遠心式高真空蒸留装置

池上 達治*・Robert K. LOHWATER**

(昭和48年4月10日受理)

Centrifugal High Vacuum Still

Tatsuji Ikegami* and Robert K. LOHWATER**

* (Osaka Vacuum Ltd., Sakaishi, Osaka)

** (Scientific Instruments and Equipment Plant, Bendix Corp., Rochester, N. Y., USA)

(Received Apr. 10, 1972)

1. まえがき

分子蒸留の原理が確認されたのは40年前である。遠心式高真空(分子)蒸留器が工業的に実用になったのは30年前のことである。遠心式以外の分子蒸留器は、以来数多くの考案がなされた。実験室あるいはサンプル蒸留用のポットスチル、分留式あるいは工業用のロータリースチル。実験室にも工業用にも多数実用されている流下膜式あるいはワイパーフィルム式分子蒸留器などそれぞれが次々と新しい構造をもって現われてきた。

しかし遠心式に関しては、実験室や工業用に使用されているほとんどすべてのものが、30年近く以前にヒックマン博士とその協力者が開発して発表した形式の装置である。電気的操作盤をはじめ、送液ポンプや部分的設計は今日まで改良を加えられているが、主体をなす蒸発器と凝縮器の基本寸法と設計は、当初のままであるのは驚くべきことである。

我国では戦後ビタミンAなどの濃縮に分子蒸留器が注目されて、大型油拡散ポンプを備えた工業用分子蒸留器が幾つも製作された。最も理想に近い分子蒸留器として遠心式分子蒸留器は米国から輸入されたが、それらは実験研究用の蒸留器に限られ、この十数年の間に数多くの試験研究がなされたと思われる。

今日では旧聞に属するこの型式の蒸留器の解説を求められるのは、工業用遠心式分子蒸留器が我国に輸入され始めたことと、それらを国内で製作される運びになったことに由来するが、それにましても近年精密化学工業や食品化学工業が急激に伸びる情勢にあつて、この種の蒸留器に対する関心が以前よりも強まっているからである。

う。

遠心式分子蒸留装置(Centrifugal molecular still, 以下CMSと記す)は、熱感受性の高い高沸点の有機化合物などの混合物を、低い温度で極く短時間内に蒸発させて分離できる機能において、比類がない程すぐれている。従来からこの装置について解説された成書があるが¹⁾²⁾、ここに本誌の読者のためにCMSの特徴を紹介し、近年の応用方面について触れることにする。

2. CMSの歴史のあらまし

分子蒸留は1922年にBrönstedとHevesyが水銀の同位元素を分離した時に始まり、1927年にはBurchが当時の石油残渣からApiezonと名づけた高真空油やグリースを分子蒸留によって生産し始めた。

1930年代に入つてアメリカでは石油精製、石油化学、薬品化学、食品化学などが発展して複雑な有機化合物や中間体が発見され、これら熱に不安定な物質を蒸留できる方法が必要になった。この頃油蒸気噴射式ポンプが実用化され、最初の商業的分子蒸留器がコダック社の一事業所であったDPI社で設計された。これは遠心式ではなく、ガラス製の流下膜式分子蒸留器である。同心円筒形をしていて、加熱された内筒の表面を原料が重力で流下しながら蒸発し、外筒の内面で凝縮する。外筒は真空槽の外壁を形成し、内部は油拡散ポンプを用いて 10^{-3} Torrに保たれる。

ポット・スチルでは原料が長時間加熱されて熱分解する危険があるが、流下膜式スチルはこの欠点を除いたものとして、その後現在まで色々と工夫を加えられながら数多く工業的にも実用されている。この形式では蒸発面に原料を均一に分配して一様に流下させることが最も重

* (株)大阪真空機器製作所(堺市鳳東町)

