

今様コロブスの卵？

## ウォールウェッターの開発とその応用システムへの技術展開

関西化学機械製作株式会社

代表取締役社長 野田 秀夫

取締役技術部長 山路 寛司

技術部 向田 忠弘

### 1. はじめに

付加価値が高く多品種少量生産されている化学品や医薬品の製造工程は多種多様な条件で回分あるいは半回分操作の運転がなされることが多く、汎用性が高く、構造が単純なジャケット付攪拌タンクがよく使われます。回分操作で行う濃縮操作、蒸留・蒸発操作あるいは反応操作のように、熱的操作を伴う場合、例えば、**図1**に示すようなジャケット付攪拌タンクでは、蒸発に伴う液体積の減少により液面が下降して、有効に利用できる伝熱面積が減少します。

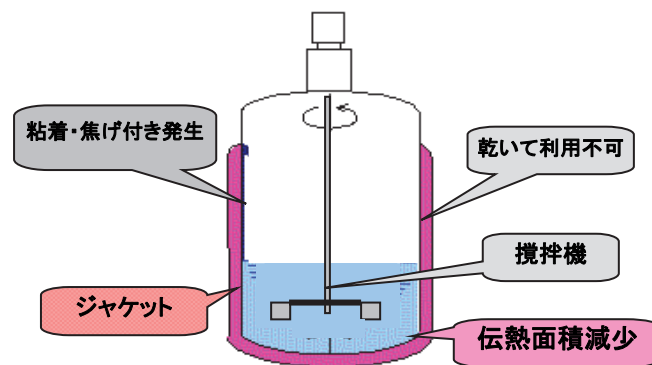


図1 従来型ジャケット付攪拌タンク

そのため、蒸発速度が徐々に低下して蒸発時間が延び、釜残渣の減容化や高濃縮をすればするほど、蒸発に長時間を要し、現場ではイライラしながら仕事をされているのが現状でした。“回分式蒸発缶での蒸発時間を何とかして短縮できないか？”というお客様の現場からの切実な声は聞いていたのですが、本技術の開発のきっかけと

なったのは「回転するパイプでタンク内の液プールより液を汲み上げて、泡沫の上に散布すれば泡をつぶせるのではないか。」という泡消し器の開発実験をしていた時のことです。パイプから液が勢いよく飛び出し、タンクの側壁まで届くのを見つけて、泡沫の上に散布するのではなく、「タンク側壁の伝熱面に散布すれば、乾いては困るジャケット上部の伝熱面を常に濡らせるから、伝熱速度が落ちないはずだ。」と閃いたのです。非常に単純なアイデアで、コロンブスの卵のような発見だったのです。

タンク底部に溜った液を汲み上げるパイプを攪拌軸に斜めに取り付けるだけで、常に伝熱面を100%使用でき、高効率で伝熱を促進する装置“ウォールウェッター” Wall Wetter を開発できたのです。このウォールウェッター翼（略して WW 翼）を回分蒸発・蒸留システムに使用すれば操作時間の短縮、省エネルギー、省資源（省洗浄溶媒）、省力等々に貢献できることがわかり、その後のフォローアップ研究による飛躍的な応用展開で応用範囲が非常に広いことが実証され、当社の主力商品になっています。

## 2. ウォールウェッターの構造

次ページの図2に示しますように、装置の構造はいたって簡単です。パイプまたは半割りパイプのような樋を回転軸に斜めに取り付けて回転し、回転数を上げて行くとパイプまた樋に沿う遠心力の分力が重力の分力より大きくなった位置で液が上昇し、上端から液が遠心方向に噴出します。側壁のジャケット伝熱面に到達した液はその伝熱面により加熱または冷却されながら乱流で膜状に流下します。ポンプにより圧力差で流す通常の管内流と違い、キャビテーションはなく遠心力によるため沸騰している液でも容易に持上げられ、タンク内で循環できることは大きな利点です。通常、回分蒸発で液が減少して液面が下降すれば蒸発速度が減少してきますが、この仕掛けにより液を汲み上げれば伝熱面を100%有効利用でき、最初から蒸発速度をほぼ一定に維持できますので、大幅に蒸発時間を短縮できるようになりました。

また、大きな反応熱が出るセミバッチ反応のように、開始時には液を少なくし、徐々に反応原料などを注入して液量を増加して行く反応でも最初から全伝熱面を使って冷却できますので操作性・制御性とも効果は抜群です。

もちろん、伝熱面が常に洗われていることで伝熱面での粘着や焦げ付きが減り、事後の洗浄作業が楽で溶剤の使用量も大きく節減できることも実証されています。

最初の発想はパイプを用いるもので、パイプ内が汚れない系で使用されれば威力を発揮します。その後、液に作用するのは遠心力ですのでオープンでも液は持ち上げられることがわかり、スラリーや重合物による詰まりを回避したい場合や医薬製造装置のGMPにも適応できるように、次ページの**写真1**のように、洗浄しやすいオープンの桶型翼（半割りパイプ型）を考案しました。

WW翼はフラスコスケールの実験室用サイズから最大で40 m<sup>3</sup> の大容量の釜に装備した実績まであります。また、腐食性の液にも使用できるようにグラスライニング製の桶型（**写真2**）も開発しています。本装置の名称は“壁を濡らす機械”という意味で、ウォールウェッターWall Wetter としました。

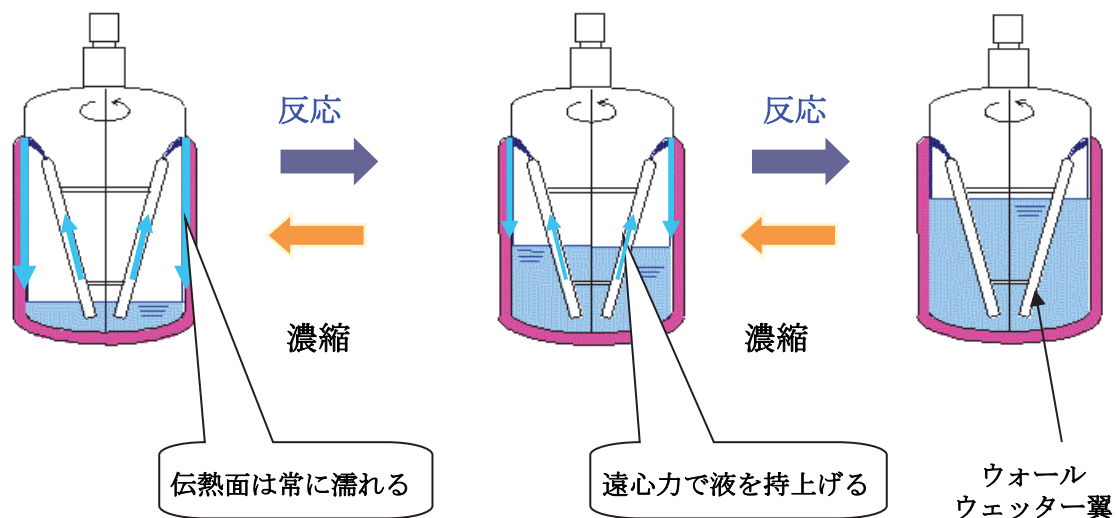


図2 攪拌タンクの高効率伝熱装置：ウォールウェッター®

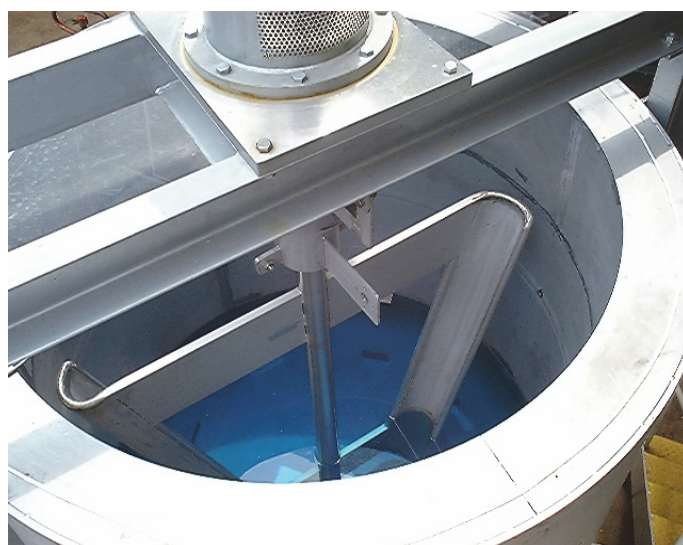


写真1 2 m<sup>3</sup> 桶型ウォールウェッター  
(試験機：写真2 のGL-WWのプロトタイプ)



