

高粘度液用薄膜蒸発機「エクセバ」の蒸発性能

The Evaporating Performance of The Thin Film Evaporator "EXEVA" for High Viscous Products



(化)技術部 設計第2課
山崎 忠成
Tadashige Yamasaki

"EXEVA", our newly developed thin film evaporator is much useful for highly viscous solutions which Wiped Film Evaporator (WFE) cannot process.

This paper describes some test results with various solutions offered by our customers.

The test results show that "EXEVA" is ideally suited for the evaporation of large quantities of solvents or monomers from low viscosity solutions and also for the evaporation of small quantities of solvents or monomers from highly viscous solutions.

"EXEVA" is going to be used in the polymer industries to improve product quality and productivity, and to save energy and capital costs.

まえがき

当社のWFE薄膜蒸留装置(攪拌式薄膜蒸発機)は、蒸発面全体に均一な薄膜を形成し、薄膜表面を更新していることで、大きな伝熱係数がえられ高効率な蒸発を行うことができる。この装置は、滞留時間が数秒と短く、真空下で操作することができるので、熱影響を受け易い物質や沸点の高い物質の精製、濃縮、脱色、脱臭などの操作を必要とする食品、医薬品、石油化学工業分野に広く用いられている。しかし、この装置は、最終処理液が自然流下できる低粘度のものにしか適用することができない。

近年、高分子化学工業界では、ポリマーの高品質化、高機能化、高性能化に対応してポリマー製造プロセスのポリマー溶液の濃縮、脱モノマーや脱揮工程で高粘度液の効率の高い蒸発装置が要望されている。このようなユーザーニーズに応じて、WFEで処理することのできない高粘度液からの脱モノマー、脱揮が可能な高粘度液用薄膜蒸発機「エクセバ」を開発し、その機構、特長および各特性については、既に、本誌(1989年 Vol. 33, No. 2)で詳述している。

「エクセバ」は、1989年11月東京で開催された化学プラントショーで発表以来好評を博し、種々の実液実験でその性能をいかんなく発揮しており、本稿では、その蒸発実験の中から一部を報告する。

なお、本機の基本構造は、日本・米国・欧州で特許出願中である。

エクセバ実験装置の仕様

写真1にテスト装置を示す。

本実験を実施するにあたって使用した実験装置の仕様を次に示す。

(1) エクセバ

- 材質 : SUS316
- 本体径 : 155 mm
- 攪拌機動力 : 7.5 kW
- 排出機動力 : 0.75 kW
- 伝熱面積 : 0.2 m²
- 回転数 : 50~1750 rpm
- 〃 : 1~160 rpm