** ベンディックス・コーポレーション(米国ニューヨーク州ロチェスター市)

要であるから、上部で原料が供給されて溢流するところに数多くの切欠を設け、加熱内筒の表面にラセン状の溝をつけたり、回転円板で原料を振り撒いたり、蒸発面に針金や金網をまきつけたりしている。ワイヤブラシやチェーンやヘラのようなもので流下膜をなで回す構造もっているワイパーフィルム蒸留器も、一種の流下膜式蒸留器である。膜厚はより均一になり、流下速度も早められる。

しかし何れにせよ流下膜式では、原料は重力にたよって流下するから、蒸発面滞留時間をあまり短くできない。つまり、加熱時間と蒸留時の蒸気圧の積で表わされる熱分解危険度（後出）は、流下膜式は充分低くすることが困難である。

蒸発面通過時間を遠心力によって短縮しようとして成功したのが CMS である。加熱された円錐形ローターの内側の中心に原料が送りこまれると、遠心力により均一な薄膜となってひろがり、この間に蒸発した成分は、蒸発面と向い合った冷却面で凝縮する。蒸発しなかった残液は、ローター周辺のトイで捕集される。蒸発面を通過する時間は $0.02 \sim 1 \text{ sec}$ にすぎず、流下膜式やワイパー膜式で数十秒かかるのに比べて 2 桁も短縮できた。

CMS を開発して工業的に実用したのは、再びコダック社にいたヒックマン博士で、1930 年代後半である。1941 年までに DPI (Distillation Products, Inc.) の流下膜式分子蒸留器は遠心式に置きかえられた。DPI の真空機器製造部門は分離して CVC (Consolidated Vacuum Corp.) となり、残った DPI は分子蒸留による生産を行なっている。CVC (Rochester, NY) はその後オーナー会社が再三変わったが、CMS 技術者は残り現在は The Bendix Corp. の一工場となり、CMS を含む真空機器を製作している。

G. J. Coli (米国) は実験用に、5 in のローターをもつ遠心式分子蒸留器を作り、その特性を報告している (1949)。英国の P. Ridgway Watt は Vitamins Ltd. の研究所で、口径 6 in の脚付コップ状の遠心式スチルを作り、また生産用に同様の形で 24 in の径のスチルを製作した。さらに彼は径 48 in の倒立した植木鉢形の蒸発器をもつ遠心式スチルを自社で生産用に実用している。その他ソ連では、Hickmann の 60 in CMS とそっくりの形をした、36 in の遠心式スチルが発表されている (1958)¹⁾。

3. CMS の特徴

3.1 名称について

これまで分子蒸留と高真空蒸留と二つの呼称を使って

来た。CMS の操作圧 $80 \sim 1 \mu\text{Hg}$ は、真空技術でいう「高真空」ではない。しかし化学工業的に蒸留時の圧力で分類して、常圧から減圧、真空、高真空、分子蒸留と段階をつけるならば、CMS は高真空蒸留 (High vacuum distillation) といえる。

蒸発面と、これに向い合った凝縮面との距離が、蒸発分子の平均自由行程よりも短くて、蒸発分子が蒸発してから他の分子に衝突せずに冷却面に到達する確率が大きい高真空状態での蒸留を、分子蒸留というのであれば、CMS は厳密には分子蒸留ではない。

しかし、1922 年に Brönsted と Hevesy が水銀の同位元素を蒸留によって分離したように、蒸気圧の等しい物質でも分子量の差によって分離できる高真空蒸留法を分子蒸留 (Molecular distillation) とするのが本質的な定義であろう。Hickman は蒸発面と凝縮面との距離を蒸発分子の平均自由行程の数倍にして、つまり蒸発分子が他の分子に数回衝突しても、十分に蒸気の流れが凝縮面に向うことを示した。蒸気圧が高い条件で操作するから蒸発器の単位面積当りの蒸発量は増大し、しかも分子蒸留としての分離能をもっている。したがってこの場合