写真2 2 m<sup>3</sup> 用グラスライニング製桶型ウォールウェッター

### 3. ウォールウェッターの性能・特性

新規のアイデアで開発された新しい装置ですので技術設計に関するデータベースを攪拌槽のそれと類似に構築しています。

#### 3-1 流量

ウォールウェッターの原理は図3に示すように、ウォールウェッターWW翼が浸かる液面で翼の傾斜に沿う遠心力成分が重力成分に打ち勝つ状態で初めて液は汲み上

げられます。その臨界点は回転角速度で表しますと次式のようにになります。

$$\omega \geq \left( \frac{g}{r \tan \theta} \right)^{1/2} \quad (1)$$

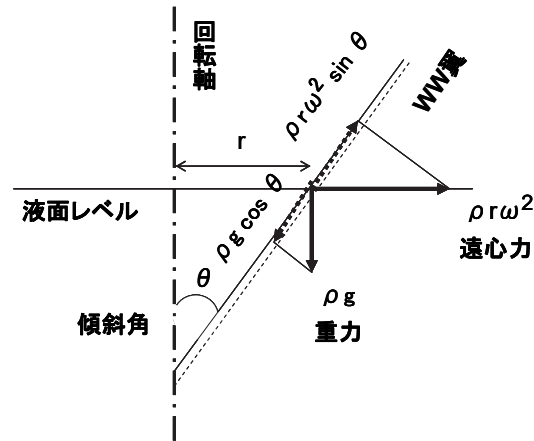


図3 ウォールウェッターの原理

ウォールウェッターで汲み上げられる液の流量は当然、遠心力に比例しますので、その因子である回転数(角速度  $\omega$ )、WW 翼の回転軸からの半径距離  $r$ 、傾斜角度  $\theta$  の他、WW 翼の太さ (半割りパイプの直径  $D_t$ ) などが関係します。この流動の原理は体積力である遠心力によるだけなので、汲み上げられるかどうかを表す臨界点式(1)には粘度は影響しません。粘度が高いと翼内の流路での粘性抵抗のため流量は減少しますが、数 1000 cP の高い粘度でも何とか汲み上げられます。液が汲み上げられるためには上式の翼の半径位置  $r$  の臨界レベル (臨界液深) より上に液面が存在する必要があります。すなわち臨界点の半径  $r$  より大きければ液が汲み上げられるので、汲み上げられる液流量は臨界液深よりどれだけ上に液深  $h_{obs}$  があるかで決まります。

厳密には粘度補正を入れるべきですが、タンク内部での循環液流量ですので、通常の高粘度流体の汲み上げられる吐出流量については次式のような相関式により算定しています。

$$Q = 1.369 \left( \frac{D_t}{2} \right)^{0.613} \left( g^2 + (r \omega^2)^2 \right)^{-0.69} (0.51gh_{obs})^{1.89} \quad (2)$$

### 3-2 所要動力

ウォールウェッター翼を導入していただくためには、どの程度のトルクが回転軸にかかり、シャフトの太さや所定の回転数で回転させるためのモータの動力を予め求めておく必要があります。(しかし、通常の攪拌翼と比べて流体抵抗が小さいので、あまり動力は大きくありません。)

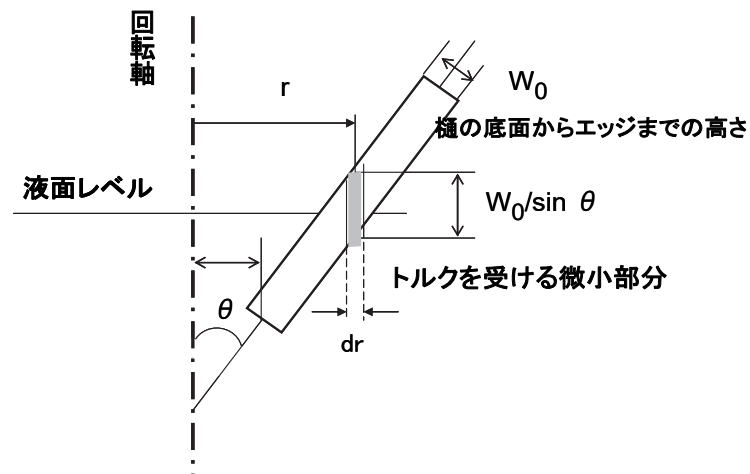


図4 桶型 WW 翼が受ける流体抗力によるトルク

解析で厄介なことは WW 翼が傾斜していることです。図4のような WW 翼の微小部分について、抗力係数  $C_D$  を使って流体から回転軸が受けるトルクを求めますと

$$dT = C_D \left( \frac{1}{2} \rho (r\omega)^2 \right) \frac{W_0}{\sin \theta} r dr \quad (3)$$

抗力係数は無次元であり、レイノルズ数と次のような相関があると仮定できます

$$C_D = \alpha \left( \frac{W_0 r \omega \rho}{\mu} \right)^\beta$$

式(3)を  $r_0$  から液レベルの半径  $r$  まで積分して、羽根枚数  $N$  の WW 翼に作用する全トルクを求めますと次式のようにになります：

$$T = \frac{N \alpha \left( \frac{W_0 r \omega \rho}{\mu} \right)^\beta W_0 \omega^2 \rho (r^{4+\beta} - r_0^{4+\beta})}{2 \sin \theta (4 + \beta)} \quad (4)$$

WW 翼の下端は回転軸に近い（したがって  $r_0 \ll r$ ）ので、 $r^{4+\beta} \gg r_0^{4+\beta}$  と仮定して、

これを攪拌翼の場合(翼径  $d = 2r$ )と同様に動力数  $N_p = \frac{P}{\rho n^3 (2r)^5}$  にしますと結局、

レイノルズ数の関数になります。

$$N_p = \gamma N \alpha \left( \frac{W_0 r \omega \rho}{\mu} \right)^\beta \frac{W_0}{r \sin \theta} \quad (5)$$