(2) 原料槽

- 材質 : SUS316
- 容量 : 30 l

(3) コンデンサ

- 材質 : SUS316
- 伝熱面積 : 0.3 m²

(4) 受器

- 材質 : SUS316
- 容量 : 10 l

(5) 加熱熱媒

- 0.4 MPa (4 kgf/cm²) スチームおよび最高 300 °C 熱媒

(6) 系内圧力

- 0.5 Torr~大気圧

次に述べる各実験で各々の実験装置フローを示しているが、それらの機器仕様は本章による。

2. 実液実験

2.1 樹脂の蒸発実験

2.1.1 実験目的

溶媒 62% (ポリマーA) と 68% (ポリマーB) 含んだ 2種類のポリマー溶液を蒸発して、含有溶媒量を 1%以下にする。

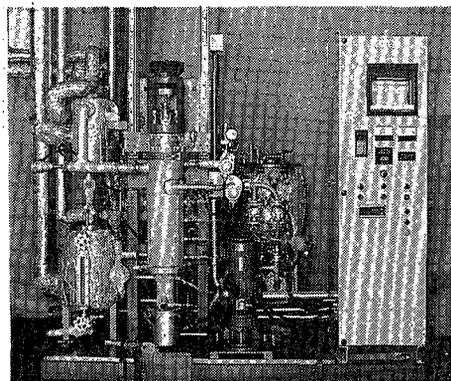
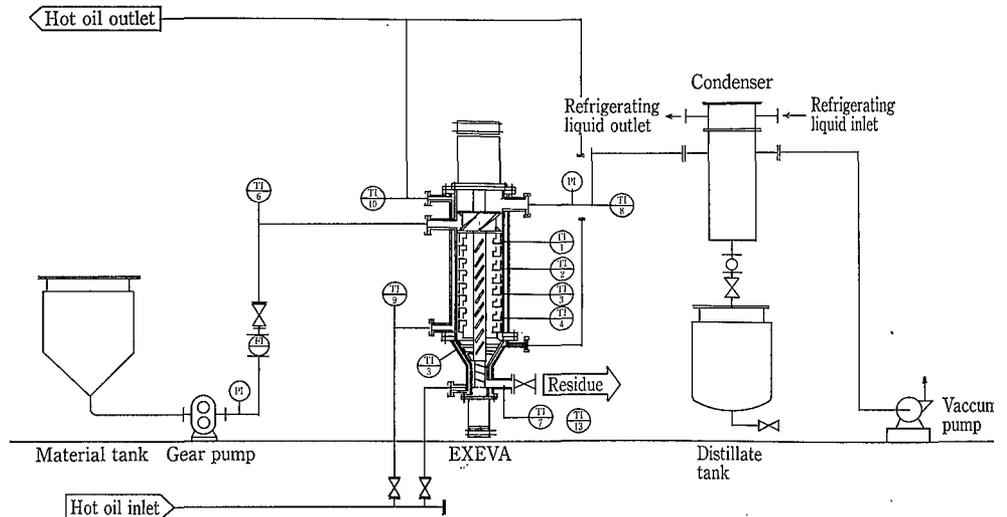
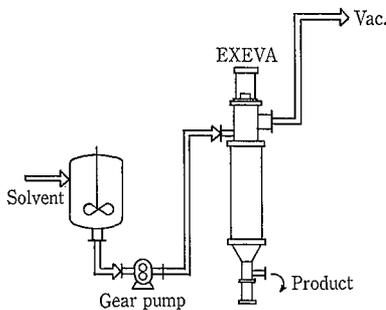


写真1 テスト装置
Photo. 1 Experimental equipment



第1図 実験フローシート
Fig. 1 Flow sheet of test



第2図 ポリマー濃縮のフローシート
Fig. 2 Flow sheet for polycondensation

第1表 EXEVA テストデータ
Table 1 Performance and operating data of EXEVA

No.	Feed				Discharge				Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	175	38	62	2.5	67.2	99.0	1.0	440	264	220
2	220	↓	↓	↓	86.8	96.3	3.7	4 500	244	↓
3	220	↓	↓	↓	88.1	94.9	5.1	6 700	240	↓
4	95	32	68	2.5	30.6	99.2	0.8	1 300	265	↓
5	140	↓	↓	↓	45.4	98.7	1.3	3 000	265	↓
6	175	↓	↓	↓	60.3	92.9	7.1	2 300	760	↓

2. 1. 2 実験装置および実験方法

第1図に実験装置フローを示す。

実験方法は、ポリマー溶液を原料槽に投入してギヤポンプでエクセバに供給した。エクセバのジャケットに熱媒を流し、本体伝熱面を加熱して、本体内壁面に形成された薄膜の溶液中から溶媒を蒸発して、スクリュー排出機から出てくる残留液を採取した。このサンプルを乾燥器内で110°Cに20時間保持して、残留溶媒を蒸発させて減量より残留溶媒量を求めた。

2. 1. 3 実験結果

ポリマーAの実験結果を第1表のNo. 1, 2, 3にポリマーBの実験結果をNo. 4, 5, 6に示す。ポリマーAでは処理量175 kg/m²hで、ポリマーBでは95 kg/m²hで目的を達成することができた。No. 2, 3は処理量、操作条件共おなじであるが、攪拌翼回転数が各々異なり、回転数が速い程良い結果となった。