図1 概要図

と同様な CMS も分子蒸留といえる。

3.2 構造の概要

ローター径 14 in のヒックマン型の装置を例として、CMS の基本構造を説明する。図 1 で、原料貯槽に吸入されてあった原料は、送量を調節できるフィードポンプで円錐形蒸発器の中心部に送り込まれる。その間に原料を予熱できるように配管とポンプにはヒーターを設け、温度を調節できる。モーターで回転する蒸発器は背面からシースヒーターにより加熱され、その温度は残留液を検出して調節できる。原料液は遠心力によって薄膜になってローター面を拡がり通過する間に一部は蒸発し、残りは外周部のトイに捕集されて残留物貯槽に流下する。蒸発した留分は、蒸発器と向い合った冷却面（ガラスベルジャ）で凝縮して受器に流下する。

真空槽をなすベルジャ部は油拡散エゼクタにより排気され 80~1μHg に保たれる。残留物がローターから遠心力でとび出すところに熱電対をおいて、その指示によって蒸留温度を知る。

図のもので原料貯槽、受器および残留物貯槽をそれぞれギャーポンプと置きかえると連続式 CMS となる。

3.3 分離能力

常圧あるいは減圧蒸留の場合に、原料混合液中のある成分を濃縮するためには、関連する温度の範囲で平衡状態での液の組成 $x_1, x_2, \dots$ と、蒸気の組成 $y_1, y_2, \dots$ との関係が問題となる。

$$K = y/x \quad \dots\dots\dots (1)$$

とおくとき、 K を平衡比 (Equilibrium ratio) といい、ある成分に対する平衡比と、他の成分に対する平衡比との比を比揮発度 (Relative volatility) という。

$$\alpha_{12} = \frac{K_1}{K_2} = \frac{y_1}{y_2} \cdot \frac{x_2}{x_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

この α によって濃縮すなわち分離能力が決まる。

分子蒸留では、蒸発速度についてはラングミュアの式が適用できる。

$$N = \frac{PA}{\sqrt{2\pi MRT}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここに、 N =蒸発速度 (mol/sec), P =蒸気圧(dyne/cm²), A =蒸発面積(cm²), M =分子量, R =気体定数 T =温度 (°K) とする。

蒸気圧を p (Torr) で表わすと蒸発速度 w (g/cm²・sec) は不規則な分子衝突による減少を無視しておくとし、

$$w = 0.0583 p \sqrt{M/T} \quad \dots\dots\dots (4)$$

となる。2 成分について蒸発速度 w の比は、

$$\frac{w_1}{w_2} = \frac{p_1}{p_2} \cdot \frac{\sqrt{M_1}}{\sqrt{M_2}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

となり、これをモル比で表わすと、

$$\alpha_m = \frac{n_1}{n_2} = \frac{p_1}{p_2} \cdot \frac{\sqrt{M_2}}{\sqrt{M_1}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

この α_m を分子比揮発度 (Molecular relative volatility) といい、CMS の分離能力は α_m によって決

図2 分子量と蒸留温度

まる。すなわち蒸気圧の他に分子量が関係してくる。

一般に同じ温度では、分子量の小さい物質は、分子量の大きい物質より蒸気圧が高いから、(6)式により α_m が 1 になることはまれである。

通常の蒸留では分離効果を表わすのに、比揮発度とラウールの法則とから計算される理論段数という概念を用いる。単蒸留 (Simple distillation) に比べて精留 (Rectification) や分留 (Fractionation) では段数が多く数十以上にもなる。

分子蒸留でも理想的な場合を考えて理論分子段数 (Theoretical molecular plate, TMP) という概念を用いると、普通の操作条件の場合に TMP は、撹拌しないポットスチルでは 0.3~0.4, 流下膜式分子蒸留器では 0.8, CMS では 0.85~0.95 といわれている。

