

# ステンレスワイヤーによる攪拌式マイクロリアクタの開発

佐々木, 勇友 / SASAKI, Isatomo

---

(発行年 / Year)

2013-03-24

(学位授与年月日 / Date of Granted)

2013-03-24

(学位名 / Degree Name)

修士(工学)

(学位授与機関 / Degree Grantor)

法政大学 (Hosei University)

2012 年度 修士論文

ステンレスワイヤーによる攪拌式マイクロリアクタの開発

SETUP OF A TUBE MICROREACTOR INSERTED WITH A STAINLESS STEEL  
WIRE AS MIXER.

指導教員 片山寛武

法政大学大学院工学研究科

物質化学専攻修士課程

11R2117

ささき いさとも

佐々木 勇友

## もくじ

1. 緒言
2. マイクロリアクタの用途と理論
3. 実験方法
4. 検量線
5. データと結果
6. 考察
7. 結言
8. 参考文献
9. 謝辞

The tube-coiled microreactor inserted with the rotary stainless steel wire of 2m length and 1.0mm diameter was constructed. The characteristic of the microreactor was investigated using the hydrolysis reaction of benzyl chloride of the rotating speed of 0~1000rpm.

The reaction rate of 1000rpm was improved to be about twice times compared to that of 0rpm at a batch reaction of 1000rpm.

*Key words : Microreactor, annular flow system, benzyl chloride*

# 1. 緒言

マイクロリアクタが化学技術者の中で知られるようになって10年余りが経過した。新しい技術は研究者の注目を集めてから実用に結びつくまでには長い年月がかかるが、マイクロリアクタの実用化の動きはすでに始まっており、多くの化学企業においてマイクロリアクタを活用する検討は始まっている。さらに、数年前からは工業化の事例が発表されるようになった。

マイクロリアクタは微細な流路、すなわちマイクロ流路を活用した化学装置と言える。現在、マイクロリアクタで使われているマイクロ流路の代表径は、おおむね100 $\mu$ m～1mmである。

従来バッチ式で行われていた反応をマイクロリアクタで行うことにより、

- ・省スペースで製品を製造できる。
- ・有害な化学原料を製品生産に必要なだけ生産する（在庫を持たないようにする、図1）。
- ・事故があったときマイクロ化学プラントでは化学物質の環境への放出量をごく少量に抑えることができる。

このような利点のある反応装置を開発することによって環境への負荷を最小限にすることができる。今回の装置では従来のリアクタとは違い、ステンレスワイヤーの回転によって反応速度の向上を試みた。

そして、本実験では従来のマイクロリアクタに攪拌の機能を加えた装置を開発し、反応率の向上を目指した。実験の条件は、温度338K、348K、ワイヤー回転数0、500、1000rpm、滞留時間10～60分で行い反応率の違いを検証した。。

## 2. マイクロリアクタの用途と理論

### 2. 1 用途

マイクロリアクタは様々な分野での応用が可能である。液相の反応においては医薬品の製造、濃縮においては機能性食品、熱交換に関しては電子機器の冷却、乳化、ナノ粒子生成に関しては顔料や化粧品などの製造に使われている。



液相反応：医薬品



濃縮：機能性食品



熱交換：電子機器の冷却



乳化：乳液、化粧品



ナノ粒子生成：顔料

## 2. 2理論 マイクロリアクタの特徴

マイクロリアクタとは、1mm以下の大きさの空間で化学反応を行う装置である。これは、物理過程を行うためのマイクロ熱交換器などの装置とともに、マイクロプロセス工学の分野で研究されている。通常はバッチ反応器（いわゆる普通のフラスコなど）でなく、フロー型反応装置である。マイクロリアクタの特性は以下のようなものである。

1. 伝熱速度が大きい
2. 物質移動速度が大きい
3. 比表面積が大きい
4. 形状の自由度が大きい

これらの特性によって、反応において以下のような利点がある。

1. 高速熱交換
2. 精密温度制御
3. 高速混合
4. 滞留時間の精密制御
5. 流動状態の精密制御

これらの利点を活かして、バッチ式では反応しにくい物質について実験を行った

## 2. 3 バッチ反応器とマイクロリアクタの違い

バッチ反応器とマイクロリアクタを比較した様子を図 2-1 に示す。マイクロリアクタを使った反応では、マイクロ流路で構成される合流部の下流に滞留時間を確保して反応温度を保つためにマイクロチューブを接続するのが一般的である。これは、反応装置を混合、伝熱といった操作を行う部分に分解し、それぞれの機能を強化することで、全体として高い性能を引き出す構成を考えることができる。一方、バッチ反応器は分解できないためそれぞれの機能を高めることが難しい。

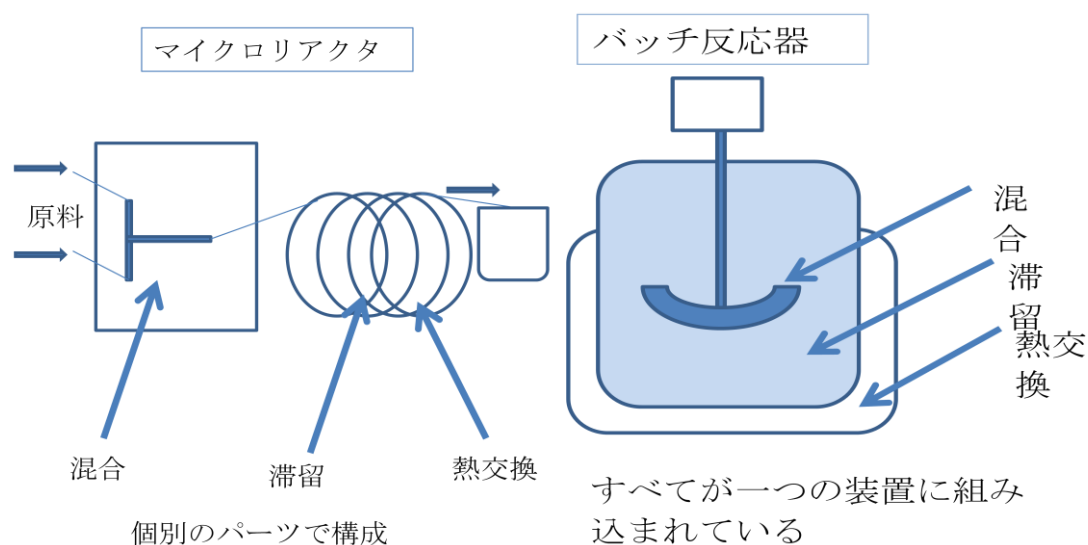


図 2-1. バッチ式とフロー式の違い



### 3. 実験方法

#### 3. 1 試薬

本実験に用いた試薬を以下に示す

蒸留水

トルエン	(99.5%以上) 試薬特級	和光純薬工業株式会社
塩化ベンジル	(99.0%以上) 試薬特級	和光純薬工業株式会社
水酸化カリウム	(85.0%以上) 試薬特級	和光純薬工業株式会社
硫酸アンモニウム	(99.5%以上) 試薬特級	和光純薬工業株式会社
トルエン	(99.5%以上) 試薬特級	和光純薬工業株式会社
ポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテル		和光純薬工業株式会社
テトラヘキシルアンモニウムブロマイド	(98.0%以上)	東京化成工業株式会社