No. 1の残留液の粘度が、他に比べて低いのは、残留液の温度が高くなっているためである。これは、濃縮がすすむにつれて粘度が高くなりその結果攪拌動力が増え、攪拌エネルギーによって残留液温が上がったためである。

本実験結果は、エクセバが1台でポリマー中に溶媒量が60%以上も含まれた低粘度液(粘度2.5 P)を蒸発して、残留溶媒量を1%以下にできることを示している。

エクセバを適用した本ポリマーの蒸発プロセスを第2図に示す。

本プロセスは、予備濃縮と本濃縮を行う2段濃縮法に比較して、非常にシンプルであり、運転操作も簡単である。

2. 2 スチレン系樹脂の蒸発実験

2. 2. 1 実験目的

高分子量グレードのステレン系ポリマー溶液を蒸発して、残留揮発分が5%以下での処理量を求める。

2. 2. 2 実験装置および実験方法

第3図に実験装置フローを示す。

実験方法は、次の手順にて行った。

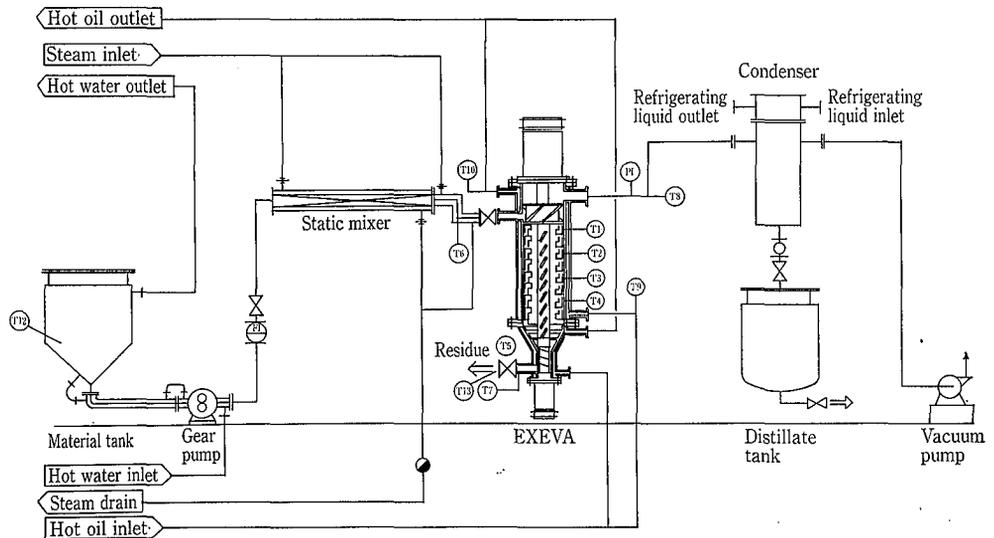
- (1) 原料槽のジャケットに温水を流し、80°Cに加熱した後、その中にポリマー溶液を投入した。
- (2) 原料槽からギヤポンプで送液し、途中スタテックミキサー(ジャケットをスチーム加熱)にてポリマー溶液をさらに加熱して、エクセバに供給した。
- (3) エクセバで蒸発後の残留液からサンプルを採取して、これをガスクロマトグラフィによって分析して含有揮発分を求めた。

2. 2. 3 実験結果

第2表に実験結果を示す。

本実験結果からエクセバは、標準グレードより粘度が高い、高分子量グレードのステレン系ポリマー溶液を濃縮して、残留液が3 200 Pa·s (32 000 P)の高粘度液を処理できることを示している。

