K = d/k \cdot \lambda$$

ただし、f: 蒸発係数

F: 凝縮面積/(蒸発面積+凝縮面積)

K: 分子の平均自由行程に関係した係数

d: 蒸発面と凝縮面の距離 cm

k: 平均自由行程の補正係数

λ: 平均自由行程 cm

第1表はK, Fの値によりfがどのように変化するかを知ることができる。例えば、K=1/4(平均自由行程が間隙の距離の4倍)の時はfは1に近く、K=4(平均自由行程が間隙の距離の1/4倍)の時にはfの値が極限值下

第1表 蒸発係数 f と K, F の関係

Table 1 Distillation factor f vs. K & F

K	f		
	(F=0.5)	(F=0.7)	(F=0.8)
1/4	0.98	0.99	0.99
1/2	0.92	0.95	0.97
1	0.80	0.88	0.92
2	0.63	0.77	0.85
4	0.52	0.71	0.81