#### 3. 2 本実験に使用した器具

ワイヤー : ステンレスワイヤーロープ (外径 1.00mm)	日興製鋼
チューブ : ETFE チューブ (内径 1/16 inch 外径 1/13 inch)	フロン工業
モーター : Fine ECO Motor FEM3000	Fine
ポンプ : YSP-101	YMC

### 3. 3 反応装置

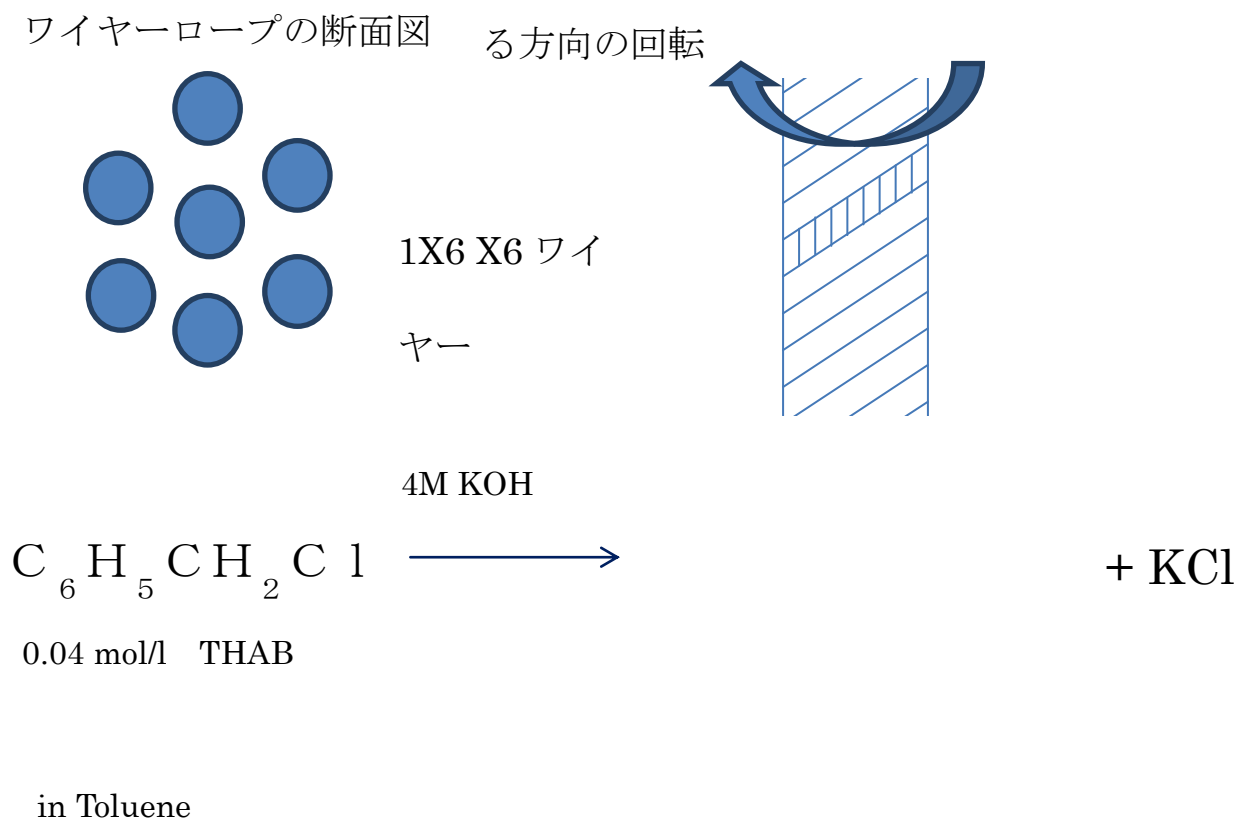


図 3-1. ステンレスワイヤーと反応式

図 3-1 に本実験で使用したステンレスワイヤーと実験の反応式を示した。

本実験のステンレスワイヤーは 6 本の細いワイヤーを束ねて、さらにその 6 つ束ねた形のワイヤーになっている。

反応は塩化ベンジルに水酸化カリウムを加えベンジルアルコールを生成する。この反応では THAB ( ) という相の間を移動する相間移動触媒を使用している。

### 3.4 相間移動触媒について

PTC (Phase transfer catalyst) : 相間移動触媒

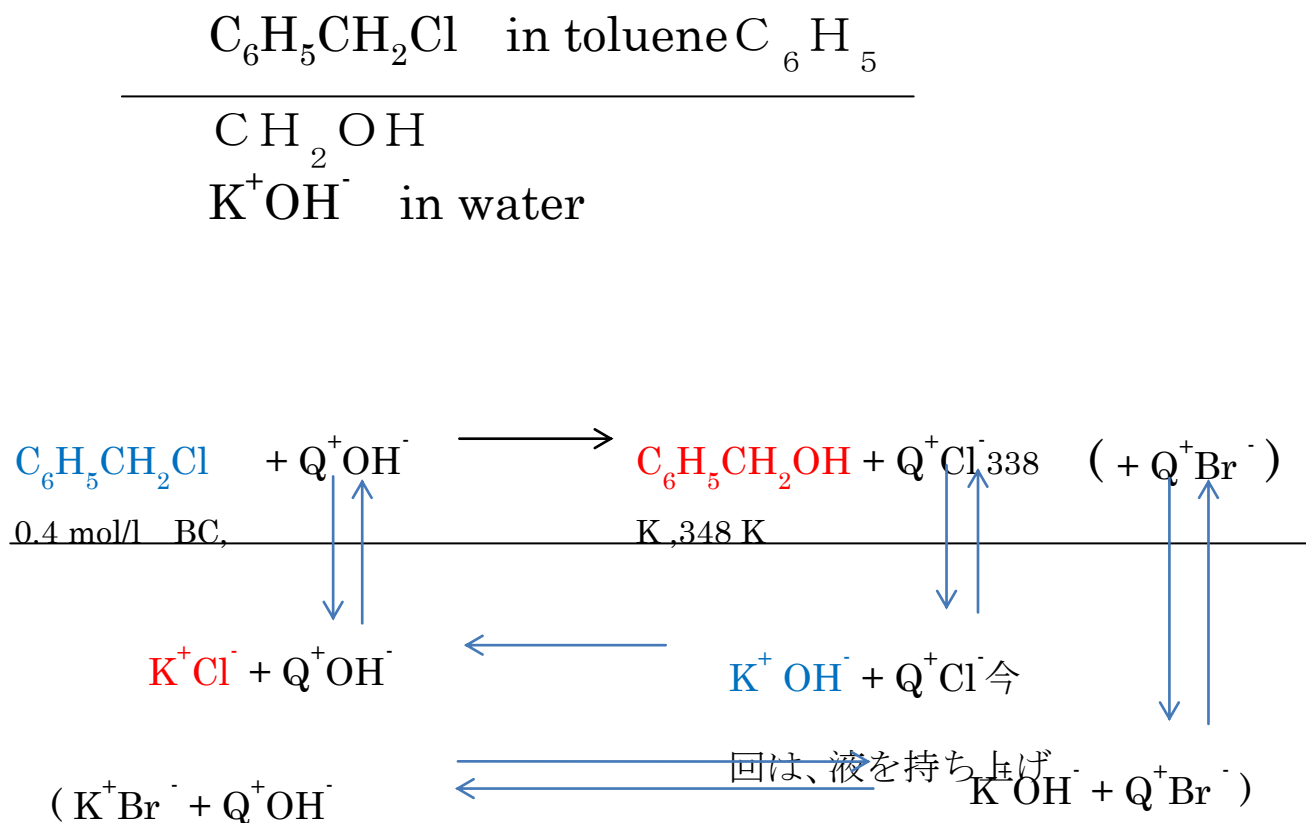


図 3-2. 相間移動触媒について

図 3-2 に水相と有機相を移動する相間移動触媒の反応のようすを示す。これは、相の間を THAB の臭素イオンが移動することにより反応を進めていく。

塩化ベンジルと  $\text{Q}^+\text{OH}^-$  が反応して  $\text{Q}^+\text{Cl}^-$  ができる、 $\text{Q}^+\text{Cl}^-$  と KOH とでカリウムイオンが交換され再び塩化ベンジルと反応する。触媒は臭素イオンをが再び KOH を作り出す。そこで、KOH を KCl にする速さを上げるにより反応率を向上させることを目標にしている。

### 3. 5 実験装置図

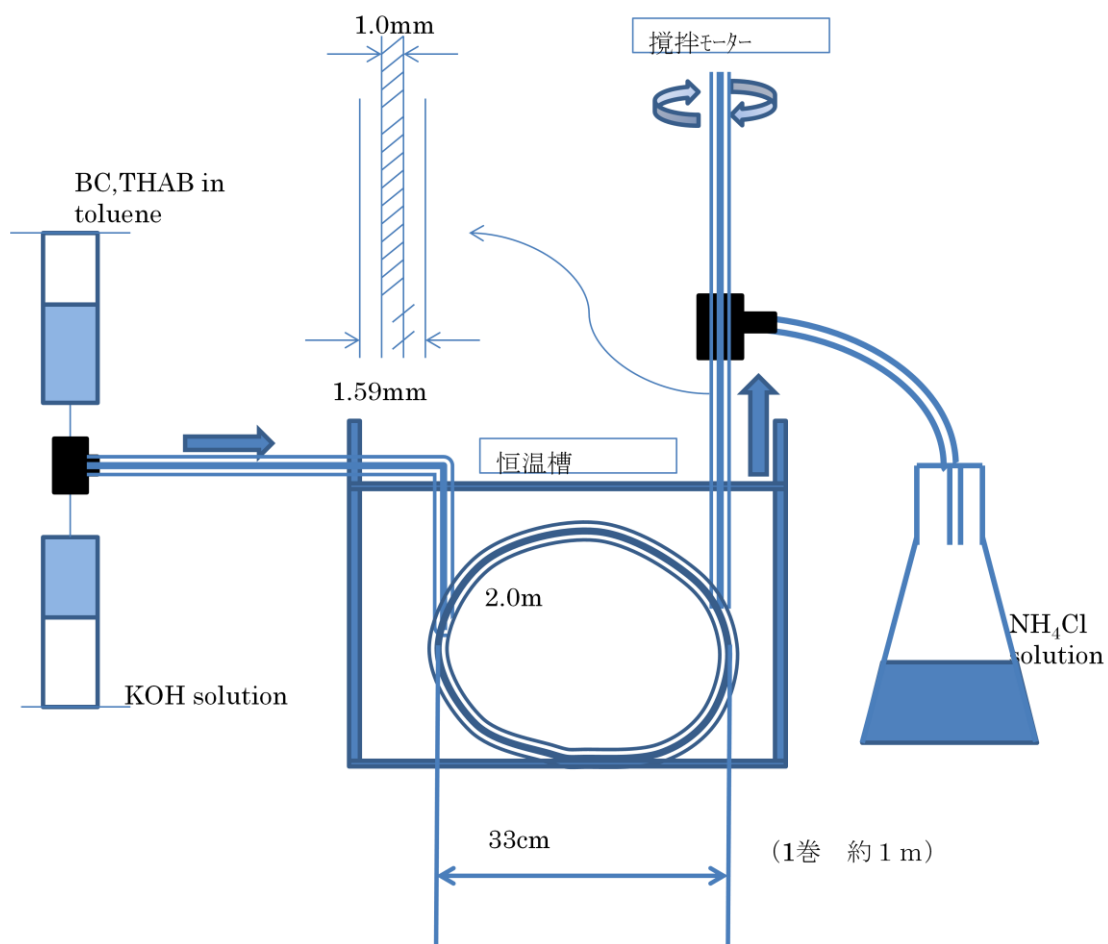


図 3-2. 実験装置

本実験に用いた実験装置を図 3-2 に示す。

外径 1/13inch 内径 1/16 inch 長さ 2m のテフロンチューブに 1.00mm ステンレスワイヤー 2m を通し、その両端を三方ジョイントに固定した。

片方のジョイントに工業用精密シリンジを接続し、シリンジポンプで有機相と水相それぞれの混合液を注入し、チューブ内で反応させた。