また、本ポリマーを供給液量で400 kg/m²hも処理することができ、処理能力としても申し分のない結果が得られた。



3 図 実験フローシート
Fig. 3 Flow sheet of test

3 スチレン系樹脂の蒸発実験

3.1 実験目的

市販のスチレン系樹脂製品で標準グレードと高分子量グレードの2種類が蒸発して、エクセバで最終揮発分をここまで低減できるかを調べる。

3.2 実験装置および実験方法

第4図に実験装置フローを示す。

実験方法は、スチレン系樹脂ペレットを一軸押出機で溶解昇温して、エクセバに供給し、蒸発後、残留液からサンプルを採取した。これをガスクロマトグラフィによって分

第2表 EXEVA テストデータ

Table 2 Performance and operating data of EXEVA for polystyrene-acrylonitrile

No.	Feed				Discharge				Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	150	49	51	500	76	96.8	3.2	32 000	507	260
2	250	↓	↓	↓	128	95.8	4.2	26 000	502	↓
3	400	↓	↓	↓	206	95.2	4.8	30 000	503	↓

析して残留揮発分を求めた。

2.3.3 実験結果

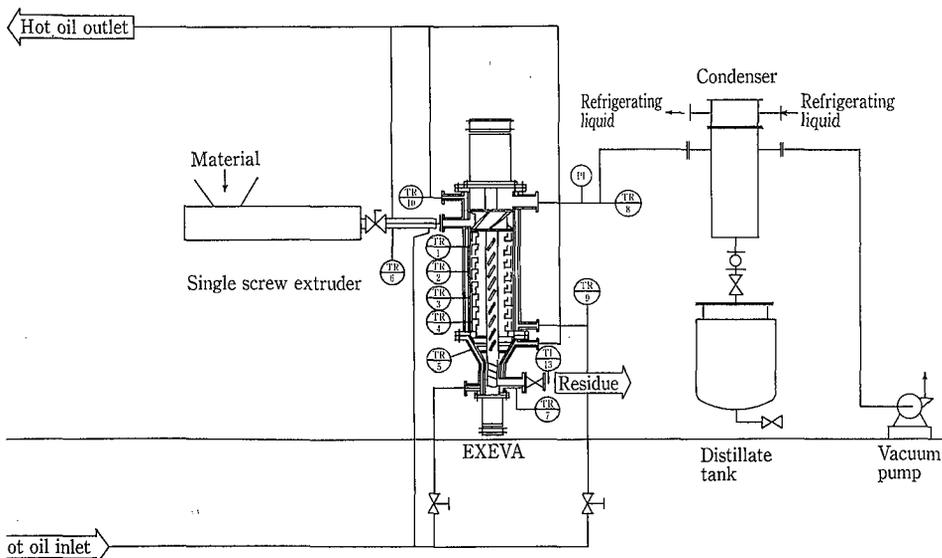
第3表のNo. 1, 2は標準グレード, No. 3, 4は高分子量グレードのスチレン系樹脂の実験結果を示す。

3 表 EXEVA テストデータ

Table 3 Performance and operating data of EXEVA for polystyrene-acrylonitrile

No.	Feed				Discharge				Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	110	99.75	0.25	25 000	110	99.9	0.010	10 000	5	235
2	130	99.78	0.22	60 000	130	99.9	0.015	6 200	30	196
3	135	99.83	0.17	65 000	135	99.9	0.015	20 000	5	236
4	135	↓	0.17	65 000	135	99.9	0.035	10 300	30	236

第3表で残留液粘度が供給液粘度より低くなっているのは、攪拌翼によるせん断エネルギーによって残留液温が上昇したためである。このように供給液粘度が高いと攪拌エネルギーが多く与えられ、この攪拌エネルギーが蒸発表面に作用するので、超高粘度液にお



第4図 実験フローシート
Fig. 4 Flow sheet of test

第4表 EXEVA テストデータ
Table 4 Performance and operating data of EXEVA

No.	Feed				Discharge				Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Solvent %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	100	60	40	2 200	60	99.8	0.2	2 000	21	120
2	130	↓	↓	↓	78	99.5	0.5	2 000	↓	↓
3	145	↓	↓	↓	87	99.9	0.1	1 200	↓	130
4	175	↓	↓	↓	106	99.1	0.9	3 800	↓	↓
5	95	60	40	300	57	99.5	0.5	2 800	6	92
6	125	↓	↓	↓	76	99.2	0.8	3 100	↓	↓

