

桐山 バイオエタノール・IPA類脱水精製装置

(特許出願済)



〈概要〉

写真は理論段数 約10 段の蒸留塔で回分蒸留を行った実験です。処理量はエタノール換算で、200g/ 時となります。



稼働実験例

〈カスタマイズ〉

桐山蒸留膜分離装置は、大量生産を行う様な場合にも塔中間から原料を供給し同時に釜から排水を抜き出す『連続蒸留膜分離装置』の対応も可能です。ご相談をお待ちしております。



- ① 蒸留分縮器から出る濃厚なエタノール等の蒸気をそのまま膜分離に導く。



- ② 三重構造から成るゼオライト製膜分離装置で水分を、選択的に除去する。



- ③ 100% に近い純粋なエタノール等を得る事が出来る。

写真は連続蒸留タイプです。分留塔の途中から原料をフィードしてボトムフラスコよりオーバーフローさせる事で大変シンプルに連続蒸留膜分離が可能です。(オーバーフロー水には、ほとんどエタノール成分は含まれていません。)



連続蒸留タイプ



分留塔の原料フィード部です。右側は温度センサーです。



ボトムフラスコのオーバーフロー部分です。冷却器より排水します。



ゼオライト 800mm2 連タイプ



ゼオライト 400mm4 連タイプ

エタノール蒸留&膜分離

[実験データ]

時間 (分)	蒸留		膜分離										備考	
	温度(°C)		熱媒 °C	圧力 mmHg	エタノール部				透過水					
	塔頂	釜			得量 (g)	純度 (wt%)	純分 (g)	回収率 (%)	得量 (g)	エタ純度 (%)	純分 (g)	回収率 (%)		
	予熱40分													
	還流1時間													
0			107	3	0		0	0	-	-	-	-	-	留出開始
15	78.3	96.6	107	3	25.0	99.7	24.9	6.2	-	-	-	-	-	Fr.1
45	78.2	98.0	107	3	90.9	99.8	90.7	28.9	-	-	-	-	-	Fr.2
105	78.3	99.5	107	3	155.5	99.9	155.3	67.7	-	-	-	-	-	Fr.3
125	79.0	99.7	107	3	70.4	99.9	70.3	85.3	-	-	-	-	-	Fr.4
135	95.0	99.6	107	3	25.2	99.8	25.1	91.6	-	-	-	-	-	Fr.5
	製品エタノール				367.0	99.9	366.5	91.6	-	-	-	-	-	Fr.1~5
	装置内残留液				27.2	88.6	24.1	6.0	-	-	-	-	-	
	合計				394.2	-	390.6	97.6	30	1.8	0.5	0.1	液全体	

<註>

原料: エタノール水溶液 8,000g (純度5%wt、純分400g)を仕込んだ。

エタノールは試薬を変性して使用した。

操作: 蒸留装置の塔頂から出たエタノールリッチな蒸気を直接膜分離装置へ導入した。

蒸留装置: カラム内径60mmφ × 充填高700mmH、ステンレスネット充填、

理論段数約10段、分縮器付(水道水にて冷却)

釜容量10L、パイプヒーターにて加熱(240V用スライダックで調整)、

釜液はモーターにて循環した。

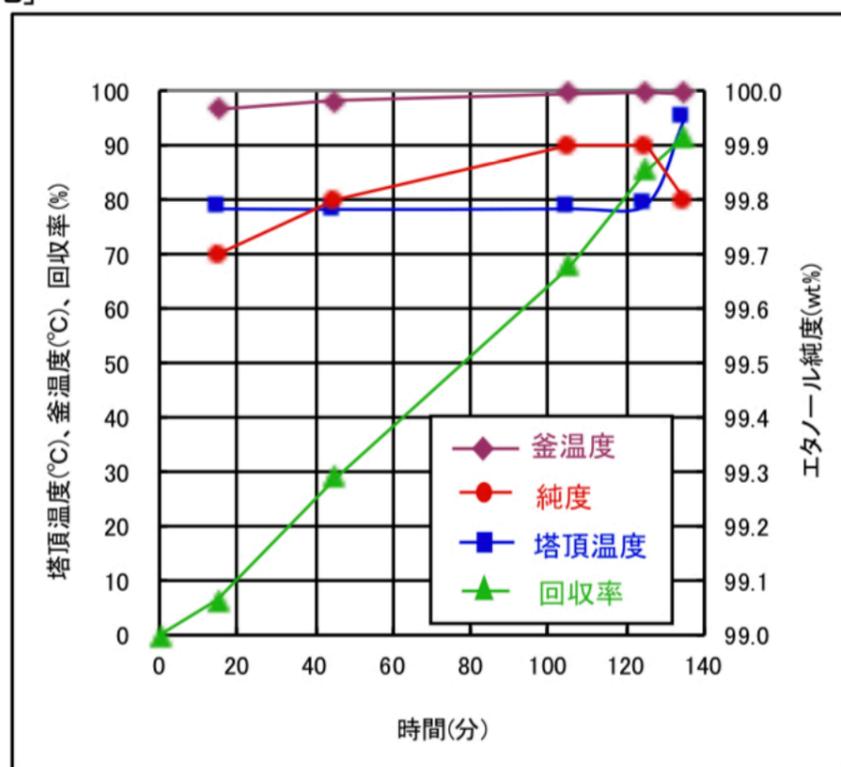
膜分離装置: 分離膜はゼオライト4A(三井造船株式会社製)、パイプ外径12mmφ、