### 3. 5 使用した機器

分析に用いた機器(重量測定) を以下に示す

電子天秤 SHIMADU AUW320 (誤差±0.001g)

分析に用いた機器 (ガスクロマトグラフィー) を以下に示す

ガスクロマトグラフィー 島津製作所 GC8-A  
クロマトパック 島津製作所 C-R8A  
キャリアガス ヘリウム ((株)ジャパンヘリウムセンター、純度 99.99%)  
充填カラム ジーエルサイエンス(2m ステンレス)

### 3. 6 試料の作成

水相については、蒸留水 20ml に水酸化カリウム 5.28g を溶かし 4 M にする。

トルエン相については、トルエン 20ml に塩化ベンジル 0.929ml(0.4M)、THAB (テトラヘキシルアンモニウムブロマイド) を 0.35g(0.04M)溶かし入れる。

界面活性剤を用いた時はポリオキシエチレン(23)ラウリルエーテルを蒸留水に 0.85%の割合でとがした。

### 3. 7 実験方法

水相とトルエン相をポンプを使いチューブの中に流し、ワイヤーの回転数を 0.500,1000rpm、温度を 338K、348K、流量比を 1 : 1、2 : 1、3 : 1、滞留時間を 10~60 分まで 10 分刻みで行った。定常状態まで流して取り出した試料を 1 $\mu$ l 取り、ガスクロマトグラフィーにかけた。定常状態の判断は滞留時間の 2 倍の時間が経過したあたりにして測定を行った。

バッチ式の場合はトルエン相 10ml + 水相 10ml を 25ml 三角フラスコに入れて、恒温槽 (338、348 K) 中で、マグネチックスターラーで攪拌しながら、20, 40, 60, 80 および 100min ごとに、試料を採取して測定した。体積流量は以下の表に示す。

滞留時間(min)	10	20	30	40	50	60
トルエン相(ml/h)	7.2	3.6	2.4	1.8	1.4	1.2
水相 (ml/h)	7.2	3.6	2.4	1.8	1.4	1.2
トルエン相	4.8	2.4	1.6	1.2	0.9	0.8
水相	9.6	4.8	3.2	2.4	1.9	1.6
トルエン相	3.6	1.8	1.2	0.9	0.7	0.6
水相	10.8	5.4	3.6	2.7	2.1	1.8