すなわち、次式のような WW 翼専用の修正動力数（無次元）を定義します

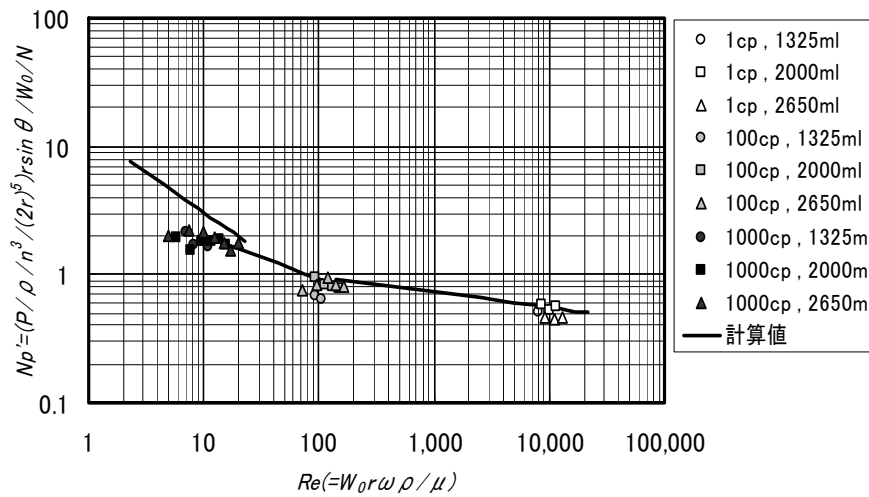


図5 修正動力数のレイノルズ数との相関

$$Np' = Np r \sin \theta / N W_0 = \alpha \left( \frac{W_0 r \omega \rho}{\mu} \right)^\beta \quad (6)$$

この修正動力数をレイノルズ数に対してプロットすることにより、非常に大きな翼から実験用まで広いサイズにわたって通常の攪拌翼の場合と同様に一般性のある WW 翼の所要動力を計算できる設計法を確立しています。その例を図5に示します。

### 3-3 伝熱係数<sup>3)</sup>

ウォールウェッター蒸発缶における伝熱は缶内溶液と缶内壁面との間に形成される伝熱境膜と缶壁の金属部分、そしてジャケット側の缶外壁とジャケット内の流体（熱媒体）とで形成される伝熱境膜が直列に入った総括伝熱抵抗に支配されています。

内外の流体の組み合わせに左右されますので、これを表す総括伝熱係数の形で伝熱のデータを一般的に相関することはできませんが、簡単にするため、ジャケット側に水蒸気が供給されていて、その凝縮で缶内溶液を加熱・蒸発させる状況を考えますと、通常、凝縮伝熱抵抗は非常に小さい（伝熱係数が非常に大きい）ので、全伝熱抵抗の大部分が缶内壁側の境膜の抵抗で占められます。

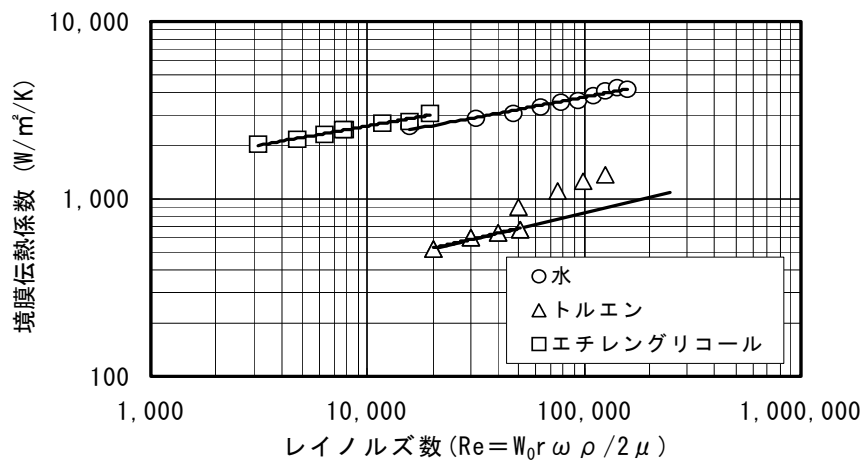


図6 液プール部の蒸発伝熱係数

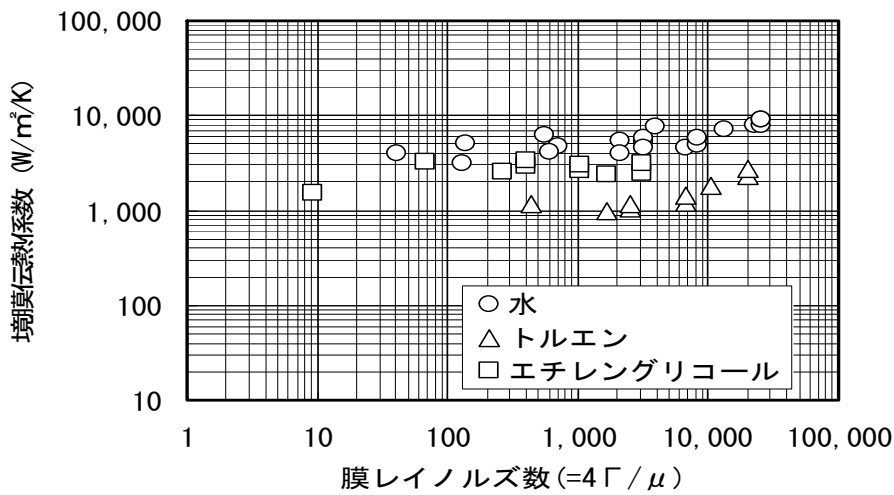


図7 液膜流部の蒸発伝熱係数

したがって缶壁とジャケット側水蒸気の温度がほぼ等しいと仮定しますと、本蒸発器の特徴ですが、缶壁と缶内溶液との温度差（沸騰の場合、過熱度と呼びます）は小さく、せいぜい20℃程度です。



缶内溶液の流動領域を缶底部に溜っている液プール部とウォールウェッターで汲み上げ散布されてできる液膜流部に分けて、それぞれの領域での蒸発に関する伝熱係数を攪拌翼タイプのレイノルズ数（ここの伝熱では分母に2が入っています）あるいは膜流れのレイノルズ数に対して相関づけたものを図6、図7に例示しております。

少し液膜流部の伝熱係数の方が大きく見えますが、同オーダーであり、安全側の液プール部の伝熱係数を採った設計計算では缶内液プール部と液膜流部の2流域にわたって同じ伝熱係数と仮定しても妥当と考えています。

### 3-4 蒸発時間

全伝熱面積が常に有効に使用されると、どの程度、蒸発時間が短縮されるか、ちょっと小さな字で恐縮ですが、以下の簡単なモデルで調べてみましょう。

#### (1) 蒸発時間の解析モデル

ウォールウェッターを用いた蒸発缶の場合、蒸発の中心は液が流下する側壁です。液が溜った釜底でも液深はそれほど大きくなく、全体として缶内圧力におけるほぼ沸点で蒸発しています。この蒸発伝熱の実質は強制対流伝熱を含む沸騰伝熱と考えられます。本装置の沸騰伝熱は核沸騰の領域であり、その上、過熱度（加熱壁と沸騰液との温度差）がせいぜい  $\Delta t \leq 20$  °C程度で小さいのが特徴です。蒸発のための熱源であるジャケット側は水蒸気の凝縮による場合が多いので、その場合はジャケット側の伝熱抵抗は釜内側の沸騰伝熱の抵抗より十分に小さいと考えられます。したがってジャケット壁内外を貫く総括伝熱係数はほぼ釜内の沸騰伝熱係数と近似できます。

粗い近似ですが、実験で得られた総括伝熱係数は図6、図7に示すような缶内側境膜伝熱係数に等しいと仮定することにします。

図8のような平底円筒型タンクにWW翼が入った蒸発缶を考えましょう。液プール部の伝熱係数を  $U_p$  ( $\text{kcal}/\text{m}^2\text{hr}^\circ\text{C}$ )、液膜流部の伝熱係数を  $U_f$  ( $\text{kcal}/\text{m}^2\text{hr}^\circ\text{C}$ ) とし、ジャケット側は飽和水蒸気が凝縮するので、その凝縮液温度を  $T_s$  °Cとします。仕込み量を  $L_o$  ( $\text{m}^3$ )、仕込んだ時の初期液深さを  $h_o$  (m)、液プールおよび液膜流の温度（缶内蒸気温度と等しい）は沸点  $T_b$  °Cとし、蒸発潜熱を  $\lambda$  ( $\text{kcal}/\text{kg}$ )とします。