3.4 分子量と蒸留温度

通常の蒸留では、混合液の平衡曲線に示される沸点曲線と凝縮曲線の間の状態で蒸留が行なわれ、沸点に達しないと蒸留が始まらない。分子蒸留では(6)式の分子揮発度が基本になるので、沸点に達しなくても蒸留できるが、留分を多くとろうとすれば時間がかかる。

CMS では蒸留時間が非常に短かく制限されるから、適当な原料供給流量にする必要があるとともに、一つの物質に対して適当な蒸留温度が決ってしまう。種々の分子量の物質について蒸留試験を行なって、その蒸留温度と分子量との関係をプロットしたのが図2である。一本の直線に乗らないが、化学構造と分子量によってある関係があることがわかる。

3.5 原料供給流量と蒸留温度

前述のように分子蒸留では蒸留開始温度は一定でないが、CMS で実際に蒸留操作をする場合には操作圧力はほぼ一定であるから、留出液と残留液の割合が希望する条件になるように、原料供給流量と蒸発面温度の組合わせを、実験によって適切になるよう選ぶ。

A と B 2 種の物質の混合液を蒸留するとき、最も能率よく B から A を分離できる原料供給流量と蒸発面度の条件が見出されたとする。この場合に、温度を変えずに流量を少なくすると、留出する A の中に B が混入する。また流量を変えずに温度を下げると、A の留出量が減って残留液中に残るようになる。

CMS にかける前に、原料液に含まれている低沸点物、水分、溶存ガスなどは、予め脱ガス装置で十分除去されていなければならない。でなければ蒸発器温度を高めにしたり、原料供給流量を低めにししたりする必要を生ずる。これは一般の分子蒸留器と同様であるが、CMS では原料液は遠心力によって蒸発面におさえつけられる力を受けるから、液の発泡による障害は防止される。

3.6 蒸発面での膜厚と流速

流下膜式分子蒸留器では蒸発器面上の膜厚は 0.5~1 mm であるが、CMS では遠心力によって蒸発面上に拡げられる結果、液の膜厚は数ミクロンとなる。

分子の大きさが 5~25Å の脂肪酸の場合には、分子を約 3000 個重ねた厚さの膜が最も適当であるとすれば、CMS では丁度その程度の膜厚になっている。

蒸発面で原料液が拡がる流速は次式で得られる。

$$V = \frac{\gamma r (2n)^2 D^2}{3\eta} \dots\dots\dots (7)$$

ここに、V=液の流速(cm/sec), γ =(g/cm³), r =円錐形ローターの半径(cm), n =回転数 (rev/sec), D =膜厚(cm), η =液の粘度 (poise)

この流速で蒸発面上を通過する時間は 0.05~1sec となり、極めて短時間に薄膜状で加熱されて蒸発する。

3.7 蒸発面積

工業用の分子蒸留器の容量を表わすのに、蒸発面の大きさが一つの目安になる。

蒸発面が 1300mm ϕ ×100mm^H の標準的な工業用流下膜式分子蒸留器の蒸発面積は約 4m² である。また植木鉢形で開口部の直径が 1500mm ϕ の蒸発器をもつ CMS の蒸発面積も約 4m² である。この位の流下膜式スチルでは蒸発面を原料液が入れ替わるのは 20sec 位かかるから 1 分間の有効蒸発面積は 12m² となる。ところが CMS では 1 sec で原料液は蒸発面を通過するから、1 分間に 60 回入替わる勘定になるが、少く見積っても有効蒸発面積は流下膜式の 10 倍位になる。

3.8 熱分解危険度

真空蒸留のねらいは、処理物質の熱による分解あるいは重合を出来るだけさけることであり、分子蒸留では最も低温で蒸発させることによって、熱分解などの危険も

表 1

蒸留器名称	加熱時間	操作圧 (μ Hg)	熱分解危険 度 (D)	分解危険 指数(D _n)
実験用ポット スチル	1 hr	760×10 ³	2.8×10 ⁹	9.4
同上	1 hr	1	3.6×10 ³	3.56
実験用流下膜 式蒸留器	20 sec	1	20	1.3
2in ワイバフ イルム蒸留器	5 sec	1	5	0.7
5in 遠心式蒸 留器	0.02sec	1	0.02	-1.7
14in 遠心式蒸 留器	0.1 sec	1	0.1	-1.0
5 ft 遠心式蒸 留器	1 sec	1	1	0.0