長さ400mmH × 4本のモジュールを使用した。

第1から第4の分離用モジュールパイプは外二重管とし熱媒で加熱した。

パイプ内側は真空とした。水だけが膜中を蒸気となってパイプ内部へ透過する。

[データのグラフ化]



<結果>

純度5%wtのエタノール水を精製処理して、純度99.9%wtのエタノールが回収率91.6%で得られた。残留液からの回収を考慮する回収率は97.6%となる。

イソプロピルアルコールの蒸留&膜分離

[実験データ]

時間 (分)	蒸留		膜分離										備考		
	温度(°C)		熱媒 °C	圧力 mmHg	IPA部				透過水						
	塔頂	釜			得量 (g)	純度 (wt%)	純分 (g)	回収率 (%)	得量 (g)	エタ純度 (%)	純分 (g)	回収率 (%)			
	還流1時間														
0					0		0	0	-	-	-	-	-	-	留出開始
12	79.7	98.1	115	4	6.9	99.6	6.9	2.9	-	-	-	-	-	-	Fr.1
17	79.8	98.5	115	4	9.4	99.7	9.4	6.8	-	-	-	-	-	-	Fr.2
22	79.8	98.8	115	4	8.2	99.7	8.2	10.2	-	-	-	-	-	-	Fr.3
33	80.0	99.3	115	4	35.2	99.7	35.1	24.8	-	-	-	-	-	-	Fr.4
37	79.9	99.5	115	4	24.9	99.6	24.8	35.1	-	-	-	-	-	-	Fr.5
48	79.9	99.7	115	4	32.5	99.7	32.4	48.6	-	-	-	-	-	-	Fr.6
54	80.0	99.9	115	4	29.5	99.7	29.4	60.9	-	-	-	-	-	-	Fr.7
60	80.0	100.0	115	4	34.8	99.5	34.6	75.3	-	-	-	-	-	-	Fr.8
69	89.5	100.1	115	4	12.8	99.5	12.7	80.6	-	-	-	-	-	-	Fr.9
80	99.9	100.7	115	4	17.1	99.3	17.0	87.7	-	-	-	-	-	-	Fr.10
	製品IPA				211.3	99.6	210.5	87.7	-	-	-	-	-	-	Fr.1~10
	装置内残留液				11.4	-	11.4	4.8	-	-	-	-	-	-	-
	透過水				-	-	-	-	58	2.2	1.3	0.5	-	-	-
	合計				222.7	-	221.9	92.5	58	2.2	1.3	0.5	-	-	-

<註>

原料: IPA水溶液 8,000g (純度3%wt、純分240g)を仕込んだ。

操作: 蒸留装置の塔頂から出たIPAリッチな蒸気を直接膜分離装置へ導入した。

蒸留装置: カラム内径60mmφ × 充填高700mmH、ステンレスネット充填、

理論段数約10段、分縮器付(水道水にて冷却)