いても優れた脱揮性能を有することになる。薄膜温度は、ジャケットの熱媒温度より高くなっているため、ジャケットからの伝熱エネルギーはないと考えられる。

本実験結果は、エクセバに 6 500 Pa·s (65 000 P) もの高粘度液を供給して、高効率な脱揮、すなわち市販のスチレン系樹脂製品を蒸発して、標準グレードでは揮発分を 1/15~1/25 に、高分子量グレードでは揮発分を 1/5~1/11 にできることを示している。

エクセバは、溶媒を多量に含んだ低粘度液から溶媒を蒸発して高粘度液になる物質を処理できるばかりでなく、このように、溶媒の非常に少ない高粘度液からさらに溶媒を蒸発させて高品質な製品を得ることができる。

現在、スチレン系樹脂で揮発分を数%から 0.3% 以下にする連続蒸発プロセスに、2 軸押出機が適用されている場合がある。2 軸押出機は、ポリマー溶液に水を添加して蒸発しなければ残留揮発分を 0.3% 以下にすることが難しい。水の添加は、蒸発界面を増し、水との共沸を利用している。

蒸発性能は、処理量とも関連があり、2 軸押出機の詳しいデータがないので、正確な比較はできないが、エクセバは水の添加なしで現状よりはるかに少ない残留揮発分にする事ができたことから、2 軸押出機より蒸発性能は優れているといえる。

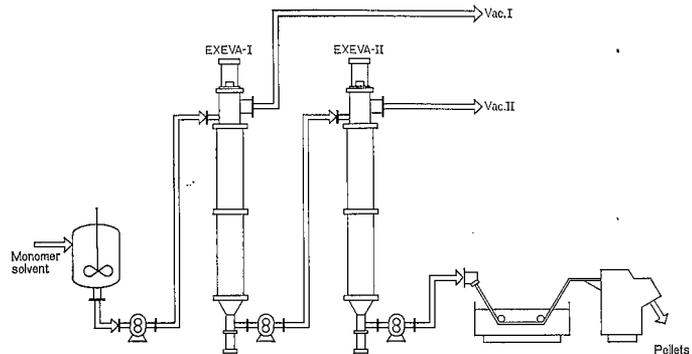
本実験結果は、エクセバが通常 2 軸押出機が適用されている超高粘度液からの最終蒸発プロセスに適用できることを示している。エクセバは、蒸発性能面ばかりでなく装置価格面からも十分 2 軸押出機に対抗できる機種である。ポリマー製造プロセスにおける最終蒸発プロセスに、2 軸押出機が数多く用いられていることから、エクセバの適用プロセスは多いと考えている。

2.2 と 2.3 の実験結果より、エクセバを用いたスチレン系樹脂の蒸発プロセスを第 5 図に示す。

本プロセスは、重合後のポリマー溶液をエクセバ 1 段目で残留揮発分を数%程度まで蒸発して、2 段目で残留揮発分を 0.3% 以下まで蒸発する。そしてギヤポンプで昇圧してストランド後、ペレットにして製品となる。ギヤポンプによる昇圧は、押出機による昇圧に比べて、省エネルギーで経済的である。このように、蒸発性能の優れたエクセバと昇圧能力の優れたギヤポンプの組合せは、従来の 2 軸押出機に比べて、インシヤルコスト、ランニングコストが低く、高品質な製品が得られるなど多くの利点をもったプロセスであるといえる。

本プロセスは、スチレン系樹脂製造プロセスの蒸発のみでなく他のポリマーにも適用可能であると考えている。

2.1, 2.2 と 2.3 の実験結果から、エクセバの蒸発プロセスは原料中の含有揮発分、処理量、操作条件、製品中の残



第5図 高粘度ポリマー濃縮・脱揮工程フローシート
Fig. 5 Flow sheet of polycondensation for high viscous products