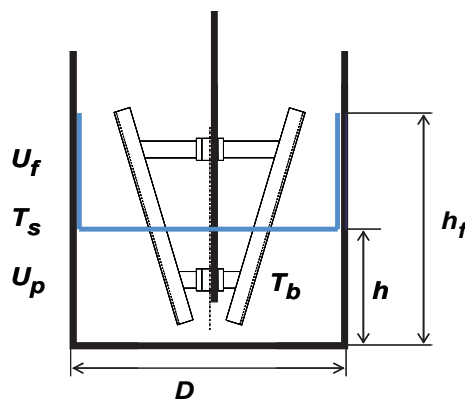


図8 WW 蒸発缶の模式図

回転するウォールウェッターの遠心力で液プールの液面は水平でなく、半割パイプの樋型ウォールウェッターの場合でも少し上に凹面になりますが、邪魔板を入れているとして、モデルを簡単にするため液面は水平になっていると仮定して液体積と伝熱面積の関係を求めます。

$\Delta\theta$  時間の間に液プール部および液膜流部にジャケットから入る熱量は

$$(\text{液プール部}) \quad \Delta Q_p = U_p (S_0 + \pi D h) (T_S - T_b) \Delta\theta \quad (7)$$

$$(\text{液膜流部}) \quad \Delta Q_f = U_f (\pi D) (h_f - h) (T_S - T_b) \Delta\theta \quad (8)$$

ここで過熱度は  $\Delta t = T_S - T_b$  であり、 $h_f, h$  はそれぞれ液膜流開始点の高さ、液プール深さです。

内径  $D$  ( $m^2$ ) の缶底 (鏡板部) は実際は凹曲面であるが、平底と仮定して底面面積を  $S_0$  ( $m^2$ ) と

$$\text{しているのので: } S_0 = \frac{\pi}{4} D^2$$

上式で液プール深さ  $h$  が変数です。両伝熱係数が定数か変化するかが問題ですが、簡単のために両伝熱係数が一定の場合について解析してみます。

実際の蒸発操作では液面が下降するにつれてトルクが一定になるようにウォールウェッターの回転数を増加するようにコントロールしています。その結果、液膜流部の流量、したがって伝熱係数を一定に維持する操作方法がとられることが多いです。回転数を上げるのでレイノルズ数が増加して厳密には液プール部の伝熱係数は少し増加するはずですが、沸騰伝熱ですので一定と仮定します。液膜流部に比して液体積  $L$  ( $m^3$ ) の大部分が (液が少なくなる蒸発後期ではちょっと問題ですが) 液プール部の液であると仮定します。

総伝熱量は次式になります

$$\Delta Q = \Delta Q_p + \Delta Q_f = [U_p (S_0 + \pi D h) + U_f \pi D (h_f - h)] (T_S - T_b) \Delta\theta \quad (9)$$

単位時間に減少する液量は単位時間にジャケットから入る熱量により蒸発したものですから

$$-\lambda \rho \frac{dL}{d\theta} = \frac{dQ}{d\theta} \quad \text{また上の仮定より } L = S_0 h \quad \text{ですので}$$

$$-\lambda \rho \frac{dL}{d\theta} = U_p (S_0 + \pi D L / S_0) (T_S - T_b) + U_f (\pi D) (h_f - L / S_0) (T_S - T_b) \quad (10)$$

変数  $L$  を持つ項と定数の項に分離して整理すると、簡単な1階微分方程式になります:

$$-\frac{dL}{d\theta} = A + BL \quad (11)$$

ここで定数  $A, B$  は

$$A = \frac{U_p S_0 + U_f (\pi D) h_f}{\rho \lambda} (T_S - T_b)$$

$$B = \frac{\pi D (U_p - U_f)}{\rho \lambda S_0} (T_S - T_b)$$

上の微分方程式を不定積分しますと

$$\frac{1}{B} \ln(A + BL) = \theta + C \quad (12)$$

になり、次の蒸発初期条件と完了条件を入れますと

$$\theta = 0 \quad \text{で} \quad L = L_0 \quad , \quad \theta = \theta_0 \quad \text{で} \quad L = 0$$

したがって蒸発所要時間は次式となります。

$$\theta_0 = \frac{1}{B} \ln\left(1 + \frac{B}{A} L_0\right) \quad (13)$$

総括伝熱係数を液プール部と流下液膜部の  $U_p$ ,  $U_f$  に分離できるならば、 $U_p, U_f, S_0, D, T_s, T_b$  すべてわかっていますから、仕込み量  $L_0$  に対する蒸発所要時間は求められることとなります。

## (2) タービン翼の場合との比較

比較のためにウォールウェッターのモデルと同様に蒸発時間を求めるモデルを作ってみますと、攪拌槽型蒸発装置の場合、仕込み量は  $L_0 = S_0 h_0$  であり、蒸発の進行とともに液高さ  $h$  が減少します。したがって伝熱面積  $S_0 + \pi D h$  が減少しますので、この伝熱面積を通じて入ってくる熱量で液プール部の液が蒸発したとする熱収支より

$$-\lambda \rho \frac{dL}{d\theta} = \frac{dQ_p}{d\theta}$$

また、伝熱面積は  $S_0 + \pi D h = S_0 + \pi D L / S_0$  でありますから

$$-\lambda \rho \frac{dL}{d\theta} = U_p (S_0 + \pi D L / S_0) (T_s - T_b) \quad (14)$$

ここで

$$A_1 = \frac{U_p S_0 (T_s - T_b)}{\rho \lambda} \quad B_1 = \frac{\pi D U_p (T_s - T_b)}{\rho \lambda S_0} \quad \text{としますと}$$

次式のような単純な1階の常微分方程式を得ます。

$$\frac{dL}{d\theta} = -(A_1 + B_1 L) \quad (15)$$

次の蒸発初期条件と完了条件を使用します

$$\theta = 0 \quad \text{で} \quad L = L_0, \quad \theta = \theta_1 \quad \text{で} \quad L = 0$$

式(2-25)を上式のもとに積分した結果、下式を得ます。

$$\theta_1 = \frac{1}{B} \ln\left(1 + \frac{B_1}{A_1} L_0\right) \quad (16)$$

ウォールウェッター蒸発装置と攪拌槽型蒸発装置の蒸発所要時間の比をとりますと

$$\frac{\theta_0}{\theta_1} = \frac{\frac{1}{B} \ln\left(1 + \frac{B}{A} L_0\right)}{\frac{1}{B_1} \ln\left(1 + \frac{B_1}{A_1} L_0\right)} \quad (17)$$

となり、最終的に下式を得ます。

$$\frac{\theta_0}{\theta_1} = \frac{U_p}{U_p - U_f} \frac{\ln\left(1 + \frac{\pi D (U_p - U_f) / S_0}{U_p S_0 + U_f (\pi D) h_f} L_0\right)}{\ln\left(1 + \frac{\pi D}{S_0^2} L_0\right)} \quad (18)$$

ウォールウェッター蒸発装置の場合、液プール部と液膜流部の伝熱係数はほぼ同じ程度になりま

すので、 $U_p = U_f$  であると仮定できます。また、攪拌槽型蒸発装置の液プール部の伝熱係数も同じ程度であると仮定した近似計算も許されると考えます。

その結果の蒸発時間の比は次式のように得られます。

$$\frac{\theta_0}{\theta_1} = \frac{\pi D L_0}{(S_0 + \pi D h_f) S_0} \frac{1}{\ln \left( 1 + \frac{\pi D}{S_0^2} L_0 \right)} \quad (19)$$