少ない。また熱分解の危険は、加熱時間の長さに比例して大きくなると思われる。同じ分子蒸留でも、マルチポット分留装置では蒸留温度に 1900 hr も加熱されるが、径 5 in のローターをもつ CMS では 1 回の蒸留中 0.01 sec しか加熱されない。

蒸留温度に保つ時間を短くするために、予熱器を設けることは常に行なわれている。

Hickman は蒸留時における熱分解率は、その時の温度 $T(^{\circ}\text{K})$ に対する関係と全く同様の関係を蒸気圧 p に対して有するとして、熱分解危険度(Thermal decomposition hazard, D) を操作時の蒸気圧 p (μHg) と加熱時間 $t(\text{sec})$ との積で表わした。

$$D = t \cdot p \quad \dots\dots\dots (8)$$

また D の対数を分解危険指数 (Decomposition hazard index, D_h) とした。

$$D_h = \log D \quad \dots\dots\dots (9)$$

表 1 に典型的な分子蒸留器の D , D_h の値を示す。

3.9 高分子物質を蒸留できること

たびたび述べるごとく、高真空蒸留装置は、蒸気圧の低い高分子物質を、分解や重合の危険の少ない低い温度で蒸留して分離しようとするものである。分子蒸留装置は設備費も運転費も一般に高くつくので、当然この面から応用の分野が制限される。

CMS で処理できるのは分子量 150 以上の物質であり、特に 250~4000 の分子量の有機化合物やシリコン化合物は分子蒸留でなければ効果的に処理できない。前述の如く CMS は単位時間当りの有効蒸発面積が大きく、熱分解危険度が極めて低いから、近年高品質を要求される高分子物質の分離に、十分経済的に応用できる。

4. 応 用

以上述べたような特徴をもつ CMS は、どんな物質の蒸留に工業的に実用されているのか、また応用されんとしているのが最も興味のあるところであろう。とくに日本では分子蒸留法の研究は戦時中に始まったそうであるが、CMS は最近まで試験研究的に使われてきただけで、工業的規模で実用されるようになったのは全く近年である。

ビタミン

戦後間もなく魚肝油からビタミン A を濃縮するのに、大規模の工業的分子蒸留 (流下膜式, ワイパーフィルム式) 装置が設備された。アメリカでは CMS による濃縮が行なわれたが、原料の魚肝油の品位がわるく、その上合成法が完成したので、CMS による製造は止められ

表 2

	原 料	留 出 液
モノグリセライド	60.80%	95%以上
ジグリセライド	33.21%	4.42%
トリグリセライド	5.03%	0.22%
グリセリン	0.62%	0.08%
遊離脂肪酸	0.14%	0.28%
収 率		50%以上

た。

我国では合成ビタミン E を CMS で蒸留して 98% 以上の純度のものを製造している。また天然のビタミン K_1 および K_2 も CMS で濃縮されている。

モノグリセライド

食品添加物として最も多量に売れるのは乳化剤 (表面活性剤) で、その内 80% は脂肪酸グリセリンエステルである。モノグリセライドを含む原料を CMS で処理すると高純度のものが得られる。食品には高純度のもの (アメリカでは 90% 以上) のみ使用を許される。

菓子のショートニング、マーガリン、アイスクリームピーナッツバター、クッキーなどの焼き菓子などに用いられる。モノグリセライドを用いてパンを作ると、細い孔の均質で 7 日間も柔らかいものができる。豆腐の製造にニガリを用いずに、モノグリセライドで作るとなめらかで均質のとうふができる。