表 3-7-1 滞留時間別の体積流量比の違い

## 4. 検量線

以下の条件で検量線を作成した

(塩化ベンジル/トルエン) 重量比 =  $2.78 \times$  (塩化ベンジル/トルエン) 面積比  
R<sup>2</sup> = 0.9941

トルエン+塩化ベンジルの測定条件

カラム

PEG-20M 15% ( on UNIPORT B 80/100 mesh) (ステンレスカラム、内径 3.0mm、全長 2.0m)

設定条件

CURRENT 100mA

ATTEN 6

INJ/DET 230°C

COL(INT) 200°C

ピーク保持時間

Toluene 0.46minute

Benzyl Chloride 1.66minute

検量線のデータは事項に示す。

トルエンと塩化ベンジルの検量線の AREA 比と質量比

① トルエン ②塩化ベンゼン

表 3-1 トルエンと塩化ベンジルの AREA 値

① 質量(トルエン)g	①AREA	②質量(塩化ベンジル)g	② AREA
17.2398	775762	0.8317	14277
17.1089	743409	1.4268	20815
17.8543	888625	0.7174	12919
18.2189	799948	0.4215	7328
17.0339	952056	0.3044	4993
17.0339	886462	0.3044	5253
17.8466	1113880	0.2197	3916
17.8941	806311	0.1079	1793
17.259	761572	1.0049	15824

表 3-2 AREA 比と質量比

AREA 比(塩化ベンジル/トルエン)	g 比(塩化ベンジル/トルエン)
0.02799	0.07991
0.02077	0.05822
0.01840	0.04824
0.01453	0.04018
0.00916	0.02313
0.00592	0.01787
0.00351	0.01231
0.00222	0.00602

$$y = 2.7832x$$
$$R^2 = 0.9941$$

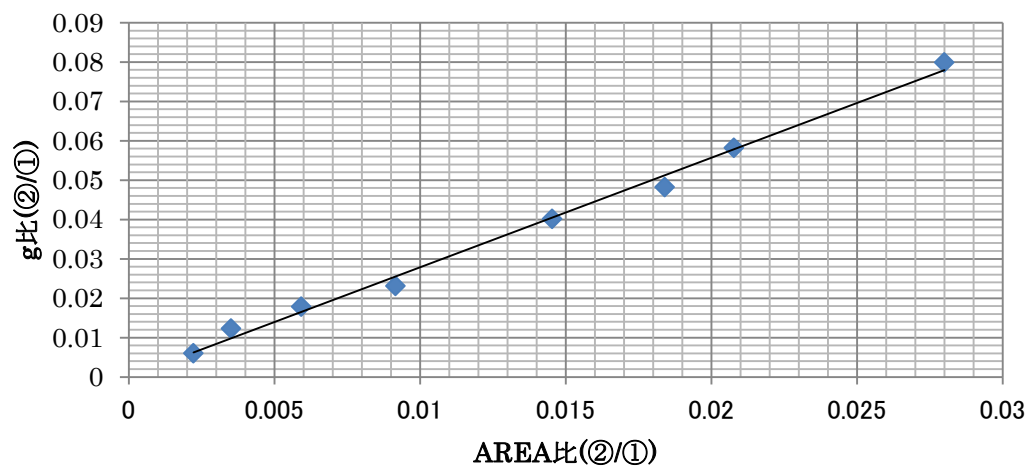


図 4-1.トルエンと塩化ベンジルの検量線



## 5. データと結果

以下のデータでは①がトルエン②が塩化ベンジルである。

### 5-1. 温度 338 K 体積流量比 1 : 1 のデータ

表 5-1-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

Orpm	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0243	0.0657		0rpm
10	0.0210	0.0567	0.1367	13.67
20	0.0207	0.0560	0.1469	14.69
30	0.0193	0.0522	0.2059	20.59
40	0.0194	0.0524	0.2031	20.31
50	0.0182	0.0491	0.2524	25.24
60	0.0167	0.0452	0.3125	31.25

表 5-1-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0237	0.0642		
10	0.0203	0.0550	0.1633	16.33
20	0.0186	0.0502	0.2359	23.59
30	0.0158	0.0428	0.3476	34.76
40	0.0154	0.0417	0.3650	36.50
50	0.0140	0.0379	0.4222	42.22
60	0.0127	0.0344	0.4765	47.65

表 5-1-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0213	0.0576		
10	0.0167	0.0452	0.2157	21.57
20	0.0148	0.0402	0.3024	30.24
30	0.0130	0.0352	0.3877	38.77
40	0.0121	0.0326	0.4330	43.30
50	0.0106	0.0287	0.5009	50.05
60	0.0091	0.0248	0.5692	56.92

表 5-1-4 0,500,1000rpm の反応率

滞留時間(min)	0rpm	500rpm	1000rpm
10.0	14.0	16.0	21.6
20.0	15.0	25.8	30.2
30.0	20.6	34.8	38.8
40.0	20.3	36.5	43.3
50.0	25.2	42.2	50.1
60.0	31.3	47.7	56.9

## 5-2. 温度 338K 体積流量比 2:1 のデータ

表 5-2-1 0rpm の AREA 比と質量比と反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0205	0.0554		
10	0.0170	0.0460	0.1698	16.98
20	0.0169	0.0457	0.1748	17.48
30	0.0163	0.0440	0.2052	20.52
40	0.0147	0.0397	0.2835	28.35
50	0.0137	0.0371	0.3302	33.02
60	0.0129	0.0350	0.3670	36.70

表 5-2-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0217	0.0588		
10	0.0172	0.0465	0.2089	20.89
20	0.0162	0.0438	0.2553	25.53
30	0.0143	0.0389	0.3425	34.25
40	0.0127	0.0343	0.4159	41.59
50	0.0119	0.0323	0.4495	44.95
60	0.0109	0.0296	0.4954	49.54

表 5-2-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0206	0.0557		
10	0.0158	0.0425	0.2262	22.62
20	0.0144	0.0391	0.2965	29.65
30	0.0125	0.0340	0.3866	38.66
40	0.0111	0.0301	0.4557	45.57
50	0.0099	0.0268	0.5153	51.5
60	0.0089	0.0242	0.5635	56.35

表 5-2-4 0,500、1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	17.0	20.9	23.0
20	17.5	25.5	30.0
30	20.5	34.3	39.0
40	28.4	41.6	45.8
50	33.0	45.0	51.8
60	36.7	49.5	56.6

### 5-3. 温度 338K 体積流量比 3:1 のデータ

表 5-3-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/ ①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0224	0.0606		
10	0.0176	0.0461	0.2383	23.83
20	0.0155	0.0419	0.3079	30.79
30	0.0149	0.0402	0.3357	33.57
40	0.0136	0.0368	0.3926	39.26
50	0.0129	0.0350	0.4223	42.23
60	0.0121	0.0324	0.4653	46.53

表 5-3-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0225	0.0610		
10	0.0173	0.0469	0.2020	20.20
20	0.0129	0.0348	0.4075	40.75
30	0.0143	0.0381	0.3425	34.25
40	0.0112	0.0302	0.4846	48.46
50	0.0080	0.0216	0.6321	63.21
60	0.0066	0.0179	0.6944	69.44