留揮発分などを考慮して、エクセバ 1 段処理または 2 段処理が選択されることになる。

2.4 樹脂の蒸発実験

2.4.1 実験目的

ポリマー溶液 (ポリマー A, B の 2 種類) 中に含まれる溶媒 40% を蒸発して、含有溶媒量を 1% 以下にする。

2.4.2 実験装置及び実験方法

実験装置フローおよび実験方法は、2.1.2 (第 1 図) と同様であるが、サンプルは、ガスクロマトグラフィによって分析して残留揮発分を求めた。

2.4.3 実験結果

第 4 表で No. 1~4 はポリマー A, No. 5, 6 は、ポリマー B の実験結果を示す。

0.2 m² エクセバテスト機ではポリマー A, B 共に、溶媒 1% 以下に脱揮して残留液でそれぞれ 20 kg/h, 15 kg/h 処理することができた。

2 軸押出機 (φ35 mm, 脱揮ゾーン 3 カ所付) でのポリマー A の蒸発テスト結果は、残留液で 2.5 kg/h しか処理できなかったとのことである。2 軸押出機のテスト条件の設定などで処理量アップの検討の余地があると考えても、エクセバに比べて非常に少ない処理量である。

このように、エクセバの蒸発性能は粘度および粘着性の高い樹脂でも、2 軸押出機より格段に優れている。

2.5 樹脂の蒸発実験

2.5.1 実験目的

ポリマー中に含まれるモノマー 0.3% および高沸点不純物 0.6% を脱揮してモノマーを 0.2% 以下 (目標 0.1%) 高沸点不純物を 0.1% 以下 (目標 0.05% 以下) にする。

2.5.2 実験装置および実験方法

本実験装置 および 実験方法は、2.3.2 (第 4 図) と同様である。

第 5 表 EXEVA テストデータ
Table 5 Performance and operating data of EXEVA

No.	Feed					Discharge					Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Monomer %	Dimer %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Monomer %	Dimer %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	75	99	0.3	0.6	35 000	75	99	0.07	<0.01	8 000	10	235
2	150	↓	↓	↓	↓	150	99	0.07	0.03	6 000	30	233
3	150	↓	↓	↓	62 000	150	99	0.08	0.04	5 200	30	215

第 6 表 EXEVA テストデータ
Table 6 Performance and operating data of EXEVA for silicon-rubber

No.	Feed				Discharge				Operating	
	Rate kg/m ² h	Polymer %	Monomer %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Polymer %	Monomer %	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	60	86.2	13.8	2 000	52	99.61	0.39	3 000	0.5	190
2	55	↓	↓	↓	47	99.75	0.255	↓	↓	220
3	51	97.3	2.70	3 000	50	99.57	0.43	↓	↓	190
4	44	↓	↓	↓	43	99.56	0.44	↓	↓	↓

第 7 表 EXEVA テストデータ
Table 7 Performance and operating data of EXEVA for surfactant

No.	Feed					Discharge					Operating	
	Rate kg/m ² h	Sulfonic acid %	Water %	Methanol %	Viscosity P	Rate kg/m ² h	Sulfonic acid %	Water %	Methanol ppm	Viscosity P	Pressure Torr	Temperature °C
1	240	49	45	4	50	121	97	3	37	170	760	198
2	150	↓	↓	↓	↓	76	97	3	0	150	↓	↓
3	250	↓	↓	↓	↓	128	96	4	79	250	↓	196
4	159	↓	↓	↓	↓	81	96	4	59	180	↓	↓

2. 5. 3 実験結果

第 5 表に実験結果を示す。

第 5 表からエクセバは、残留モノマーおよび残留ダイマー共に目標値を達成している。No. 1, 2, 3 で残留モノマー分にほとんど違いがでていない理由は、本ポリマーが高温状態では、ポリマーが分解してモノマーを発生するためである。それゆえ、本ポリマーの脱揮性能は、残留ダイマーの含有量で評価することができる。