この蒸発所要時間の比は仕込み量および液膜流開始点高さに依存しており、同じ形状、大きさのタンク（蒸発缶）で攪拌翼にするかウォールウェッターを選ぶかを検討するのであれば、ウォールウェッターを設備した場合の蒸発所要時間が当然ですが、タービン翼など攪拌機を設備した場合の所要時間よりはるかに短くなることを意味しています。上式に実際の値を入れて計算しますと約 1/2 まで蒸発所要時間を短縮できることがわかっています。WW を使用しない場合は蒸発操作の後半で非常に長い時間がかかりますが、そのとき、蒸発に要する伝熱速度も落ちています。したがってタンク型蒸発釜に WW 翼を使用すれば、省エネと言うよりは、蒸発操作時間を大幅に短縮できることだと理解していただければ幸いです。

もちろん操作時間が長くなると蒸発装置および付属設備、配管の熱損失が馬鹿にならないことが多く、操作時間が短縮されることは省エネに繋がることだとも言えます。

## 4. ウォールウェッターの応用展開

### 4-1 回分蒸発操作への応用（WW蒸発プラス）

上述のように、WW 蒸発缶は缶底に溜っているプール液に WW 翼下端（液入口部分）が浸かっている限り、遠心力により液を持ち上げ液を散布できますので、残液量を非常に少なくでき、また、最後に残った液はジャケットに冷却水を流すことによりすぐに冷却できる大きな利点があります。従来の蒸発装置の場合、蒸発により液面が減少すると、液の無い上部伝熱面が乾燥して、固着したり、焦げたりしますが、本装置を使用しますとジャケットの伝熱面に常に液を分散・散布して濡らし、100%有効に使用でき、後の洗浄も楽になります。伝熱面増設のために内部に蛇管を装備する場合でも、蛇管にもそれ専用の WW 翼を用いて常に液を散布する工夫をしています。もう一つの特長は本当に少量まで濃縮できることで、例えば 1,000 L の蒸発装置で 10 L まで 100 倍の濃縮運転ができた実績もあります。

### 4-2 ウォールウェッター回分蒸留装置（WW蒸留プラス）

回分蒸留塔のリボイラーとして WW 蒸発装置を取り付けたシステム（WW 蒸留プラスと呼んでいます）のユニットとしての特許が成立しました。そのフローが図 9 です。溶剤回収システムやバッチ反応システムとして評判がよく、今後、益々活躍して

くれるものと期待しています。バッチ蒸留で釜の液量が変化しても WW 蒸発缶からの蒸気供給量を常に一定かつ最大に維持できるため、蒸留塔は最初から最後まで設計通りの最適運転が可能です。

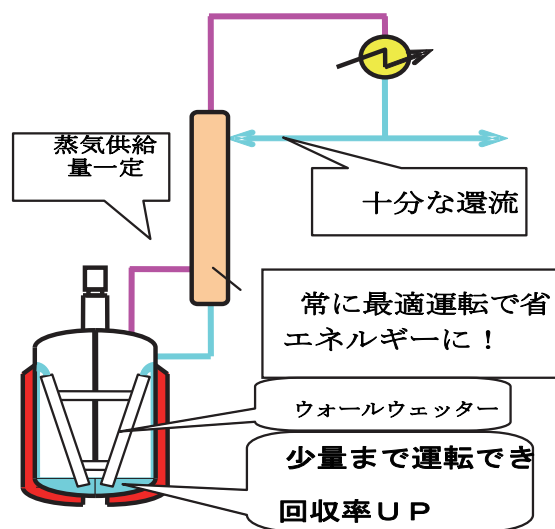


図9 WW 蒸留プラス

蒸留塔は最適運転からずれると塔効率が減少しますので、それを補うように還流比を増加させる必要がありましたが、最適運転つまり塔効率を最大に、かつ還流比を最少に保てますので、その分、大きな省エネ効果が得られます。

実績例としましては、既設の回分蒸留装置の 5 m<sup>3</sup>蒸発缶に本 WW 翼を設置したところ、従来までの運転と比較して約 10%の省エネを達成できました。

従来の回分蒸留はかなりの原料をタンクに入れて、蒸発を開始しますが、本装置の場合、少量の液をタンクに供給した時点からすぐに 100%フル加熱を開始できます。少量の液はすぐに沸騰をはじめ、短時間で蒸留塔は安定化します。塔頂に設けた熱交換器に原料を通して、熱を回収しながら運転をしますと、還流をかけながら原料を供給できますので、上手に供給速度を調節すれば、原料供給終了と同時にある程度の初留カットもできます。また、原料を入れてから加熱する場合に比較して、原料供給から初留カットまでのトータル作業時間も短縮できます。このように WW を用いる

本システムはバッチ蒸留で大変有力な蒸留システムとなりました。

最近ではこのシステムは VOC 混合溶剤の回収プロセスや樹脂粒子の溶液やエマルジョン製品からの VOC 脱溶剤に広く応用され、威力を発揮しています。

#### 4-3 チェンジトレイとウォールウェッターの組合せ

回分操作の場合には、単に蒸留だけを行うのではなく、単一の攪拌タンク内で反応、脱溶媒、溶媒精製など一連処理ができればと言う要求がありました。しかし、常圧工程から高真空工程まで操作圧力を変化させたり、最後には、窒素等の不活性ガスによる微量軽沸成分の追出し工程を行うなど、多種多様に変化する仕様を満足させるオールマイティなシステムの技術開発は大変難しい要求でした。これに応じてお客様と協同で一連の工程において最適運転条件（仕様）を満足するチェンジトレイ蒸留塔を開発することができました。まさに率直に教えていただいたニーズからの誕生です。チェンジトレイはシーブトレイあるいはリフトトレイを中央部と周辺部に二分して、その中央部のトレイを油圧装置などで塔外から上下させて開閉することにより、トレイの段数を自由に変化できる仕掛けを備えた圧損制御型トレイです。チェンジトレイ蒸留塔は精留状態を得る棚段式蒸留塔と抜き出し・追い出し状態を得るバツフル管の状態の間で運転中にいつでも切り替えられる圧力損失可変型蒸留塔です。それに使うリボイラー（反応缶）に WW 蒸発缶を使用したシステムを図 10 に示します。