表 5-3-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0225	0.0608		
10	0.0148	0.0400	0.2768	27.68
20	0.0129	0.0348	0.3714	37.12
30	0.0112	0.0303	0.4531	45.31
40	0.0094	0.0255	0.5399	53.99
50	0.0081	0.0215	0.6097	60.97
60	0.0061	0.0178	0.6757	67.57

表 5-3-4 0,5001000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	23.8	23.1	34.2
20	30.8	33.9	42.8
30	33.6	40.2	50.2
40	39.3	48.7	58.1
50	42.2	57.2	64.5
60	46.5	63.2	70.5

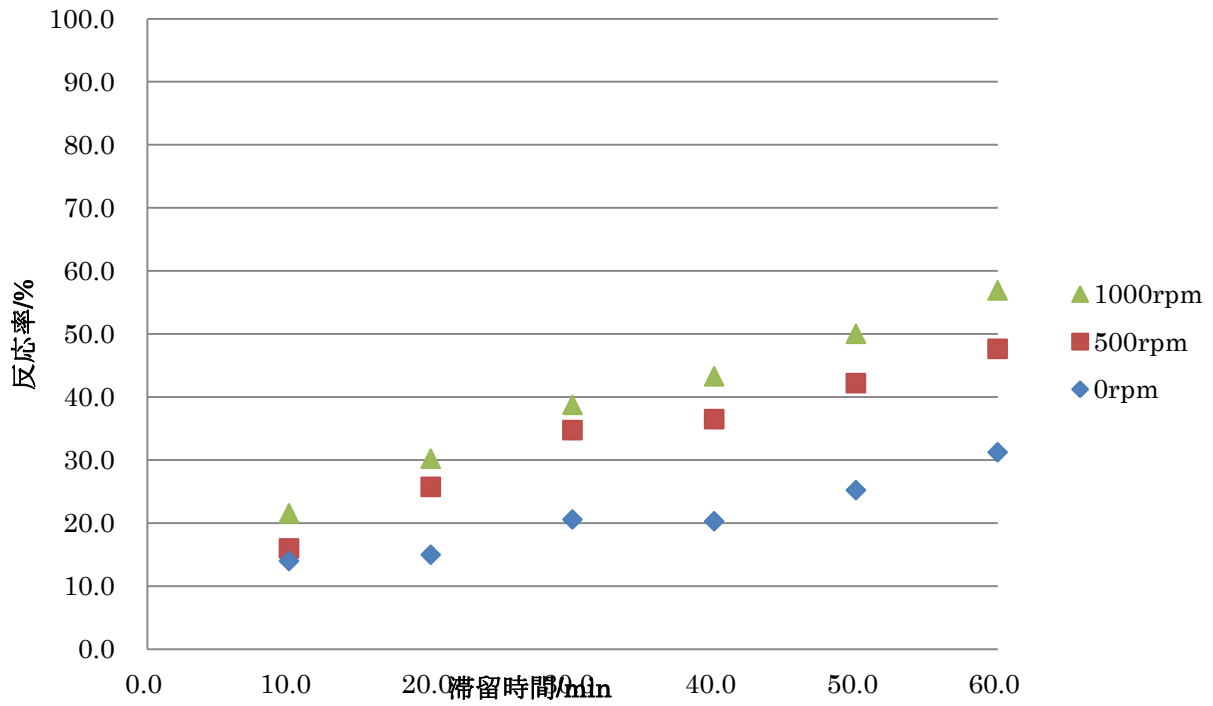


図 5-1 338 K 流量比 1:1 での反応率

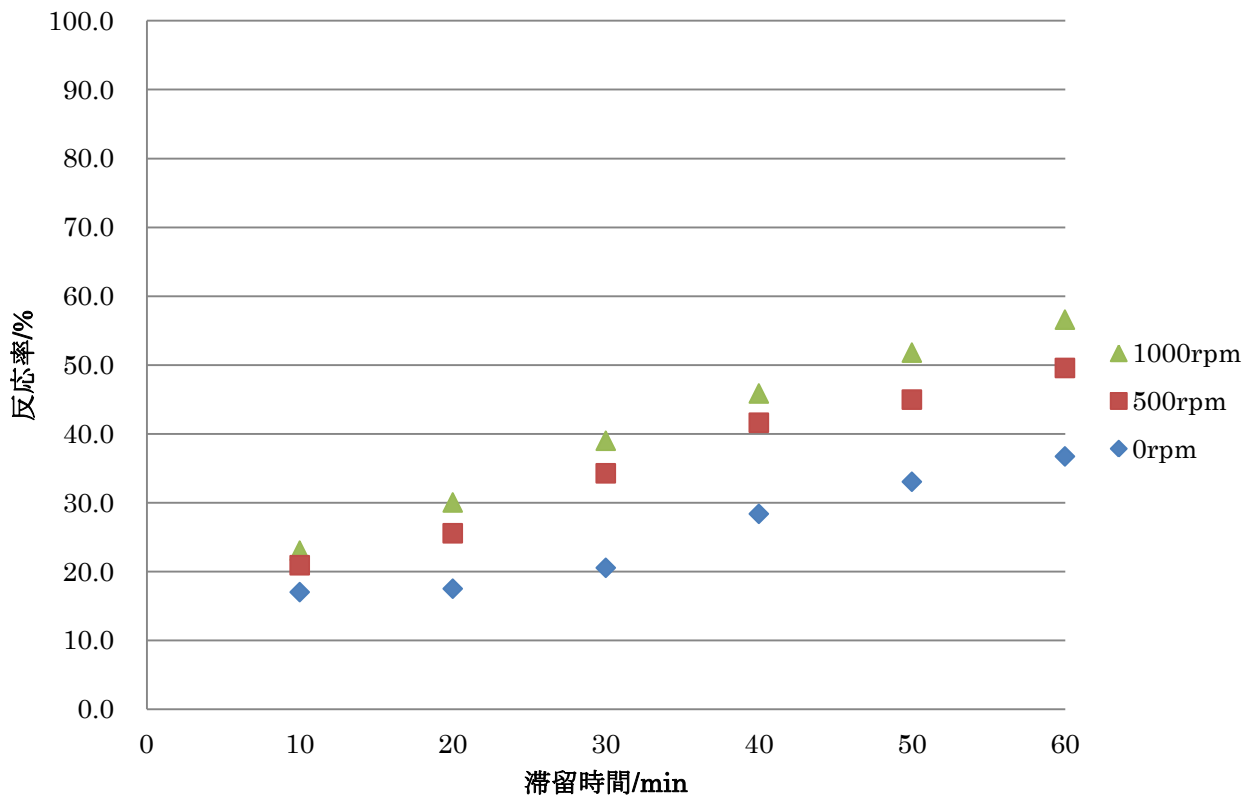


図 5-2 338 K 流量比 2:1 での反応率

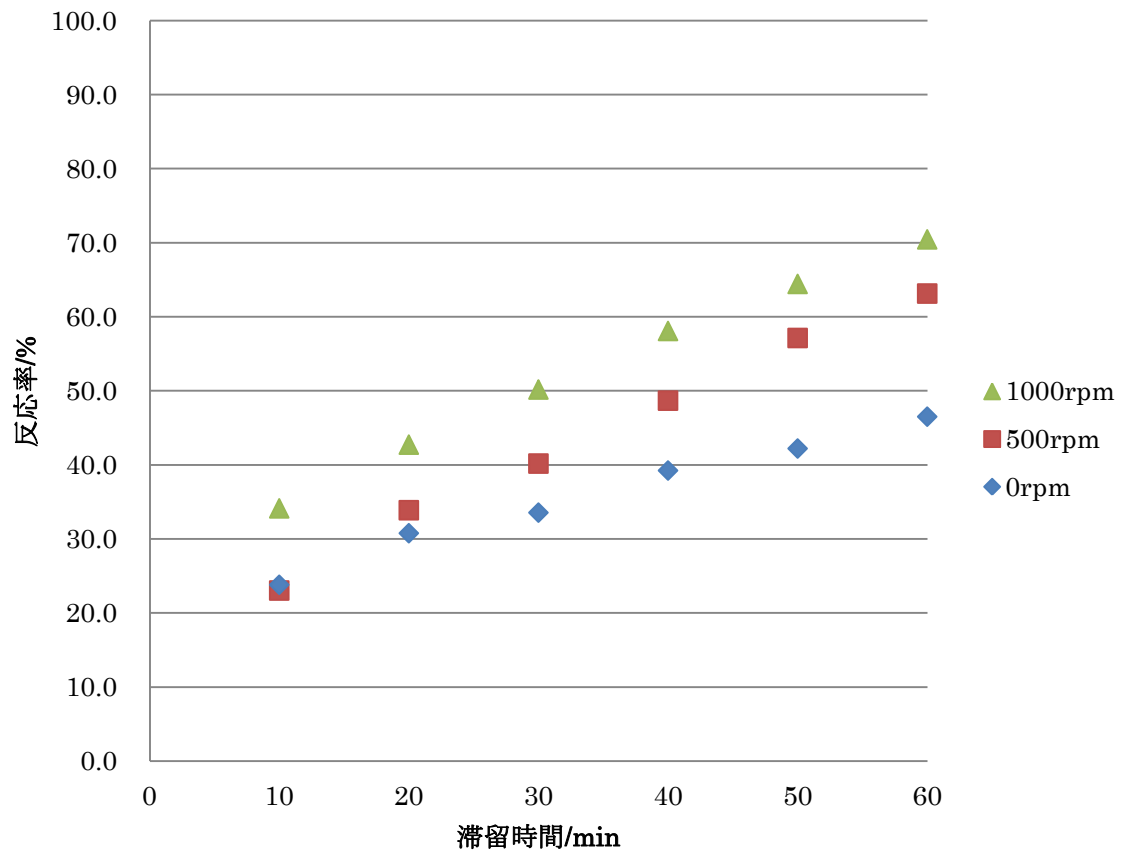


図 5-3 3 3 8 K 流量比 3:1 での反応率

#### 5-4. 温度 348K 体積流量比 1:1 のデータ

表 5-4-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0226	0.0610		
10	0.0185	0.0501	0.1792	17.92
20	0.0169	0.0458	0.2490	24.90
30	0.0167	0.0451	0.2614	26.14
40	0.0165	0.0446	0.2684	26.84
50	0.0153	0.0414	0.3212	32.12
60	0.0146	0.0395	0.3530	35.30

表 5-4-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(③/①)	g 比(③/①)		反応率
	0.0226	0.0610		
10	0.0178	0.0482	0.2108	21.08
20	0.0159	0.0429	0.2966	29.66
30	0.0145	0.0392	0.3579	35.79
40	0.0135	0.0365	0.4020	40.20
50	0.0121	0.0327	0.4637	46.37
60	0.0102	0.0277	0.5455	54.55

表 5-4-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0241	0.0651		
10	0.0184	0.0499	0.2335	23.35
20	0.0176	0.0475	0.2702	27.02
30	0.0158	0.0429	0.3414	34.14
40	0.0139	0.0377	0.4207	42.07
50	0.0113	0.0305	0.5312	53.12
60	0.0079	0.0215	0.6692	66.92

表 5-4-4 0,500、1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	17.9	21.1	23.4
20	24.9	29.7	27.0
30	26.1	35.8	34.1
40	26.8	40.2	42.1
50	32.1	46.4	53.1
60	35.3	54.6	66.9

5-5. 温度 348K 体積流量比 2 : 1 のデータ

表 5-5-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0200	0.0540		
10	0.0163	0.0441	0.1827	18.27
20	0.0157	0.0425	0.2122	21.22