工業用の CMS-60 を使用すると、原料供給流量 860 kg/h にして、留出分としてモノグリセライド 430kg/h を得る。表 2 はこの処理の例で、原料温度 80 $^{\circ}\text{C}$ 、蒸発温度 160 $^{\circ}\text{C}$ 、操作圧力は 0.02 Torr である。

シヨ糖エステル

砂糖の脂肪酸エステルで、常温では固体 (粉末) になっている。加熱して液体にしても非常に粘度が高く、熱分解し易い。CMS で処理したものはガードナー色値 1 になり、すぐれたメタリックラッカー安定剤となる。

トール油ピッチ

廃棄物扱いをせずに、これから CMS によって、残存ロジン酸を多量に回収できる。安価な土木資材から高価な樹脂が得られるわけである。

ダイマー酸

脂肪酸ポリマー混合物からまずモノマーを除いたものを CMS で処理すると、純度の高いダイマー酸が得られる。これは塗料に添加して被膜の柔軟性を増大させ、乾性油の硬化時間を短縮させる。またポリアミド樹脂として、圧着テープやラミネート業界で多量に用いられ、CMS で処理したものは最高の品質を与えるといわれ、航空機用に採用される。

表 3

OH=overhead(取得効率% = 取得量/原料中の製品量)
 MOH=maximum overhead(取得効率を最大にすること)

原 液	蒸 留 の 目 的	結果・その他の成果
アセトリブチルサイトレート	脱色 MOH	99%OH
アミノ置換ウレタン	モノマー2%の除去	95%OH(可塑剤)
芳香族炭化水素	MOH	87%OH
塩素化芳香族炭化水素	95~99%OH	95%OH
プロモトリフロエチレンポリマー	モノマーの除去 MOH	66%OH
ブタジエン-アクリル酸ポリマー	MOH	12%OH (ポリマー分子量は1~300)
ブチルベンジルフタレート	脱臭 脱色	95%OH(可塑剤)
ブチルステアレート	脱色 MOH	45%OH(可塑剤)
キャンデリラ ワックス	色値改善 MOH	68%OH
カプリル ワックス	色値改善 MOH	93%OH
カルナウバ ワックス	色値改善 MOH	67%OH
塩素化炭化水素	MOH	73%OH
ココア・バター	脱臭	非鹼化物を0.5%以下まで除去
やし油-粗油	脱臭 遊離脂肪酸のみの回収	15%OH (90%OH以上蒸留可能)
たら肝油-酸化物	精留	40%OH
コーヒー油-抽出物	香りと風味の素の回収	90%OH
コーヒー油-粗油	精留ステロール MOH	95%OH (10%~12%ステロール)
綿実油	脱色 脱臭	98%OH
綿実油-過酸化物	精留	49%OH
シリンダーストック (石油精留塔の残留物)	精留	62.1%OH
脱水ブチンジオール-粗油	MOH	36%OH
ジソシアネートクロロフォルム 混合物	分離	製品70% クロロフォルム15%回収
ジソデシルフタレート	脱臭 脱色	99%OH(可塑剤)
ダイマー酸	70%OH以上回収	73%OH
蒸留みつろう	色値改善	黄色から乳白色に グレードアップ
エルシリアミド	脱色 MOH	93%OH
ジステアリルアミン	MOH	92%OH
脂肪酸ニトリル-ピッチ	ポリマーからモノマー およびダイマーの分留	56%OH(ダイマー)
グリセロールモノステアレート	90%OH以上回収	94%OH
ヒュームロン化合物	精留	72%OH
ヨウ化エステル	精留 MOH	95%OH
ラウリンアミド	脱色 MOH	86%OH
葉たん白質抽出物	カロチンとキサントフィル の回収	38%OH
かつ炭ワックス	MOH	32%OH

