

WFE 薄膜蒸留装置の新適用分野の紹介

New Application of Wiped Film Evaporator



(化)技術部 設計第2課
三木 洋 二
Yoji Miki

Recently Wiped Film Evaporator (WFE) is widely used in many new fields such as engineering plastics, fine chemicals, pharmaceuticals etc., because of its outstanding features. To meet the increasing requirement of high purity level, it is indispensable to cope with high vacuum, high temperature and, or high viscous conditions. This paper shows some unique application of WFE.

まえがき

WFE 薄膜蒸留装置は処理液を薄膜にし、真空下でより低い温度で熱影響を及ぼさずに蒸発させる装置である。したがって、熱影響を受けやすい物質ならびに沸点の高い物質の精製、濃縮、脱色、脱臭、脱ガスなどのプロセスに幅広く使用されている。本稿では、WFE 薄膜蒸留装置の最近の適用例を中心に、構造および特長を紹介する。

1. 構造および特長

WFE 薄膜蒸留装置の構造を第1図に示す。低真空用(内部コンデンサー型、外部コンデンサー型)と高真空用があり、操作真空度 1.0 mmHg を境として両者を使い分ける。装置には外套を有する伝熱面と駆動装置によって回転する液分配盤およびロータがある。ロータにはワイパーが保持されており、ワイパーの保持方法には第2図および第3図に示すようにA型とB型の2種類がある。A型とB型の使い分けは処理液性状により決定される。

ワイパーは、このロータの回転による遠心力またはスプリング圧で押しつけられ、蒸発面を摺動する。したがってワイパーは、液分配盤から出た処理液を蒸発面に押しひろげると共に、均一な液膜を形成し、さらに液表面を常に更新する作用を行う。

通常はA型ワイパーを使用するが、高粘度液(10 000 cp以上)やA型ワイパーの作動が阻害される付着性処理液の場合にはB型ワイパーを採用する。また、スラリーを含む処理液の場合にも本体胴やワイパーの摩耗を防止するため、B型ワイパーを採用しワイパーの面圧を下げて使用する。

またワイパーに加工した溝は、ワイパー前面での液の飛散を防ぐと共に処理液を押し下げる作用も行う。

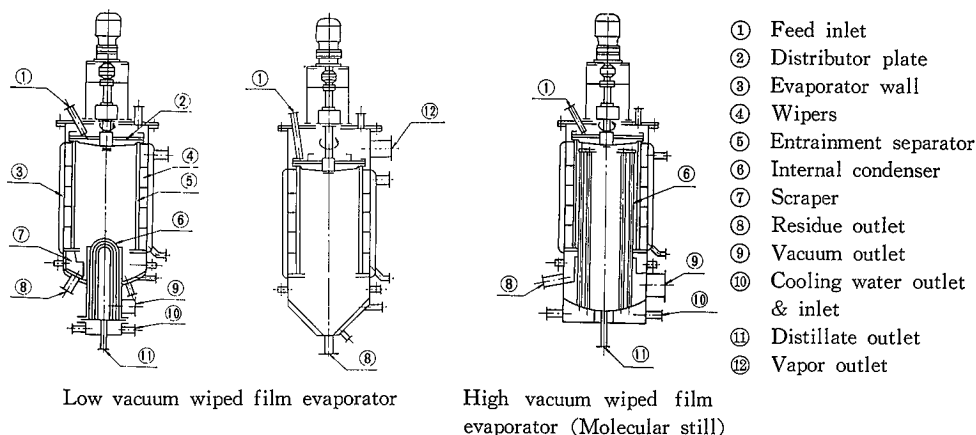
第4図に示すように、ロータには飛沫同伴防止用に種々の構造のミストセパレータが取り付けられる場合がある。ミストセパレータを用いない場合に比べて、凝縮する留出量が幾分減少することがあるが、真空蒸発に際しての飛沫同伴をこれで防ぐことができる。ただ、脱ガス前処理を十分に行えば飛沫同伴は起きず、ミストセパレータは不要となる。