エクセバは、現ポリマー製品を脱揮して、残留ダイマーを 1/15~1/60 にすることができた。

2. 6 シリコン樹脂の蒸発実験

2. 6. 1 実験目的

含有低沸物 13.8% のシリコン樹脂 (A) を蒸発して 1% 以下にする。また、含有低沸物 2.7% のシリコン樹脂 (B) を蒸発して、低沸物濃度がどこまで下がるかを調べる。

2. 6. 2 実験装置および実験方法

実験装置フローは、2.3.2 (第 4 図) と同様である。

実験方法は、シリコン樹脂 A, B 共に原料をナイフで約 4 cm 角に切断して、押出機に押し込んで溶融し、200 °C で昇温してエクセバに供給した。エクセバで蒸発後、残留液からサンプルを採取して、それを乾燥器内で 170 °C に 12 時間保持して、減量より残留低沸物を求めた。

2. 6. 3 実験結果

シリコン樹脂 (A) の実験結果を第 6 表の No. 1, 2 に、シリコン樹脂 (B) の実験結果を No. 3, 4 に示す。

第 6 表の No. 1, 2 の含有低沸物 13.8% のものも、No. 3, 4 の含有低沸物 2.7% のものも、エクセバで処理後は、残留低沸物が共に約 0.4% にであることから、エクセバの処理量にはまだ余裕があることがわかる。これは、実験方法で述べたように押出機へのシリコン樹脂切片の供給が手動のため、エクセバへの供給量が制限され処理量が少ない結果となったためである。

No. 3 と No. 4 は、攪拌翼回転数がそれぞれ異なるが、残留低沸物は同等であった。

操作温度の高い No. 2 が残留低沸物が最も少ない。又、同じ操作条件で 2 パス、3 パス処理しても残留低沸物濃度は

ほとんど変わらなかったことから、高粘度シリコン樹脂の残留低沸物濃度は、気液平衡より操作真空度と残留液温度で決定される。

2 軸押出機でシリコン樹脂 (B) の脱揮テストを実施したが、脱揮部分で樹脂が発泡して、真空度を上げることができず、残留低沸物濃度は 2% より良くならなかつたとのことである。

2. 7 界面活性剤の蒸発実験

2. 7. 1 実験目的

界面活性剤中に含まれるメタノール 4% を蒸発して、残留液中のメタノール含有量を 200 ppm 以下にする。

2. 7. 2 実験装置および実験方法

実験装置および実験方法は 2.1.2 (第 1 図) と同様であるが、サンプルはガスクロマトグラフィによって分析して含有メタノール量を求めた。

2. 7. 3 実験結果

第 7 表に実験結果を示す。

第 7 表の No. 1, 2 と No. 3, 4 は、回転数が異なり、回転数が速いほど脱揮性能は良好である。残留液は、マヨネーズのように粘度が低くて流動性が全くなかつたが、エクセバからはスムーズに排出することができた。残留液中のメタノール含有量は、目的を達成することができた。

本物質は、非常に発泡性があるが、攪拌翼の高速回転により、飛沫および付着はみられなかつた。

む す び

高粘度液用薄膜蒸発機「エクセバ」について、客先支給の各種溶液での蒸発実験結果を一部紹介したが、これからでも、従来機に比べて「エクセバ」の蒸発性能がいかに優れているかを確認いただけたと思う。

今後、ポリマーの高品質化にともなって、モノマーおよび溶剤の許容値はますます厳しくなってくるであろうし、設備の簡略化、連続化、省エネルギー化が強く求められてくる。「エクセバ」は、多くの利点を備えており、これらの要求に十分対応できると考えており、これからも、高粘度液の蒸発に携わっておられるユーザ各位の要望に応じていきたい。