原 液	蒸 留 の 目 的	結果・その他の成果
あまに油ピッチ	ダイマー酸の回収	23%OH
液状エポキシ樹脂	精留	40%OH
リラル-粗油	MOH	66%OH(香料ベース)
メチル ショ糖エステル	軽質分20%を蒸留	20%OH
マイクロクリスタリン ワックス	脱色 脱臭	96%OH(石油留分)
混合植物性脂肪酸	MOH	84%OH
混合植物性グリース	溶剤除去 明色化 のための精留	11%OH
モノノールフェノール	MOH	90%OH
モンタン ワックス	色値改善 MOH	50%OH
オレイルアミド	脱色 MOH	95%OH
香料精油	MOH	19%OH
石油釜残油	精留	50%OH
石油-鉱物油	精留	86%OH
石油-重質	精留(白濁残留物)	96%OH
石油-還元	バナジウムの除去	75%OH
石油釜残油-スラック ワックス	1パスで75%回収 MOH	1パスで78%OH 全部で83%
多価アルコール	MOH	60%OH
ポリオキシアルキレングリコール	モノマー10%の除去	18%OH
ポリオキシエチレン	色値改善	87%OH
ポリフェニールエーテル	廃棄混合液からの回収	90%OH
米ぬか油	精留	95%OH
さめ肝油	ビタミンAの濃縮	87%OH(グラム当り 50000単位から500000 単位に濃縮)
シリコン油	MOH	95%OH(粘度5~600CP)
シリコンポリマー	低重合物3%を除去	3.5%OH(粘度10000CP)
ソルビタンセスキオレート	色値改善 MOH	60%OH
ステアリン酸-粗油	MOH 純度向上	90%OH
大豆油	精留	94%OH
大豆油ピッチ	ダイマー酸の回収	50%OH
砂糖きびワックス	MOH	44%OH
トール油-粗油	精留	87%OH
トール油-塔頂分	2~3の留分を取得	98%OH
トール油-ピッチ	ロジン酸の分留	37%OH
トール油-重合脂肪酸	ダイマー、トリマーから モノマーを精留	80%OH
すずカプリレート	カプリル酸の除去 MOH	38%OH (酸化しやすい全炭素有機物)

表4 BENDIX社 遠心式分子蒸留装置要項

	CMS-5 A形	CMS-14 A形	CMS-15A形	CMS-13A形	CMS-36形	CMS-60形
最大原料供給流量	~0.9 kg/h (4段切換)	~23kg/h (無段変速)	~39kg/h (無段変速)	~39kg/h (無段変速)	~180 kg/g (無段変速)	~900kg/h (無段変速)
操作形式	回分式	回分式	連続式	連続式	連続式	連続式
原料貯槽) 残留物貯槽)	内蔵	内蔵	なし	なし	なし	なし
予熱脱ガス処理	ローターで処理	ローターで処理	脱ガス装置内蔵	別置	別置	別置
操作圧力	1~10 μ Hg	1~10 μ Hg	1~10 μ Hg	1~10 μ Hg	1~20 μ Hg	1~20 μ Hg
真空ポンプ系						
油拡散エゼクタ	30 l/s	320 l/s	320 l/s	320 l/s	2900 l/s	5800 l/s
油回転真空ポンプ	150 l/min	300 l/min	300 l/min	300 l/min	3000 l/min または抽気量 1 ~1.5kh/h の蒸 気エゼクタ	6500 l/min または抽気量 3 ~4 kg/h の蒸 気エゼクタ
電源容量	115V, 15A	230V, 35A	230V, 50A	230V, 45A	230V, 31kVA	230V, 110kVA

図3 CMS-60

無水ラノリン

羊毛からとれる粗製ワールグリースは、黄土色の柔いワックスで獣毛の臭いがする。これを CMS で蒸留して得られる無水ラノリンは、無色無臭で純度が高く、化粧品用に重用される。世界的に CMS が用いられているのは、非常に経済的であるという理由による。