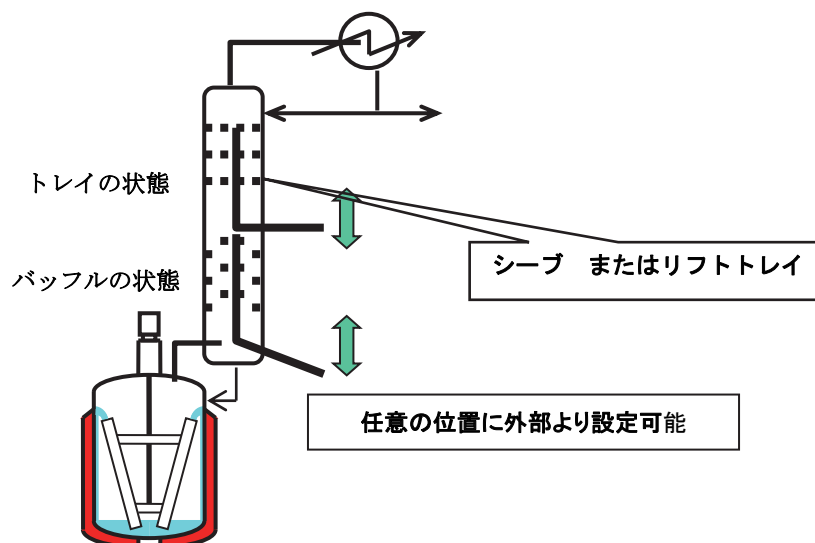


図 10 チェンジトレイ塔とウォールウェッター蒸発缶との組み合わせ

この様に一塔で何役もこなしている具体例として、エステル交換反応や縮重合化反応の蒸留塔、反応後の高沸点モノマーの精製蒸留塔等があります。特にモノマーの精留においては、バッチ蒸留の各工程において従来のトレイや充填塔では重合を起こさない運転条件の確立が困難でしたが、チェンジトレイを用いると圧力損失を調整できるので、安定した運転が可能になりました。例えば、エステル反応では反応副生成物である水分や軽沸成分を除去する必要があり、反応初期と後期では蒸発量が大きく異なるので、今まで運転操作範囲の広いリフトトレイ塔が活躍していましたが、「リフトトレイよりさらに広い操作範囲が採れて、構造が単純な塔がほしい。運転初期は常圧単蒸留で、次に 10 段以上の分離効果を持つ溶媒蒸留をしながら徐々に減圧運転をする。その後 2~3 段程度の精留効果を持たせながら圧力損失を極力抑えた高真空での高沸点物の蒸留を、または飛沫同伴を抑え限りなく 0 に近い圧損での高真空単蒸留で重合性のあるモノマーの精製を行いたい。」などと言う難問のニーズがチェンジトレイ発明のきっかけでした。当時は塔の段数を運転中に変更することはとても不可能で、やむを得ず塔の中で重合が起きるかも知れない危険性がある状態で最後まで運転するか、または、追出し用の太い配管を反応釜に別に設置するしかありませんでした。チェンジトレイはこれらの悩みを一気に解決したもので、外部よりトレイの開閉状態の設定ができます。蒸留塔の状態が必要な時にはトレイを閉じて棚段として作動させます。棚の中間状態がほしい時も塔の外部からその開度を上げ幅で調整でき、圧損を外部から変えることができます。蒸発操作で追出しの時にはトレイを十分に持上げて、大きな通路を確保し、飛まつ同伴防止を兼ねたバッフル塔として運転することができます。チェンジトレイを必要な段数ごとに別々に動かすことで、必要な段数だけを有効に利用することも可能です。このチェンジトレイの蒸留塔とウォールウェッター蒸発装置を結合したシステムにより、前述の WW 蒸留プラスシステムの適用性をさらに広げています。脱溶媒などのバッチ蒸留、内容物が大きく変化するバッチ反応プロセス等々で液面が変化しても蒸発速度に変化がなく、運転をさらに安定化するこ

とができました。チェンジトレイとウォールウェッターを結合したWWチェンジ プラス システムは生産効率をさらに高めることができ、実績も伸びています。

## 5. ウォールウェッター (WW) の他のプロセスへの応用

### 5-1 回分晶析への応用 (WW晶析プラス)<sup>4,5)</sup>

工業晶析では成分が規格を満たした結晶でありさえすればよいのではなく、ろ過だけでなく操作上、粒径分布が大きく揃っているものが要求されることが多くあります。少量多品種の生産の場合、現在、ジャケット付き攪拌タンク型の回分冷却晶析装置が一般的で、構造が簡単でコンタミが少ないことから多数使用されています。しかし、ジャケットの温度を変化させるだけでは粒径が大きく揃った結晶を得ることは至難の技で、さらに粒子設計を配慮した晶析装置のスケールアップとなると重要だが、甚だ困難な化学工学的問題となっています。これらの点を解決するために開発した新しい晶析装置を図 11 に示します。キーポイントは WW 翼が遠心力で液体だけでなく、分散する固体粒子も一緒に汲み上げられる機能の応用でした。

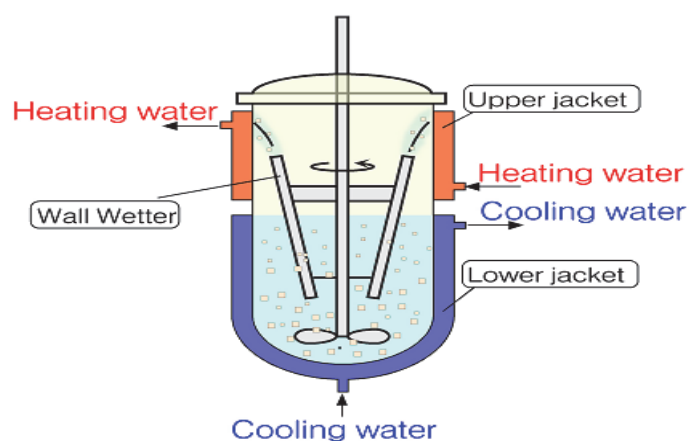


図 11 WW 晶析プラス

冷却晶析装置のタンク側壁のジャケットを 2 段に分割し、上下のジャケット温度を別々に制御しようと言う大阪市立大学の大嶋 寛教授のご発想によるものです。本体液の液プール面より上部に設置された本体液より少し温度の高い上部ジャケットの



面にウォールウェッターにより液プール部の成長過程の結晶のスラリー液を持上げて散布すれば、その伝熱面を流下する間に微細結晶は再溶解してしまい、大きな結晶は少し溶解しても消えずに液本体へ戻るはずで、ガラス製の実験装置にて試されたところ、微細結晶の溶解により液本体の結晶数を減少させて、平均粒径を大きく、粒径を揃えることに成功されたのです。

外部からの温度操作で本体液の温度を制御し、粒径を大きくできる画期的な冷却晶析装置が誕生し、商品名を「WW晶析プラス」としました。また、本体液を冷却する温度の低下速度を制御することで、ある種の物質の多形制御もできることもわかりました。図12にグリシン結晶の粒径分布を示していますが、従来法と比較してWW晶析プラスによれば大きな粒径位置で分布幅が狭くなり、粒子の大きさが揃う傾向が明

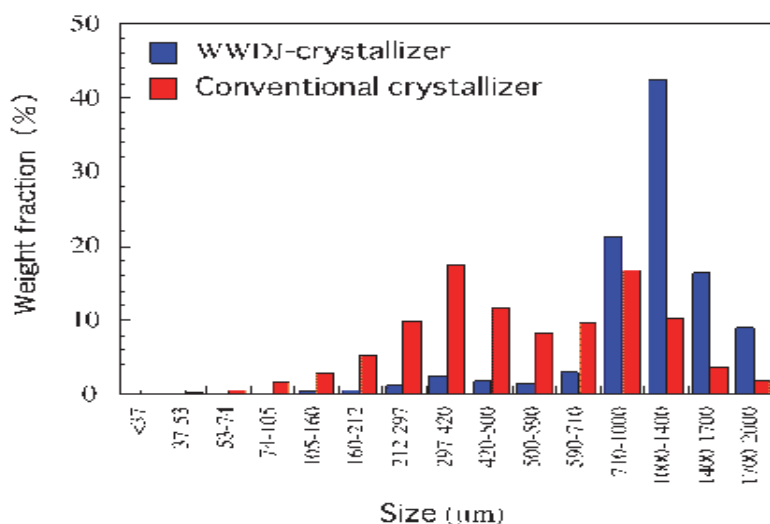


図12 グリシン結晶の粒径分布の比較

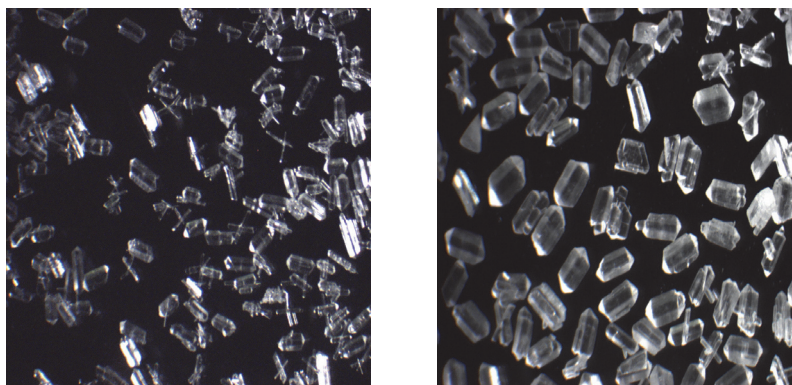


写真3 グリシンの従来法による結晶 (左)、WW晶析プラスによる結晶 (右)