2. 用途

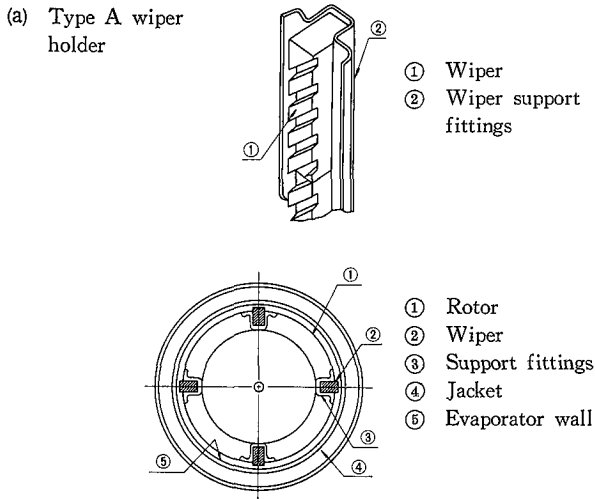
WFE 薄膜蒸留装置は処理液を薄膜にし、真空下で物質に熱影響を及ぼさないような低温で、かつ短い滞留時間内で蒸発させる装置である。本項ではWFE 薄膜蒸留装置の特長を生かした最近の用途について紹介する。

まず第一の用途は熱影響を受けやすい物質への適用である。一般に熱影響を促進する要因は温度、濃度、加熱時間であり、特に温度とその加熱時間である。WFE 薄膜蒸留装置の平均滞留時間は非常に短い、処理液流量が少なくなったり、粘度が非常に高くなると、相対的には滞留時間が長くなる。したがって、留出率が高く、しかも残留液の粘度が高くなる場合は、熱影響を受け易くなる。そこでこのような場合は2パス処理を行い、単位浸辺長当たりの残留液流量が極端に少なくなることが望ましい。一般的に、留出率 90 % 以上の場合は2パス処理の例が多い。

第二の用途は他の蒸発器では蒸発困難な高粘度処理液に

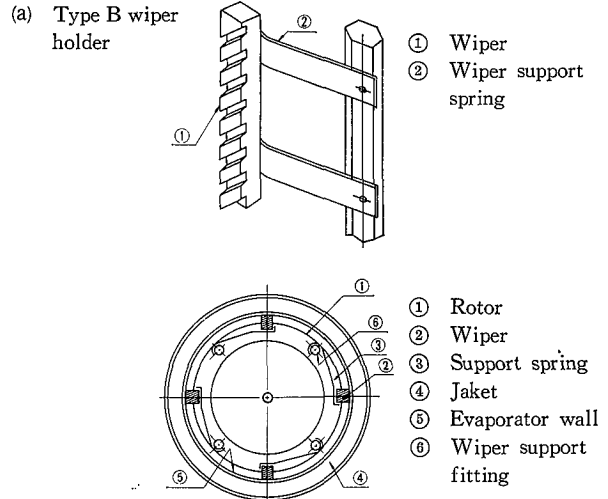


第1図 WFE 薄膜蒸留装置
Fig. 1 Schematics of wiped film evaporator



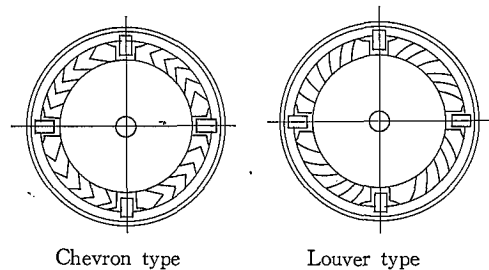
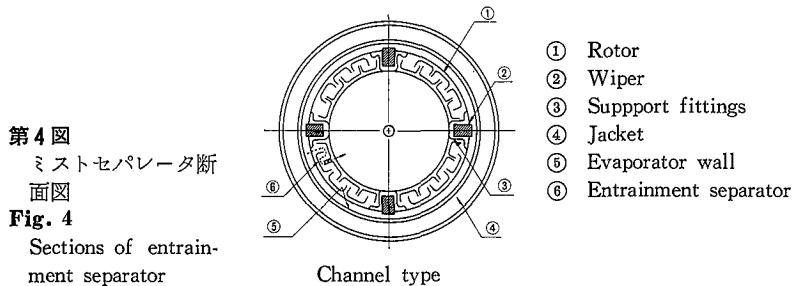
(b) Section of type A wiper holder
Positive wiper contact is assured by centrifugal force provided by rotor