30	0.0151	0.0407	0.2455	24.55
40	0.0136	0.0369	0.3161	31.61
50	0.0141	0.0382	0.2927	29.27
60	0.0123	0.0334	0.3812	38.12

表 5-5-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0200	0.0541		
10	0.0150	0.0407	0.2487	24.87
20	0.0133	0.0361	0.3336	33.36
30	0.0133	0.0360	0.3349	33.49
40	0.0121	0.0326	0.3970	39.70
50	0.0109	0.0296	0.4521	45.21
60	0.0099	0.0267	0.5066	50.66



表 5-5-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間	0.0224	0.060704		
10	0.0151	0.0409	0.3249	32.49
20	0.0135	0.0366	0.3970	39.70
30	0.0121	0.0328	0.4581	45.81
40	0.0096	0.0261	0.5696	56.96
50	0.0059	0.0159	0.7370	73.705
60	0.0039	0.0107	0.8225	82.25

表 5-5-4 0,500,1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	18.3	24.9	32.5
20	21.2	33.4	39.7
30	24.6	33.5	45.8
40	31.6	39.7	57.0
50	31.1	45.2	73.7
60	39.7	50.7	82.3

## 5-6. 温度 348K 体積流量比 3 : 1 のデータ

表 5-6-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0225	0.0608		
10	0.0171	0.0463	0.2382	23.82
20	0.0160	0.0432	0.2896	28.96
30	0.0143	0.0387	0.3627	36.27
40	0.0136	0.0368	0.3951	39.51
50	0.0135	0.0365	0.3988	39.88
60	0.0123	0.0332	0.4535	45.35

表 5-6-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0226	0.0610		
10	0.0171	0.0462	0.243577	24.35
20	0.0144	0.0390	0.360258	36.02
30	0.0139	0.0375	0.385428	38.54
40	0.0119	0.0323	0.469661	46.96
50	0.0116	0.0314	0.485014	48.50
60	0.0088	0.0240	0.606895	60.68

表 5-6-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0228	0.0612		
10	0.0155	0.0419	0.3152	31.52
20	0.0129	0.0350	0.4273	42.73
30	0.0108	0.0293	0.5212	52.12
40	0.0091	0.0246	0.5972	59.72
50	0.0066	0.0179	0.7070	70.70
60	0.0036	0.0097	0.8413	84.13

表 5-6-4 0,500,1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	23.8	24.4	31.5
20	29.0	36.0	42.8
30	36.3	38.5	52.1
40	39.5	47.0	59.7
50	39.9	48.5	70.7
60	45.4	60.7	84.1