確に出ています。写真3の左は従来法によるグリシン結晶、右はWW晶析プラスでグリシン結晶を試作したものです。

## 5-2 瞬間切り替え加熱冷却ジャケット (WWのエバコンへの応用)

反応を含む種々のプロセスで加熱・冷却操作を効率的にかつ俊敏にできればありがたい場合があります。例えば、WW釜を反応器としてそのジャケットによりバッチ反応プロセスを温度制御して反応操作を終了したが、生成物が熱に弱い物質で分解したり、別反応へまで進んでしまったりしては困るなど、そのため瞬間的に冷却に切り替えて反応をストップさせたいと言った要望が結構多く聞かれます。通常のジャケットですと今まで温度制御に使っていた熱媒体（水蒸気や温水のときもある）から冷却水などに入れ替えることが必要で、その厄介な切換操作とその所要時間はユーザーの方々が苦慮されている問題でした。

反応釜内にウォールウェッター翼を入れて反応釜内壁側の伝熱面積を常に有効に使用する条件下で、ジャケット部に以下のような工夫をすれば、ジャケット内に一種類の熱媒体を入れただけで反応時には加熱温度制御ができ、終了時には同じ熱媒体のまま非常にシャープに急冷ができるジャケットを開発しました。図13は反応釜内部は前述と同じようなウォールウェッター反応釜ですが、ジャケット内部の上部には冷却水を流すコイルを、下部には電気ヒータ（熱交換器も可能）を装備しています。

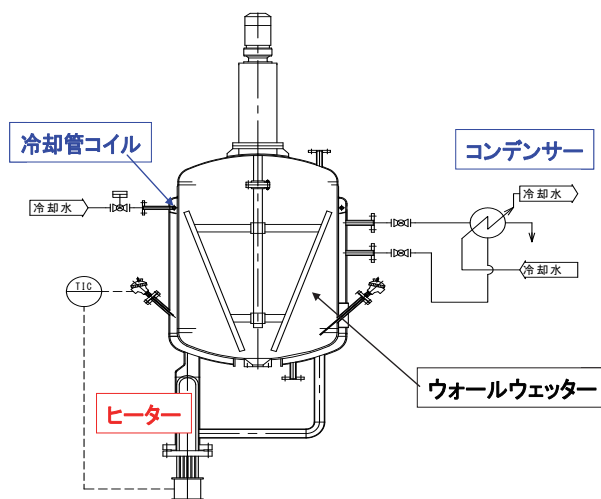


図13 エバコンジャケット反応釜の構造

このジャケットに入れるべき熱媒体（水、有機液体など）は制御可能な圧力範囲を考慮しながら反応の制御目標温度から急冷したい冷却目標温度までの温度範囲をカバーできる、適合する沸点の液体を選択します。先ずジャケットの空気を除去した後、選ばれた熱媒体をジャケット内に望む温度範囲で液体と蒸気が共存する状態になるように、適当な圧力にて封じ込めます。図中のコンデンサーは熱媒体を封じ込めるときに使うものです。希望の液を入れ、沸騰して出てきた蒸気を仮連結したコンデンサーで凝縮させ、圧力を調節しながら空気などの不凝縮性ガスが抜けた適当な時間に封入してしまいます。これで真空（減圧状態）は保たれ、真空ポンプは不要です。例えば、水・水蒸気を封入する場合には、180℃程度から 30℃の範囲が最適です。

反応釜を加熱したいときには電気ヒータあるいは熱交で少し高い加圧状態で加熱すれば、蒸発した熱媒体（沸点が上がっている）はジャケット壁で凝縮して、その潜熱を反応釜内部へ伝えます。急冷したいときには電気ヒータを切り、上部の冷却コイルに冷却水を流しますとコイル外面を取り巻く熱媒体蒸気が凝縮し、ジャケット内の圧力が急激に低下するために沸点が急降下して下部に溜っている液体が突沸します。この突沸によりジャケット壁を激しく濡らした液が反応釜内部の熱を奪って蒸発しますので効果的に反応釜内部の液を急冷することができるのです。200℃を超えるかなり高温状態から 100℃ 付近まで急冷したい場合は例えば沸点が高く安定なドデカンなどを熱媒体に選択すれば簡単に可能になります。相変化を応用しているので、加熱も冷却も思いのままにできる WW エバコン蒸発プラスの誕生です。このスーパージャケットの名前はエバコンジャケット（エバコン：蒸発凝縮の意味）と言います。このようにジャケットの加熱冷却の瞬間に近い切換が可能になったのは、釜内部にウオールウェッター翼を持っているからこそできる技であります。

図 14 により動作原理をもう少し説明しますと、ジャケット側は凝縮・蒸発による伝熱のため、ジャケット側伝熱抵抗は極めて小さく、ジャケット壁面の温度はジャケット内部の飽和状態の蒸気・液の温度に等しくなり、総括伝熱係はほぼタンク内側の

境膜伝熱係数値になります。WW を使う限りジャケット伝熱面積も一定です。

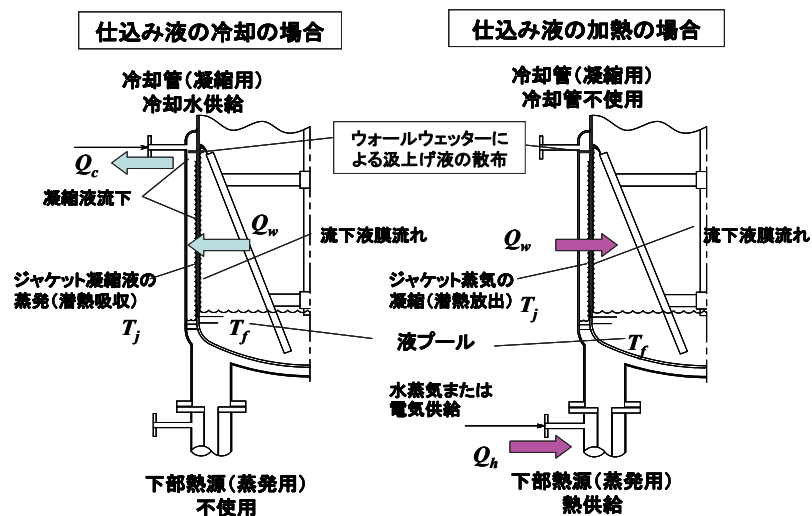


図 14 エバコンジャケットによる加熱・冷却の原理

**(1) 加熱の場合**：ジャケット上部の冷却管は使用せずに、下部の熱源  $Q_h$ （蒸気または電気ヒータによる加熱）により発生した蒸気をジャケット伝熱面に接触させて凝縮させ、その潜熱を釜内の仕込み液の加熱  $Q_w$  に使います。凝縮による蒸気減少（圧力低下）を補うように下部熱源により沸騰・蒸発を継続します。蒸気加熱の場合、ジャケットは同じ沸点に維持されながら、仕込み液の加熱が継続します。電気ヒータにより加熱する場合は  $T_f$  の上昇に追従して  $T_j$ 、 $P_j$  とも上昇しますので、 $T_f$  が目標値に到達すれば加熱を速やかに停止します。

