

桐山脱水反応蒸留装置

本機一台で、反応と蒸留の操作を組合せた分離ができます。



世界初の斬新な多目的分離装置です。

- 基本原理 -

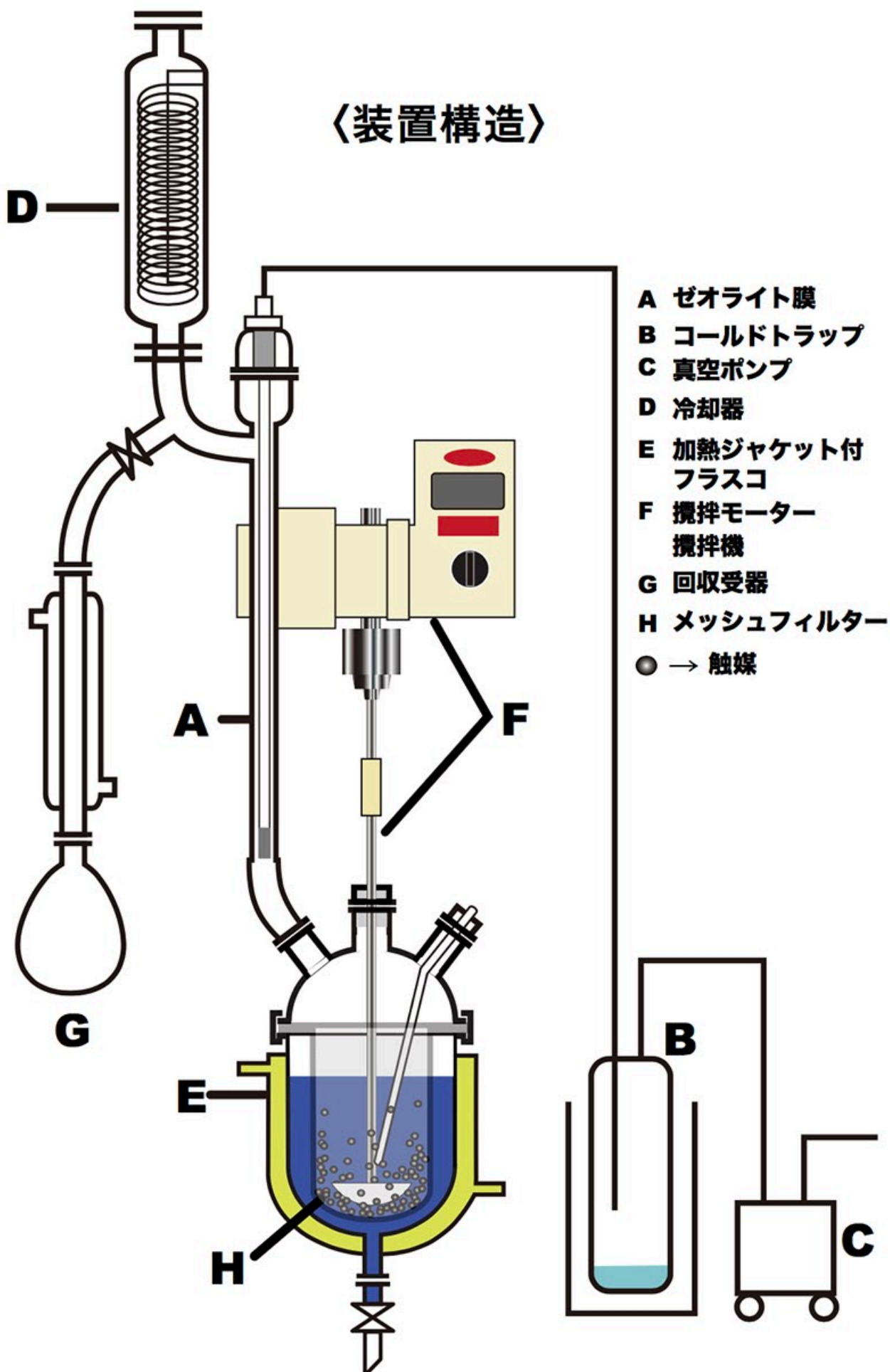


- 1) 沸点近似の A,B の 2 成分があって反応性官能基が異なる場合。
- 2) 例えば、A の官能基がアルコール又はアルデヒド・ケトンで B が不活性の時、ホウ酸又はエチレングリコールなどを用いて、水抜き反応を行いエステル又はアセタールとします。
- 3) B を蒸留にて取り出します。
- 4) 残留物に水を添加して加水分解し A に戻します。
- 5) A を蒸留で取り出します。
- 6) A,B が簡単に分離できます。

〈主な特徴〉

- 1) 2成分の沸点が近接していても、高性能な蒸留塔は必要とせず単蒸留で分離出来ます。
(2成分のうち片方がアルコール、又はアルデヒド・ケトンの場合)
- 2) 本装置1台で上記一連の操作が出来、通常のエステル化反応等にも使用できるので、応用範囲が極めて広いです。
- 3) 単純な溶剤の脱水やエステル化反応などにも使用できます。
- 4) 触媒再利用の目的でバスケット型金網が入っていますが、取り外し可能です。
- 5) 反応釜と蒸留釜が兼用となっており、材質はステンレスが使用できます。
- 6) 製造装置までスケールアップが可能です。

〈装置構造〉



- 基本原理 -



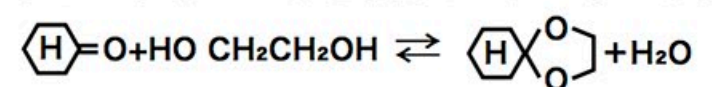
沸点の近い(沸点差1℃でも)2成分のうち片方がアルコール、又はアルデヒド・ケトンの場合、本機を使用すれば、エステル化反応、又はアセタール化反応と単蒸留の組合せ操作で、容易に2成分が分離出来ます。