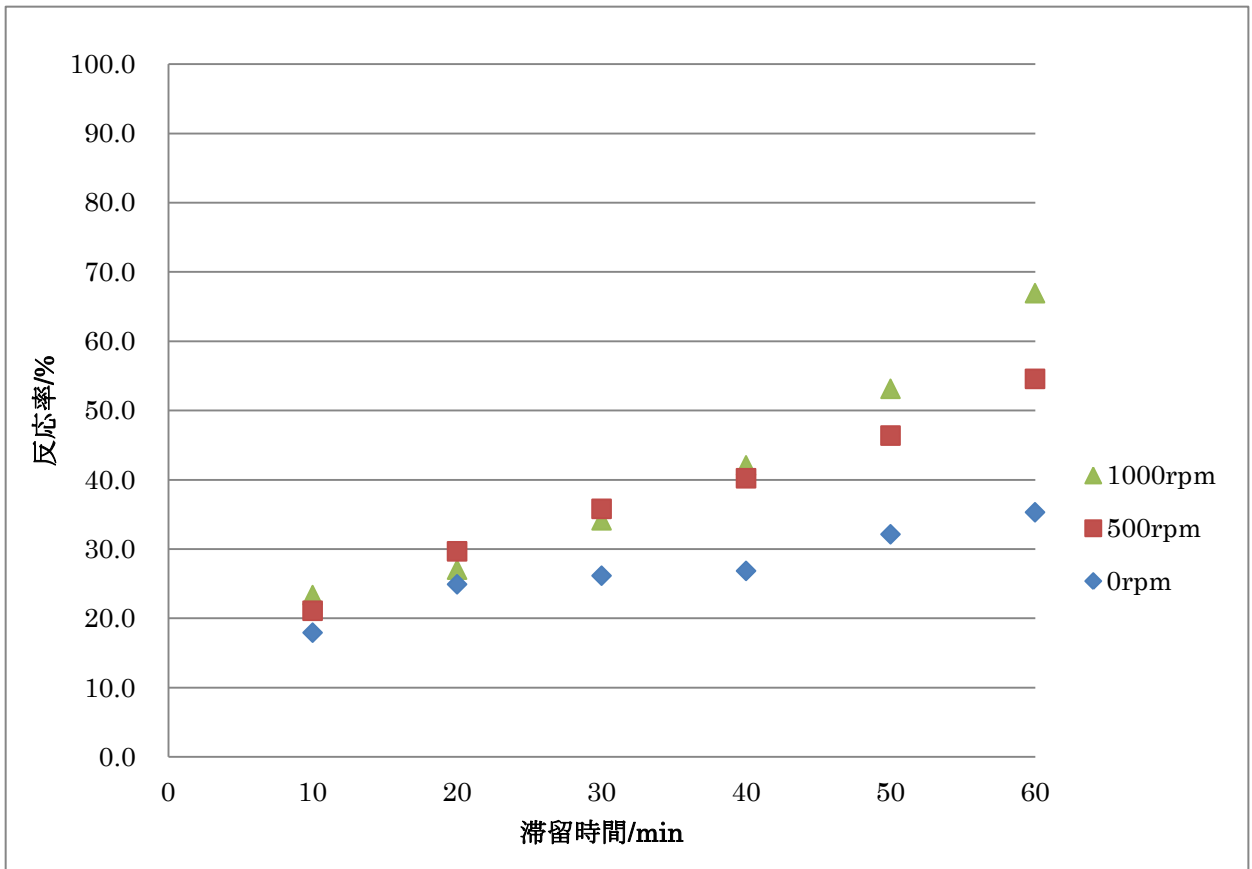


図 5-4 3 4 8 K 流量比 1:1 での反応率

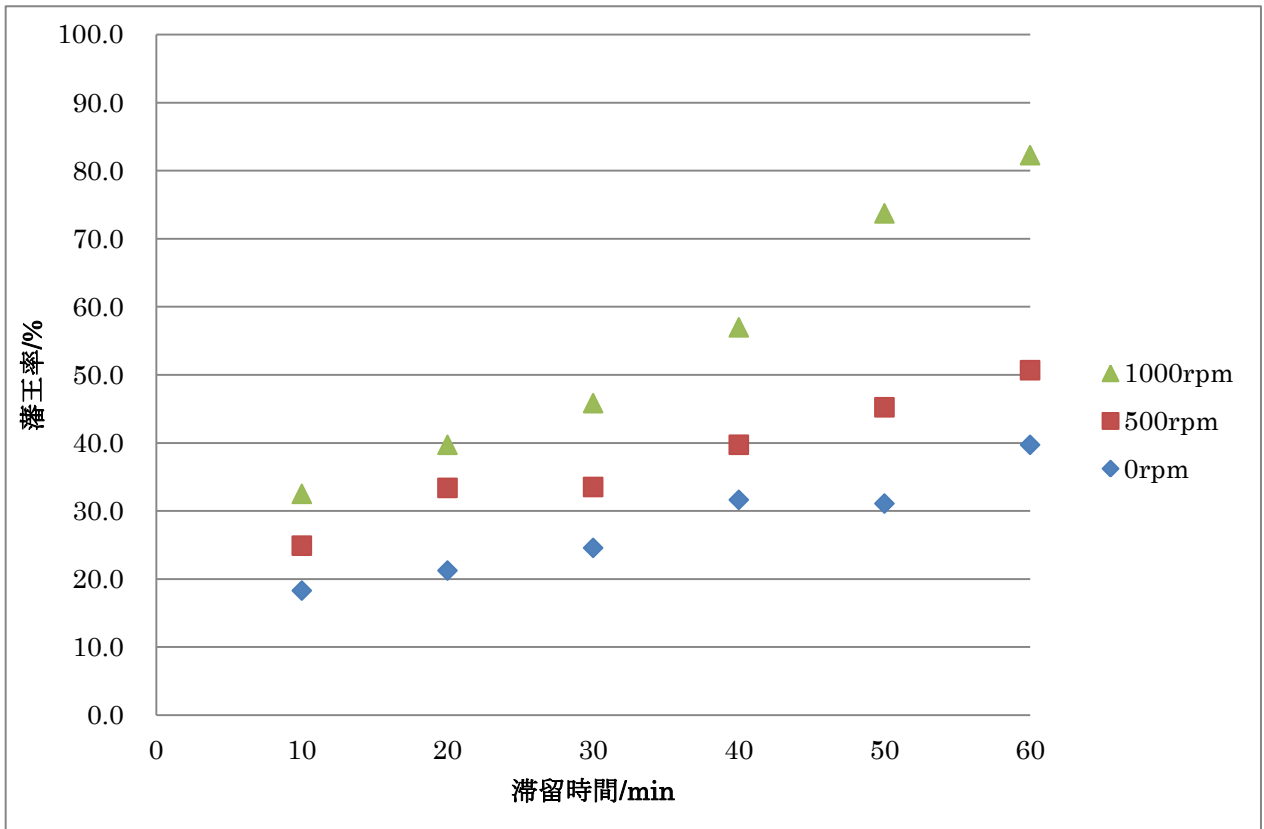


図 5-5 3 4 8 K 流量比 2:1 での反応率

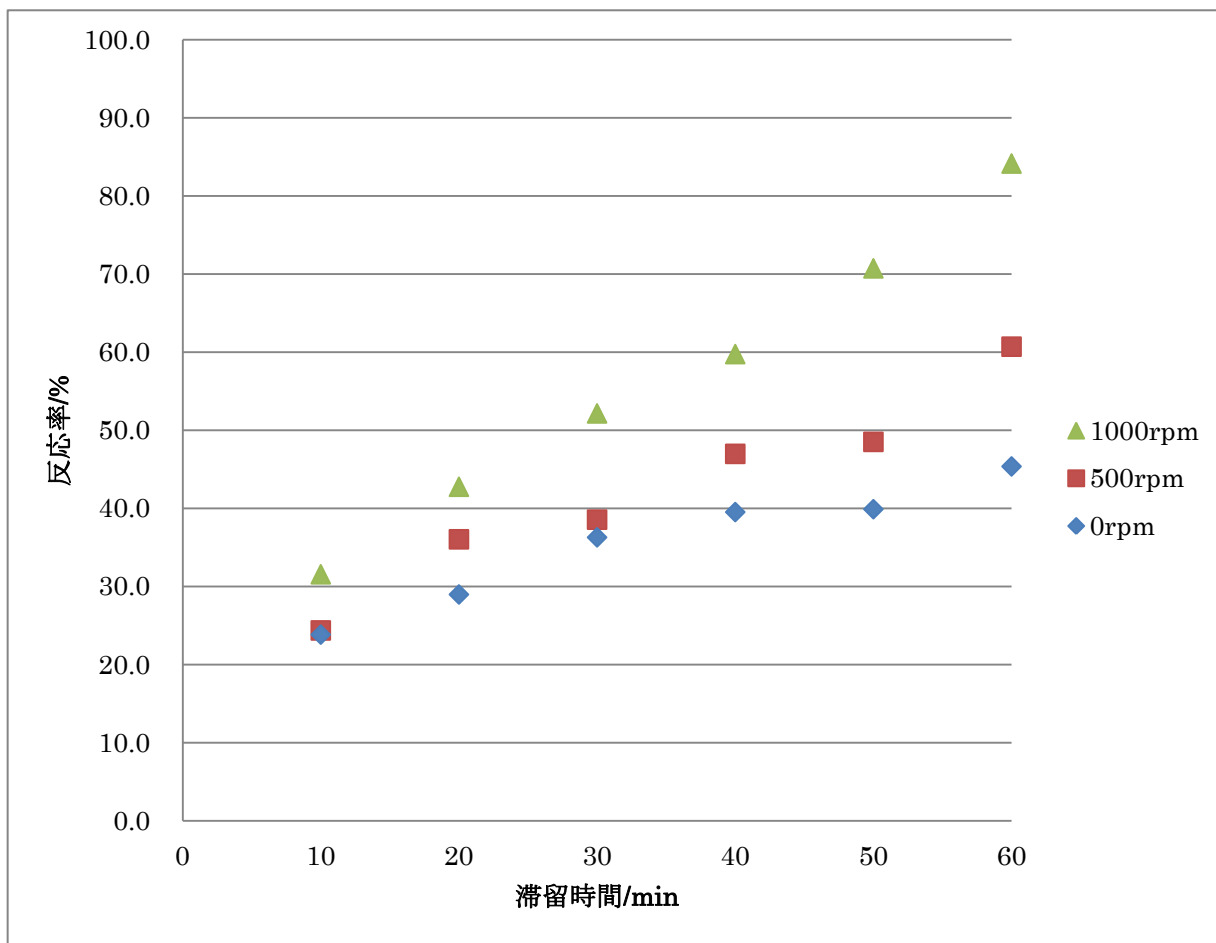


図 5-6 3 4 8 K 流量比 3:1 での反応率

5-7. 温度 338K 体積流量比 1:1 界面活性剤のデータ

表 5-7-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0229	0.0619		
10	0.0189	0.0512	0.1734	17.34
20	0.0177	0.0479	0.2260	22.60
30	0.0169	0.0457	0.2616	26.16
40	0.0168	0.0454	0.2664	26.64
50	0.0160	0.0432	0.3018	30.18
60	0.0145	0.0393	0.3655	36.55

表 5-7-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0228	0.0616		
10	0.0176	0.0476	0.2281	22.81
20	0.0156	0.0421	0.3168	31.68
30	0.0137	0.0371	0.3971	39.71
40	0.0134	0.0363	0.4108	41.08
50	0.0128	0.0347	0.4366	43.66
60	0.0112	0.0305	0.5055	50.55

表 5-7-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0218	0.0590		
10	0.0154	0.0416	0.2953	29.53
20	0.0142	0.0384	0.3484	34.84
30	0.0134	0.0362	0.3867	38.67
40	0.0123	0.0333	0.4354	43.54
50	0.0108	0.0292	0.5046	50.46
60	0.0102	0.0276	0.5323	53.23

表 5-7-4 0,500,1000rpm の反応率

界面活性剤1:1	0rpm	500rpm	1000rpm
10	17.3	22.8	29.5
20	22.6	31.7	34.8
30	26.2	39.7	38.7
40	26.6	41.1	43.5
50	30.2	43.7	50.5
60	36.6	50.6	53.1

5-8. 温度 338K 体積流量比 2:1 界面活性

表 5-8-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0233	0.0629		
10	0.0191	0.0515	0.1810	18.10
20	0.0177	0.0480	0.2372	23.72