第2図 A型ワイパー
Fig. 2 Type A wiper



(b) Section of type B wiper holder Since wiper is fixed by spring, positive wiper contact is assured by spring pressure

第3図 B型ワイパー
Fig. 3 Type B wiper



対する適用である。WFE薄膜蒸留装置は処理液が高粘度液であっても、ワイパーの掻取り効果により表面更新が促進される。実際、高粘度液の処理の場合は非ニュートン流体であることが多く、WFE薄膜蒸留装置内でワイパーによる剪断力が作用しているとき、実際の粘度がどの程度か判らないのが実情である。むしろWFE薄膜蒸留装置での処理可否の決め手は、残留液の排出の可否による。すなわち、操作温度における残留液の流動性により、適用可否の判定が行われる。

第三の用途は、高純度精製への適用である。第一および第二の用途の適用例の特殊なケースと考えられるが、残留液あるいは留出液中の不純物量を数 100 ppm 以下まで精製するような例である。

残留液の高純度精製の場合、残留液中の溶剂量が減少するにつれて操作圧力下での沸点が上昇する。したがって、残留液溶剂量と残留液温度の関係が既知の場合、残留液温度をコントロールすることにより、残留液を所定の溶剂量以下に達成できる。操作条件は処理液に熱影響を与えないという前提条件のもとに決定される。WFE薄膜蒸留装置の底部および残留液ラインにおいて、蒸発した蒸気が凝縮しないような配慮が必要である。具体的には、残留液ラインにUシールを設けるとともに、WFE薄膜蒸留装置の底部および残留液ラインを十分保温し、所定の残留液溶剂量

以下に達成できる残留液温度に保持することである。

留出液の高純度精製の場合、高真空操作（分子蒸留）が多く用いられ、留出液の純度については留出率により決定される場合が多い。

WFE薄膜蒸留装置の操作は回分式単蒸留とは異なり、連続式単蒸留（フラッシュ蒸発あるいは平衡蒸留という）に相当するため、物性によっては精留塔との組み合わせが必要である。

第四の用途は、写真1に示すようなグラスチール製WFE薄膜蒸留装置を用いた高腐蝕性、嫌金属イオンおよび高付着性物質への適用である。接液部および接ガス部はすべてグラスチールと PTFE で構成されているため、耐蝕性以外にも、金属イオンによる汚染などの心配もまったくない。また、本体胴部のグラス面は非常に滑らかで、蒸発面のスケール抵抗が問題になる場合にはグラス面の非付着性が非常に効果的である。