- 反応例 -

ホウ酸を利用したエステル化



エチレングリコールを利用したアセタール化



※ ただし、化合物の種類によっては、反応が進行しない場合があります。

〈 水抜き反応によるエステル化実験例 〉

● 目的

水が生成する化学反応では、脱水することによって反応が完結する場合が多い。

例えば、エステル化反応が代表的なものである。

桐山製作所では、ゼオライト脱水膜を使用して手軽な実験用脱水反応装置を開発した。

今回は、カプリル酸（オクタン酸）とエタノールをアンバーリスト-15 触媒（強酸性イオン交換樹脂）によってエステル化した場合について実験を行なった。生成物はパイナップルの香りとなるカプリル酸エチルである。



● 実験法

フラスコにカプリル酸、エタノール、アンバーリスト 15(触媒)を仕込み、パイプ状ゼオライト膜 A の上端からコールドトラップ B を経由して真空ポンプ C によってパイプ内側を減圧にした。

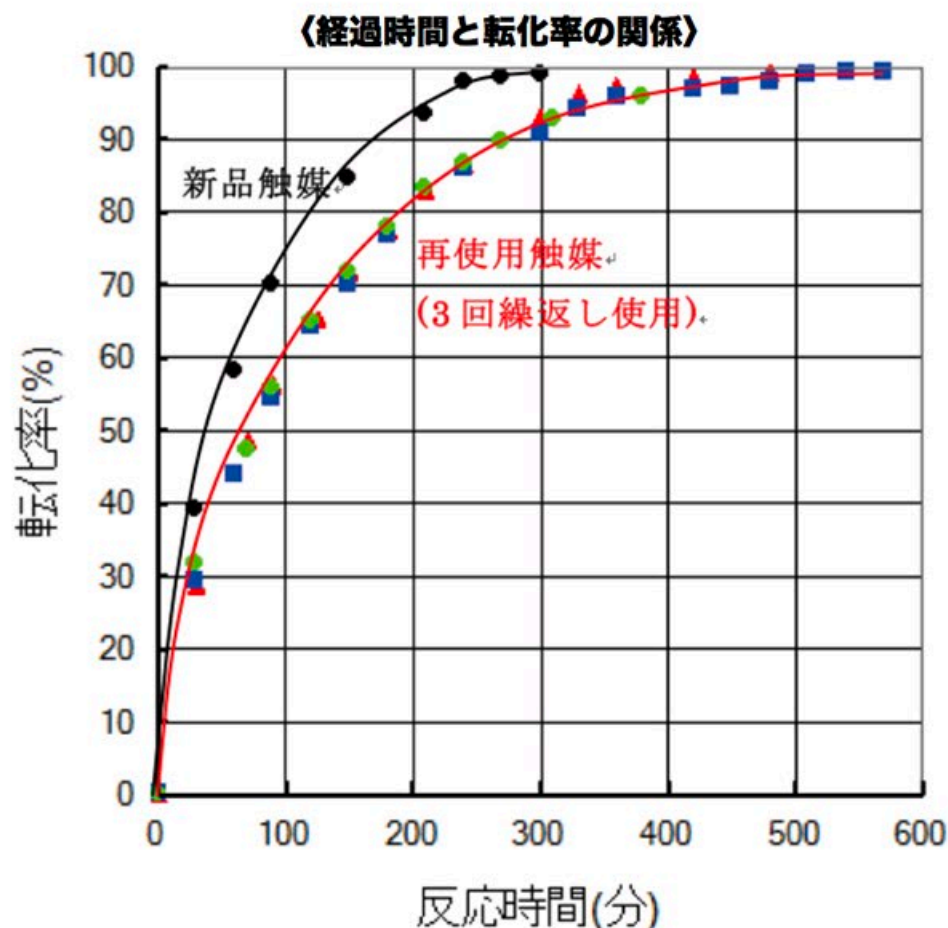
パイプには水のみを選択的に通過する孔が空いているので、水だけが除去される。

フラスコを加熱し、エタノール蒸気が冷却器 D に達して還流が始まった時点を実験開始時間として、経過時間と転化率の関係を測定した。

触媒を再使用する場合は、反応終了後に、下部コックから反応液のみを抜き出し、新しい原料を仕込みます。

● 測定結果

反応時間と転化率について下記グラフを作成した。



〈実験条件〉

仕込:

Caprylic Acid =	28.8g	32ml	0.20mol	(MW=144, d=0.91)
Ethanol =	46g	58.2ml	1.00mol	(MW=46, d=0.79)
<小計>	74.8g	90.2ml		
Ambeblyst 15 =	3g			

濃度:

カプリル酸濃度 C_{A0} =	0.00222 (mol/ml)	慣用名オクタン酸
EtOH/Cap.acid モル比 M =	5.0 (mol/mol)	エタノール/カプリル酸のモル比
触媒濃度 Cat =	0.0333 (g/ml)	アンバーリスト15

触媒を繰返し使用した場合、2回目からは劣化はほとんどなく新品の9割程度の反応速度であった。強酸性イオン交換樹脂触媒が工業的に非常に有効であることを意味している。硫酸などの強酸性液体触媒に比べて、腐食の心配がない、廃水が出ない、仕込量が減少する、水共沸用のトルエン等が不要、エタノールのロスがなくなる、などのメリットがある。グリーンケミストリーに貢献する方法である。

※ 高沸点物質同士の反応ではトルエンなどが必要になることがあります。