釜容量10L、パイプヒーターにて加熱(240V用スライダックで調整)、

釜液はモーターにて循環した。

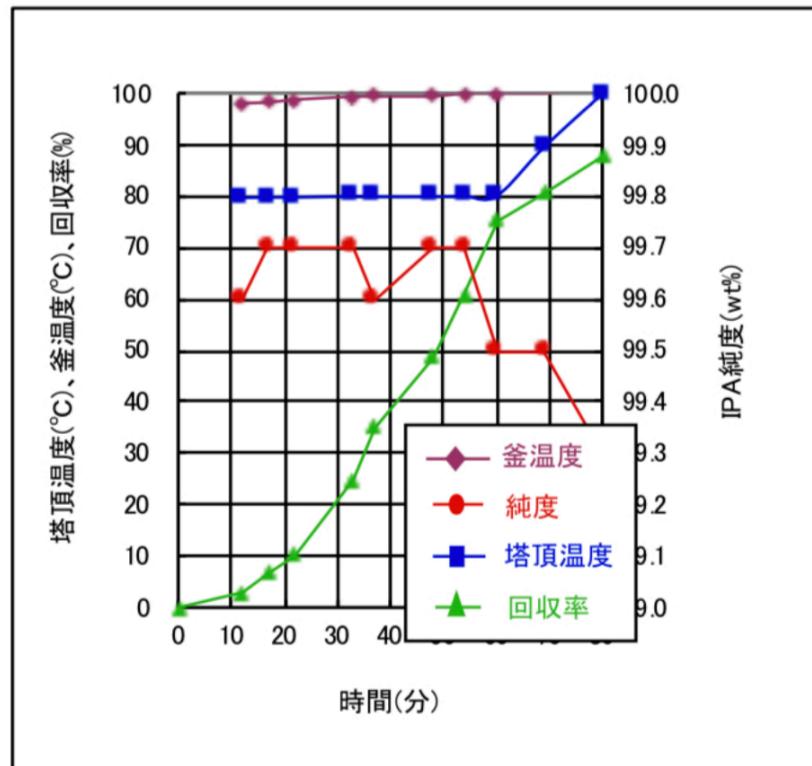
膜分離装置: 分離膜はゼオライト4A(三井造船株式会社製)、パイプ外径12mmφ、

長さ400mmH × 4本のモジュールを使用した。

第1から第4の分離用モジュールパイプは外二重管とし熱媒で加熱した。

パイプ内側は真空とした。水だけが膜中を蒸気となってパイプ内部へ透過する。

[データのグラフ化]



<結果>

純度3%wtのIPA水を精製処理して、純度99.6%wtのIPAが直接回収率87.7%

で得られた。膜下残留液からの回収を考慮すると回収率は92.5%となる。

透過水へのIPAの損失は0.5%と少ない。その他、約7%は蒸留塔及び装置内ロスである。

桐山 エタノールなど溶剤類の脱水・精製装置（特許出願済）

弊社では、今回蒸留と膜分離操作を組合せて、エタノール、イソプロピルアルコール、*n*-プロパノール、*n*-ブタノール、アセトニトリル、THF、酢酸エチル、アセトン等の有機溶剤中に含まれる水分を効率良く除去する装置を開発しました。

最近話題になっているバイオエタノールの脱水・精製を始めとして、各種化学反応に使用される溶剤類の脱水・再利用にも効力を発揮します。

特に最近の化学反応は、不斉合成反応のように極微量の水分でも触媒毒になる反応が多く見られ、触媒の脱水は非常に重要な位置を占めるようになってきています。

本装置は、蒸留で得られる高濃度溶剤蒸気を冷却することなく、蒸気のまま直接に膜分離装置に導き、100%近い溶剤を一段で製造するガラス製の装置です。溶剤類の回収率も良好で95%以上が可能となります。

本方法は、従来の方法に比べて省エネ型で、そのまま工業装置にスケールアップできるのはもちろん、連続自動化運転の仕様も可能です。

蒸留の理論段数、膜分離のユニット数、滞留時間を大きくすることによって、溶剤類の純度、回収率が高められます。

なお、実験で使用した分離膜は三井造船(株)製のゼオライト膜です。

工業装置のための基礎実験データの採取、スケールアップ検討にも最適と思いますので宜しくご検討ください。

本装置はお打合せにより製作致します。釜サイズや材質（ステンレス等）、ゼオライト膜の本数、制御機器類などご使用条件に適合したご要望にお応えいたします。

有限会社 桐山製作所

〒116-0014 東京都荒川区東日暮里 2-31-11

電話：03-3802-0005、ファックス：03-3801-1170

E-mail：info@kiryama.co.jp

URL：https://www.kiryama.co.jp