

モノマーの精留、縮重合反応などに有効なチェンジトレイ 「WW チェンジトレイプラス」

1. 概 要

バッチ蒸留塔あるいは反応器に併設する蒸留塔では、その操作時間内において、単蒸留工程から還流を必要とする精留工程、さらには常圧工程から高真空工程、また、窒素等の不活性ガスによる微量軽沸成分の追出し工程など多種多様な操作を順次行います。これらの条件を満たすオールマイティな塔は今までありませんでしたが、これら一連の工程の最適運転条件を満たす蒸留塔として開発されたのがチェンジトレイです。チェンジトレイは棚段式蒸留塔とバッフル型蒸留塔との間で運転中にいつでも外部から切り替えられる、圧力損失可変型蒸留塔です。蒸留塔がこの様な過酷な条件下で使用されている具体例として、縮重合反応釜の蒸留塔、高沸点モノマーの精製塔等があります。特に、モノマーの精製蒸留においては、重合防止のため運転操作条件はバッチ蒸留の各工程において、さらに厳しく制限されるので、従来のトレイや不規則充填塔及び規則充填塔では重合を起こさない運転条件の保証が困難でしたが、チェンジトレイを用いると理想に近い運転条件にすることができます。

脱溶媒で液面が低下する反応釜、蒸留釜に「ウォールウェッター」を使用すると液面変化に対して蒸発速度に変化がなく、温度コントロールも容易で運転をさらに安定化することができます。また、壁が常に濡れているので、伝熱面には焼付きやこびり付きなどがなくなり、洗浄も非常に楽になります。反応終了後、少量の溶媒で加熱面を洗浄できるため「チェンジトレイ」と「ウォールウェッター」を併用したWWチェンジ プラス システムは生産効率をさらに高めます。

2. 構 造——チェンジトレイの概念

チェンジトレイは①リフトトレイ型×2と②シーブトレイ型の3種類あり、図1に示した簡単な構造です。エステル化反応やエステル交換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運転操作範囲の広いリフトトレイ塔が活躍しています。しかし、チェンジトレイの開発のきっかけとなったのは、①リフトトレイよりももっと広い操作範囲を持つが、構造が単純である塔がほしい。②初期は常圧単蒸留、次に10段以上の分離効果を持つ溶媒蒸留で徐々に減圧運転をする、そして2～3段の精留効果を持たせながら圧力損失を抑えた高真空での高沸点物の蒸留ができないか？、③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えないか？等々のニーズからでした。従来は塔の段数を運転中に変更することなど不可能であり、塔の中で重合などの危険性がある状態であっても最後まで運転するか、または、追い出し用の太い配管を別に設けるしか方法はありませんでした。ここに開発したチェンジトレイは塔外部よりトレイの状態の設定ができる非常に簡単な仕掛けですが、上記の悩みを一気に解決し、大きな効果を発揮しています。蒸留塔が必要な時には棚段として作動し、棚の中間状態も塔の外部から調整ができるなど、圧損を外部から変えられるようにしています。蒸発操作で追出しの時にはトレイの一部を持ち上げて、大きな通路を確保し、飛沫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。