エポキシ樹脂

液状エポキシ樹脂を CMS で処理すると、色値や粘度が下がり品質が向上する。さらに変成の工程で用いた触媒が、CMS処理によると完全に除去されているから、シエルフライフがのびるという利点があり注目されてい

る。

この触媒とシエルフライフの関係は、エポキシ樹脂以外の応用面でも重要である。モノグリセライド、ダイマー酸、可塑剤、脂肪酸アミドおよび脂肪酸アミンの場合でも、CMS処理したものには触媒が残存しない。

実験室用や試験蒸留用の CMS は我国に20台近くあり、全世界では1000台以上になる。これらでテスト蒸留された結果を集めたのが表3である。

1970年に工業的 CMS で16万ton以上の原料が処理された。しかし他の蒸留器に比べると未だ CMS の台数は少ない。

5. 実際の CMS 装置

現在自由世界で試験用および工業用に実用されている CMS は、殆んどすべて Bendix (CVC) 社の製品で、これらを表 4 に示す。5A 形は外径 5in, 14A, 15A, 13A の 3 形式は同じ 14in の外径のもの、36 形は外径 36in の円錐形の蒸発器をもち、それらの頂角は鈍角をなしている。60 形は回転軸が垂直で、外径約 1500mm の植木鉢形の蒸発器をもち、その加熱面は上下に 4 分割され、それぞれ精密に温度制御できる。ローターの内部に設けた凝縮器も、それぞれに相当して上下 3 段で分割され、別々に温度調節して、凝縮液を別々に抜出せる構造になっている。これらの連続式蒸留器は並列にも直列にも組合わせることができる。図 3 は 60 形の外観である。

他の形式の分子蒸留器と同じく、原料は CMS に送り込まれる前に、0.5~5 Torr で処理される適当な予熱脱ガス装置によって、水分や低沸点物などを 1% 以内にまで除去しなければならない。

6. あとがき

CMS の経済性についても記すつもりであったが紙類

が尽きた。上記の各項目も説明不足の感がある。

CMS はこの数年の間に世界的に目覚ましく増設され新しい応用面が開発されつつある。食品添加物の高純度化、品位向上は食品公害の予防につながる。合成化学の中間体の夾雑物除去によって、後の工程の合理化が可能になり、最終製品の品質向上と共に大きく経済的に寄与するであろう。種々の公害の防止にも役立てる応用面の開発にも期待したい。

〔文 献〕

- (1) Peter Ridgway Watt : *Molecular Stills* (Chapman and Hall, London, 1963).
- (2) 中川 洋 : 真空蒸留 (日刊工業新聞社, 真空技術講座 7, 1964)
- (3) R.K.Lohwater : Research & Development (1965)
- (4) R.K.Lohwater : Vacuum 17 (1967) p.1.
- (5) R.K.Lohwater : R. & D. (1971) p.36.

ニュース

関西支部研究例会

日本真空協会関西支部では、5月17日午後2時半から京都大学理学部化学教室第2講義室で研究例会を開いた。当日の講演はつぎの通り。

1. ふっ化リチウム表面のカリウムの散乱
………… (京大理)友田信二, 楠 勲, 小寺熊三郎
2. 極高真空計の一試案
…………… (大阪市大工) 兼松 太, 美馬宏司
3. グリッド近傍の電位分布の測定
…………… (大阪市大工) 兼松 太, 藤井康夫

第9回低温工学研究発表会

低温工学協会(東大物性研内, Tel. 03-402-6231)主催の冷凍・低温技術, 超電導, 磁気浮上などに関する研究発表会が開かれる。同時に「冷凍液化技術の現状と問題点」というシンポジウムも計画されている。講演81件

期 日 1972年5月10日(水)~12日(金)

会 場 三会堂ビル

東京都港区赤坂 1-9-13

(Tel. 03-582-7451)

都バスは溜池下車2分, 虎の門下車5分,

国電新橋からタクシーで7分。

地下鉄は虎の門下車5分。