3. 具体的適用例

次にWFE薄膜蒸留装置の具体的な適用例について紹介する。

3.1 熱影響を受けやすい物質への適用

1) アクリル酸およびアクリル酸エステルの精製

アクリル酸およびアクリル酸エステルの場合は第5図に示すように蒸留塔のリボイラとして使用される。WFE薄

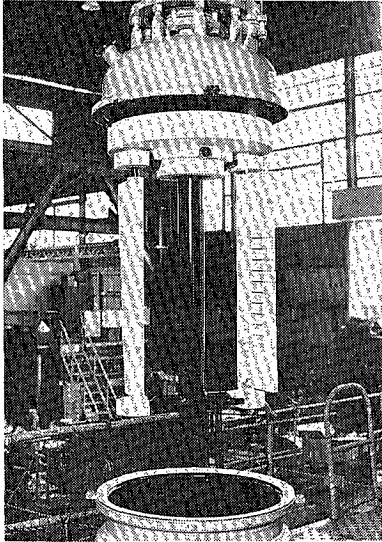


写真 1
GL製WFE薄膜蒸留装置
Photo. 1
Glasteel wiped film evaporater

膜蒸留装置内での平均滞留時間が非常に短いため、熱影響による高沸点物の発生は少なく、高収率で操作が行われている。また、アクリル酸およびアクリル酸エステルのような付着性の高い処理液において、ワイパーの掻き取り効果が蒸発面への付着による蒸発能力の低下を防止する。付着性の処理液に対してB型ワイパーを採用し、メカニカルシール部での重合体付着防止のためにガスパージ方式を採用した。

実績は加熱面積 5 m² から 30 m² まで数多くあるが、蒸発能力としては総括伝熱係数として 600 ~ 800 kcal/m²・hr・°C 程度である。

2) イソシアネート系樹脂の精製

イソシアネート系樹脂の中モノマー濃度を0.5%以下(適用分野によっては数10 ppm以下)に濃縮する。そのフローシートを第6図に示す。原料中のモノマー濃度は60~70%含むため2パス処理を行う。1パス目の操作条件は真空度 1 Torr, 外套温度 175 °C (スチーム) とし、2パス目は真空度 0.1 Torr, 外套温度175 °C (スチーム) にて操作した。

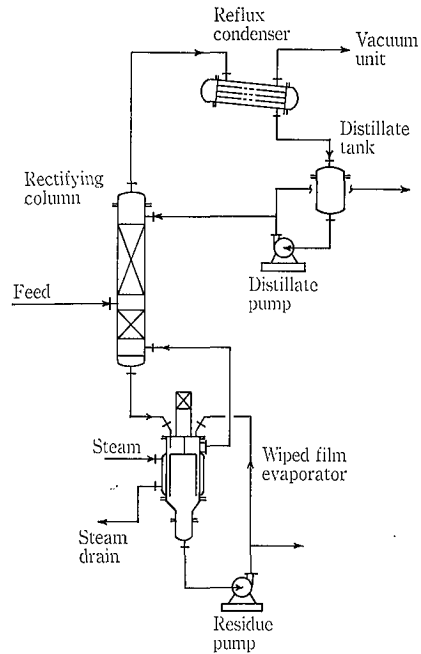
1パス後の樹脂中のモノマー濃度は残留液温度によりコントロールし、約5%まで低下させる。1パス目における原料中のモノマー濃度が高いため、フラッシュタンクを設置し原料供給口でのフラッシングを防止した。

1パス目のWFE薄膜蒸留装置は高真空型としA型ワイパーを使用した。また、蒸発器内部での飛沫同伴を防止するためにロータにはミストセパレータを取り付けた。2パス目も高真空型としB型ワイパーを使用した。

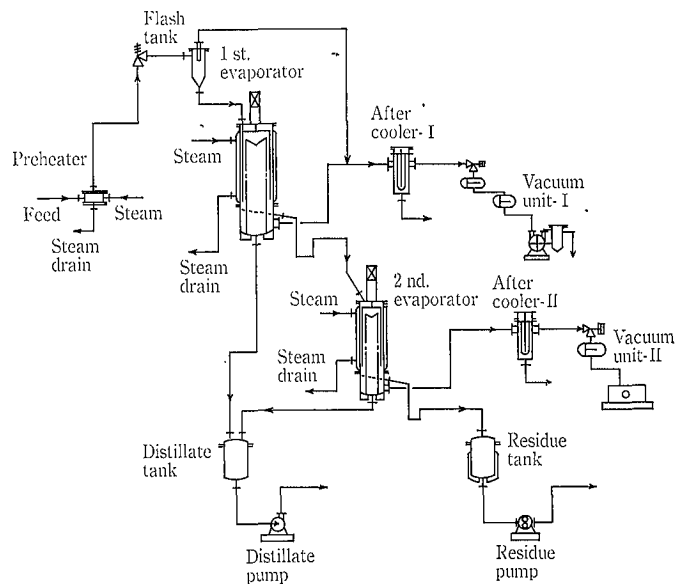
WFE薄膜蒸留装置の処理能力は1パス目の原料供給量として、90~100 kg/m²・hr, 2パス目の原料供給量として、40~50 kg/m²・hr 程度である。