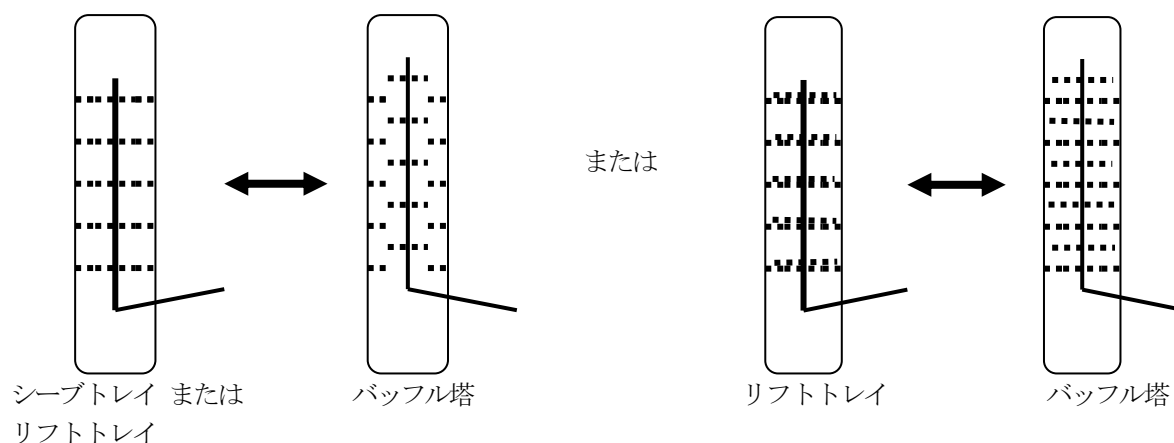


図1 チェンジトレイの概念図

3. チェンジトレイとウォールウェッター蒸発装置の組合せ

回分操作の場合には、単に蒸留だけを行うのではなく、単一の攪拌タンクで反応、脱溶媒、溶媒精製などを処理できないかとのニーズがありました。前述のように、チェンジトレイはこれらの悩みを解決したものです。このチェンジトレイの蒸留塔とウォールウェッターを結合した WW チェンジトレイプラスのシステムを図2に示します。脱溶媒で液面が低下するジャケット付攪拌反応缶や蒸留缶に「ウォールウェッター」を使用することで、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できるようになり、「チェンジトレイ」と「ウォールウェッター」を併用したWWチェンジトレイ プラス システムは生産効率をさらに高めることができます。また、単蒸留であっても多成分の場合など、初期と後期で留出する成分が異なり、移行する中間成分をカットしたい場合などでチェンジトレイを使い、液ホールドアップを一気に抜き出す構造にもできます。

4. チェンジトレイの実施例

エステル化反応、エステル交換反応では反応を効率よく有利に進めるために、反応副生成物である水分や軽沸成分を反応操作中に除去する必要があります。すなわち、反応初期と後期では蒸発量が大きく異なるので反応初期は常圧単蒸留で、次に10段以上の分離効果をもたせた溶媒蒸留で徐々に減圧運転をします。そして2～3段の精留効果を持たせて圧力損失を抑えた高真空での高沸点物の蒸留を行います。最後に飛沫同伴を抑え、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う必要があります。当社で開発したチェンジトレイは外部よりトレイの状態を設定できるので蒸留操作が必要な時には棚段として作動します。棚段の中間状態が必要な時も塔の外部から段数を調節でき、随時、圧損を外部から変えることができます。チェンジトレイは反応環境適応型の蒸留塔を構成します。

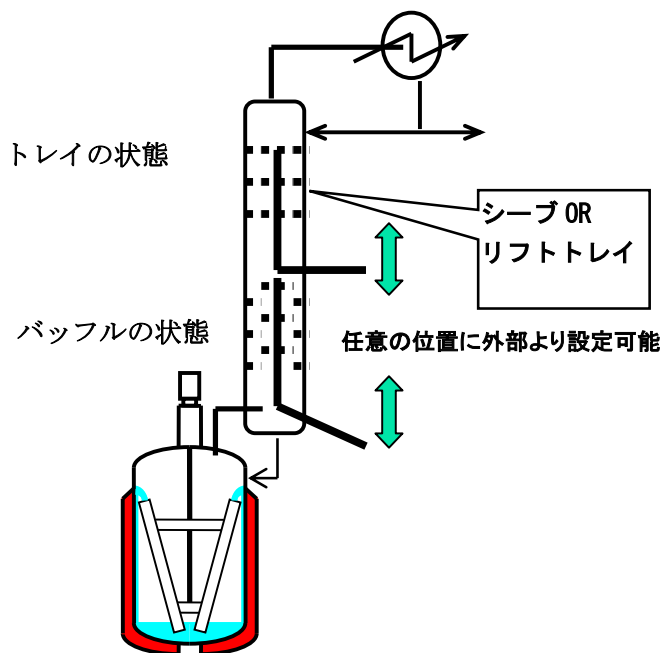


図2 チェンジトレイとウォールウェッターの組合せ

また、蒸発操作で追出しの時にはトレイの一部を持ち上げて、大きな通路を確保し、飛沫同伴防止を兼ねたバッフル塔として運転します。単なるバッチ蒸留でも中間成分の長時間の蒸留を必要としない場合は、チェンジトレイ下部にチムニーを設ければ、トレイを持ち上げてホールドアップされている中間成分を瞬時に系外に取り出せて蒸留時間の大幅短縮が図れます。チェンジトレイを必要な段数毎に、別々に動かすことで、分離条件に合わせて必要な段数だけを有効に利用することも可能になりました。

5. 結 び

お陰様でチェンジトレイは分離技術会より2004年に第13回分離技術賞を受賞いたしました。チェンジトレイは溶媒回収や水分などの逆反応性物質の除去、モノマー回収などを伴う回分反応操作で威力を発揮する反応環境適応型の圧力損失可変式蒸留装置です。反応初期・中期・後期で発生する蒸気が異なったり、反応場の雰囲気（圧力や温度）も異なったりする場合でも反応器にチェンジトレイ蒸留装置を付設しておけば、全工程を一つの装置で連続して行えますので大変便利です。反応器内の溶液量が反応の進行とともに減少する場合はジャケット伝熱面積を常に有効利用できるウォールウェッター反応プラスを使用すれば、温度制御も容易で安定した操作を行えます。現在、10基以上の納入実績があり、有効にご利用いただいております。（分離技術会第13回分離技術賞を受賞しています。）