**(2) 冷却の場合**：冷却に切換直後はジャケット上部の冷却管外壁でのジャケット内蒸気の凝縮により圧力が急低下して沸点が急降下しますので、下部のプール液は突沸し、激しくジャケット面を濡らします。この液が反応釜から熱を吸収して蒸発することによって反応釜が急冷されるのです。その後は冷却で凝縮した液をジャケット伝熱面に膜状に流下させ、釜内流体から熱  $Q_w$  をもらって蒸発させます。通常、ヒーター（下部熱源）は使用せず、 $Q_c = Q_w$  になるように、冷却水で制御します。冷却水の温度と流量を変えないで冷却する場合、タンク内流体の冷却が進む（ $T_f$  が低下する）につれてジャケット側の  $T_j$ 、 $P_j$  が自然に低下するため、温度差が維持され、冷却能力の

急な低下はなかなか起きません。

実際のテスト例として電気ヒータ加熱の場合の実験データを図 15, 16 に示します。ジャケットに水・水蒸気を封入し、反応釜のタンクにも水を入れ、加熱・冷却テストをした場合を図 15 に示します。加熱の場合は簡単に 140 °Cまで上昇して反応温度制御に対応する定温を保っています。冷却の場合はジャケット内に設けた冷却コイルに冷却水を導入するだけで急冷され、その後は約 60 °C一定に保たれています。

同じ装置で、ジャケットにドデカンを入れて沸騰させ、ドデカンの液と蒸気のみで共存状態で封入すれば、エバコンジャケットの準備完了です。ドデカンのように沸点の高い液の場合、コンデンサーから真空ポンプで補助的に真空に引くことで低温でジャケットを減圧にできます。蒸発タンクにも高沸点の液を入れ、電気ヒータでエバコンジャケットのドデカンを加熱して高沸点液の温度追従性能を見たのが図 16 です。

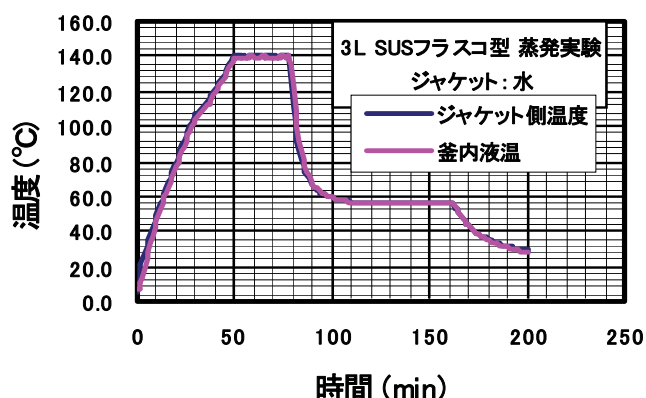


図 15 水を熱媒体とした加熱・冷却テスト

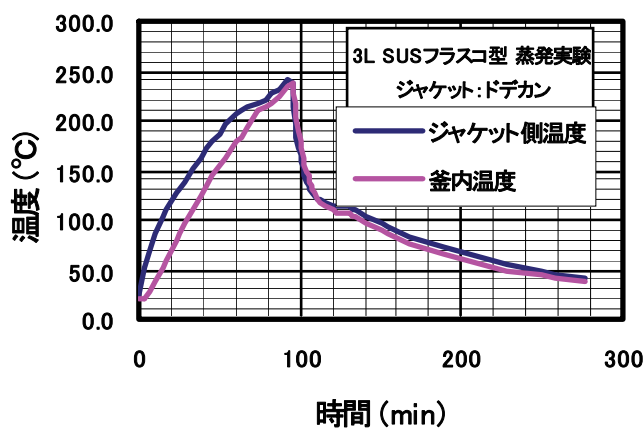


図 16 ドデカンを熱媒体とした加熱・冷却テスト

温度制御が重要なエマルションやポリマー溶液から溶剤を除去・回収したい場合、製品物性が変化しないように、減圧にして 40 ～ 60 °C まで沸点を下げて溶剤を蒸発させますが、その時、このエバコンジャケットを使いますとジャケット側も低い温度で相変化を伴う伝熱となり、非常に熱効率がよく、処理時間の短縮もでき、大いに威力を発揮します。また、反応が急激に進んで温度が急上昇して危険なときには、この冷却切換操作で反応釜を急冷して暴走を抑えることも可能であり、安全弁のような役目も期待できそうです。

## 6. おわりに

最初、ウォールウェッター翼は釜内の液プールの液を汲み上げて上部側壁のジャケットに散布して流下薄膜蒸発器のようにするアイデアから生まれました。一般の外付けのポンプを持つ流下薄膜蒸発器は圧力差により管内を輸送するので沸点近い液となるとキャビテーションの問題が起きやすいですが、ウォールウェッター翼は沸騰状態の液でも遠心力で持ち上げますので容易に汲み上げられる大きな利点があります。ジャケット付攪拌タンクの内部にウォールウェッター翼を装備した高効率蒸発装置はタンク底部に溜った液量が極少量になっても液を汲み上げ、散布できますので、伝熱面を常に焦げ付きがなく流下薄膜で濡れた状態にして蒸発速度を高く、かつ一定に維持できます。したがって、これを蒸留塔と組み合わせたWW蒸留プラスは蒸留操作を安定化できるだけでなく、今まで考えられなかった省力化、省エネルギー、省操作時間、省洗浄溶剤などを可能にする優秀なバッチ蒸留システムとなり、納入実績も多く、最近ユニットシステムとして特許が成立いたしました。操作が液量に依存しないことは、一つの攪拌タンクで反応、蒸発、蒸留、脱ガス、液の洗浄などをオールインワンでの処理を可能にし、装置間の輸送・移動に伴うロスを最小限にし、また、汎用性ゆえに装置の数量を減らせることもアピールしたい利点です。多数の方にコロネブスの卵のような発明だと言っていたいただきましたが、お陰さまで国内の工業用装置で

150 基以上の納入実績を挙げ、最大容量で 40 m<sup>3</sup> の蒸発缶までスケールアップできています。当社はプラントの設計、製作、建設、試運転まで引き受けますエンジニアリングメーカーとして、蒸発装置単体だけでなく、WW 蒸留プラスや WW チェンジトレイプラス、エバコンジャケットとの組み合わせ、晶析装置との組み合わせ (WW 晶析プラス) 等々、応用範囲を更なる考案により拡大拡張し、普及に努めて参る所存です。皆様のいろいろなご意見、ご要望にお応えして、新規プロセスはもちろん、既存の生産プロセスに対しても改善、高効率化に寄与させていただこうと考えています。

### 参考文献

- 1) 野田秀夫ら:「分離技術」**26** (6)、338-340 (1997)
- 2) 野田秀夫ら:「化学工学」**63** (6)、295-296 (1999)
- 3) Yamaji H., H. Noda & K. Kataoka: AIChE Annul Meeting, Presentation Record Paper #64a, Indianapolis (U.S.A.) (2002)
- 4) Igarashi, K. Y. Sasaki, H. Noda & H. Ooshima: Proceedings of 6<sup>th</sup> International Symposium on Separation Technology, Tokyo, Japan, CR-128, 381, (2002)
- 5) Igarashi K., Y. Sakai, M. Azuma, H. Noda and H. Ooshima: *Eng. Life Sci.* **3**, 159-163. (2003)

### 特許

ウォールウェッターに関する特許： 日本 No.3253212, No.3554239, No.3677227

WW 蒸留プラスに関する特許： 日本 No.4058410

WW 晶析プラスに関する特許： 日本 No.3525126