3) アルコール廃液の濃縮

約70%水分のアルコール廃液をペースト状の50%以下までに濃縮する。操作条件として真空度 150 Torr, 外套温度120°C (スチーム) とした。

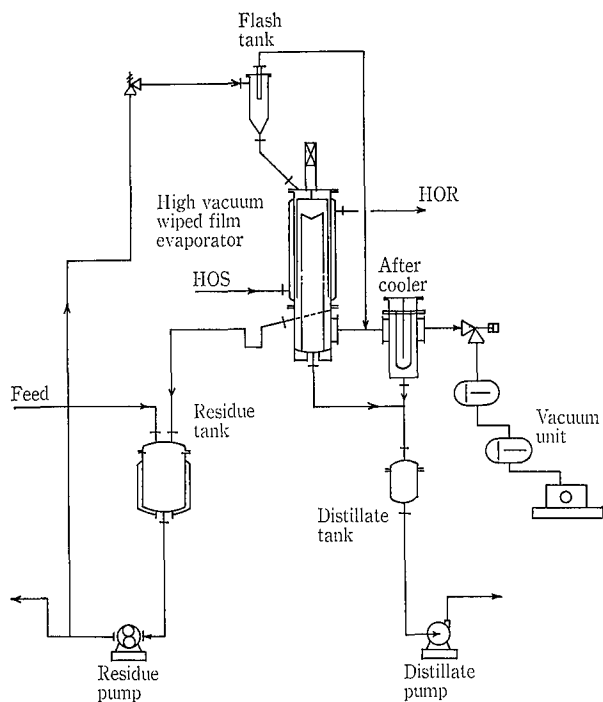


第5図 アクリル酸蒸留装置のフローシート
Fig. 5 Flow sheet for rectification of acrylic acid



第6図 イソシアネート樹脂精製のフローシート
Fig. 6 Flow sheet for refinement of isocyanate resin

原料はあらかじめ遠心分離機により原料中のSS分を除いたものを使用した。WFE薄膜蒸留装置としては外部コンデンサー型、B型ワイパーを使用した。原料は非常に発泡性があるため、WFE薄膜蒸留装置の前にフラッシュタンクを設け、積極的に脱泡する必要がある。また、過濃縮の場合に残留液の粘度が上昇し、本体の振動および配管の詰まりの原因になるため、残留液の水分濃度を常に監視する必要がある。原料供給量として 200~250 kg/m²・hr 程度処理可能である。



第7図 シリコンポリマー精製のフローシート
Fig. 7 Flow sheet for refinement of silicone

3.2 高粘度、高融点物の適用

1) タールピッチの改質

ピッチ系炭素繊維の原料であるタールピッチ中の低沸点物を除去し、軟化点 $280\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ まで高める(原料のタールピッチの軟化点は $70\sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$)。操作条件として真空度 1 Torr 、外套温度 $450\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ (鑄込みヒータ)とし、留出率 $35\sim 50\%$ とした。

WFE蒸発装置の前には攪拌型反応槽を設け、反応および予備蒸発を行う。

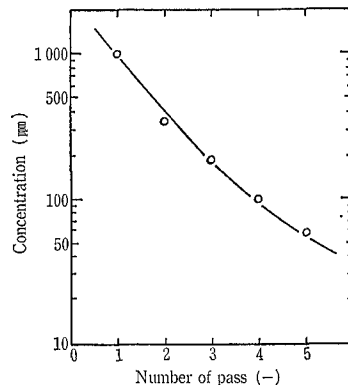
WFE薄膜蒸留装置としては外部コンデンサー型、ワイパーは特殊B型ワイパーを使用し、ワイパー溝へのピッチの付着を防止している。外套は鑄込みヒータを用いて $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ まで加熱を行ったが、熱媒加熱も可能である。また、メカニカルシールおよび本体Oリングの耐熱温度、高融点のための残留液ラインの保温等の考慮が必要である。

3.3 高純度精製の適用

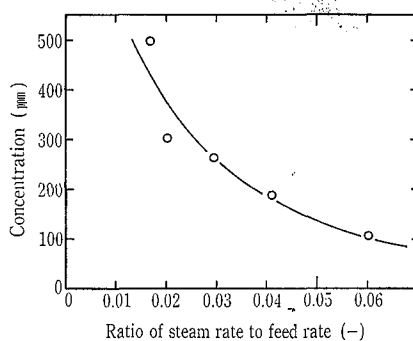
1) シリコンポリマーの精製

シリコンポリマー中の低重合物を 100 ppm 以下に精製する。そのフローシートを第7図に示す。原料中に約 10% の低重合物を含むシリコンポリマーを 100 ppm 以下にするものである。操作条件として操作真空度 0.01 Torr 、外套温度 $260\sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ (熱媒)において $4\sim 6$ パス行う。WFE薄膜蒸留装置としては高真空型、B型ワイパーを使用している。各パス後のシリコンポリマー中の低重合物濃度を第8図に示す。

各パスの原料供給量としては $70\sim 100\text{ kg/m}^2\cdot\text{hr}$ 程度処理可能である。1パス目の場合、低重合物濃度が高いためWFE薄膜蒸留装置の入り口ノズル部で発泡の恐れがあり、WFE薄膜蒸留装置の前にフラッシュタンクを設置する必要がある。また、残留液ラインは十分な保温を行い、



第8図 各パスにおけるシリコンポリマー中の低重合物濃度
Fig. 8 Relationship between number of pass and concentration of lower polymer in silicone



第9図 水蒸気吹込量と原料供給量の比にたいするエポキシ樹脂中の溶媒濃度
Fig. 9 Relationship between ratio of steam rate to feed rate and concentration of solvent in epoxy resin

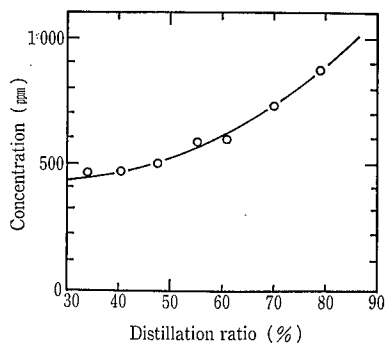
残留液温度の低下による低重合物の再凝縮を防ぐ必要がある。真空系の配管についてはコンダクタンスを小さくすると共に、真空排気装置の前にはコールドトラップなどを設置し凝縮性ペーパーを確実に取ることが必要である。

一般に残留液中の低沸点物濃度は気液平衡より操作真空度と残留液温度によって決定される。しかし、シリコンポリマー中の低重合物を 100 ppm 以下までするような場合、同じ操作条件により $4\sim 6$ パスの処理が必要であることから上記の気液平衡関係により考えられるものではなく、乾燥操作のような平均滞留時間の問題であるように推定する。

2) 液状エポキシ樹脂の精製

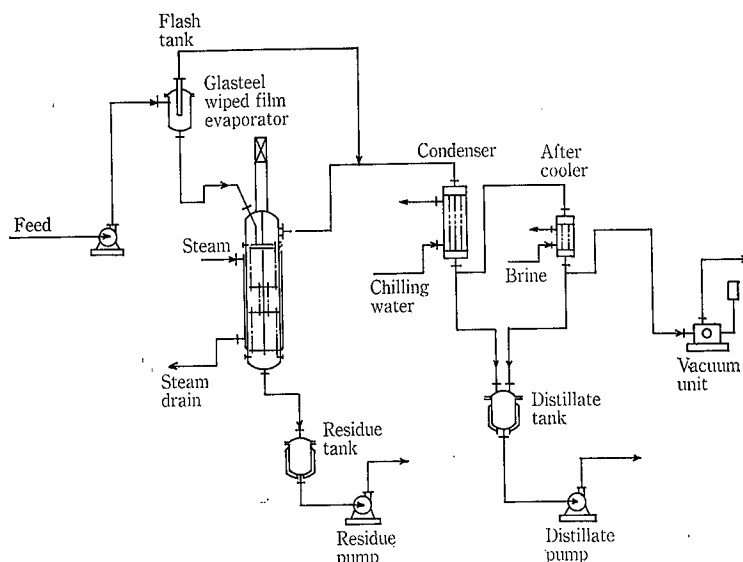
液状エポキシ樹脂の精製については2ケースについて紹介する。

初めは、液状エポキシ樹脂中の溶媒濃度を 150 ppm および水分を 300 ppm 以下に精製する場合、WFE薄膜蒸留装置にて水蒸気蒸留を行った例である。操作条件は真空度 $25\sim 30\text{ Torr}$ 、外套温度 $180\sim 190\text{ }^{\circ}\text{C}$ (熱媒)にて加熱を行い、WFE薄膜蒸留装置としては外部コンデンサー型、B型ワイパーを使用した。そして、溶媒および水分の分圧を下げるためにWFE薄膜蒸留装置の底部より水蒸気の吹き込みを行った。水蒸気吹き込み量と残留溶媒濃度の関係を第9図に示す。原料中の溶媒濃度は $2\sim 3\%$ のも



第10図 留出率にたいするエポキシ樹脂中の不純物濃度

Fig. 10 Relationship between distillation ratio and concentration of impurity in epoxy resin



第11図 医薬品溶解液濃縮のフローシート

Fig. 11 Flow sheet for concentration of pharmaceutical solution

のを処理した実績データであるが、溶媒濃度の高い場合は2パス処理が必要となる。

つぎは液状エポキシ樹脂中の高分子量化合物の分離を行った場合で、留出液中（製品—液状エポキシ樹脂）の不純物量を500 ppm以下に精製する。操作条件として真空度0.1~0.2 Torr, 外套温度240~250 °C（熱媒）にて加熱を行う。WFE薄膜蒸留装置としては高真空型、B型ワイパーを使用している。留出液中の不純物量は第10図に示すとおり留出率に関係する。不純物濃度を500 ppm以下にするためには、留出率を45%以下にする必要がある。すなわち、不純物と製品の蒸気圧の関係から不純物濃度は決定されたものである。原料供給量としては200~250 kg/m²·hr程度処理可能である。また、留出液の粘度が高いため内部コンデンサーの温水温度を調節し留出液粘度をコントロールする必要がある。

3.4 嫌金属イオン物質への適用

1) 医薬品溶解液の濃縮

医薬品溶解液中のメタノールおよび水を除き製品濃度7%を20%まで濃縮する（留出率65%）。そのフローシ-

ートを第11図に示す。製品への熱影響および金属イオンの混入を避け、しかも加熱面での結晶の付着防止のためにグラスチール製WFE薄膜蒸留装置を使用した。製品の熱劣化温度が約30 °Cであるため、操作真空度30 Torr, 外套温度80 °C（減圧スチーム）にて加熱を行う。原料供給口ノズル部でのフラッシュを防止するために、WFE薄膜蒸留装置の前にGL製フラッシュタンクを設置した。原料供給量としては50~80 kg/m²·hr程度処理可能である。

グラスチール製WFE薄膜蒸留装置は医薬品中間体および抗生物質などへの実績も数多くある。

むすび

今回、WFE薄膜蒸留装置の適用例の一部として特殊な例を取り上げたが、従来の石油化学工業、医薬品工業、食品工業の分野でもたくさんの実績がある。今後、更に新分野への適用を広げユーザのご要望にお応えする所存である。

なお、当社では各種実験用装置を設置し、新規分野への適用実験にお応えする体制も整えており、また、数種の貸与機も準備しユーザのご利用をお待ちしている。