30	0.0166	0.0449	0.2866	28.66
40	0.0164	0.0444	0.2935	29.35
50	0.0160	0.0433	0.3114	31.14
60	0.0137	0.0370	0.4109	41.09

表 5-8-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0235	0.0635		
10	0.0164	0.0445	0.2985	29.85
20	0.0154	0.0415	0.3449	34.49
30	0.0136	0.0367	0.4214	42.14
40	0.0136	0.0367	0.4212	42.12
50	0.0128	0.0346	0.4537	45.37
60	0.0113	0.0306	0.5175	51.75

表 5-8-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0217	0.0586		
10	0.0155	0.0418	0.2862	28.62
20	0.0139	0.0376	0.3586	35.86
30	0.0132	0.0357	0.3914	39.14
40	0.0122	0.0329	0.4386	43.86
50	0.0104	0.0281	0.5201	52.01
60	0.0082	0.0221	0.6223	62.23

表 5-8-4 0,500,1000rpm の反応率

界面活性剤2:1	0rpm	500rpm	1000rpm
10	18.1	29.9	28.6
20	23.7	34.5	35.9
30	28.7	42.1	39.1
40	29.4	42.1	43.9
50	31.1	45.4	52.0
60	41.1	51.8	62.2

## 5-9. 温度 338K 体積流量比 3 : 1 界面活性のデータ

表 5-9-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0225	0.0609		
10	0.0178	0.0482	0.2084	20.84
20	0.0160	0.0432	0.2907	29.07
30	0.0152	0.0412	0.3238	32.38
40	0.0134	0.0364	0.4020	40.20
50	0.0127	0.0344	0.4346	43.46
60	0.0108	0.0293	0.5183	51.83

表 5-9-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0225	0.0608		
10	0.0167	0.0452	0.2565	25.65
20	0.0144	0.0389	0.3589	35.89
30	0.0137	0.0371	0.3892	38.92
40	0.0121	0.0327	0.4609	46.09
50	0.0107	0.0290	0.5223	52.23
60	0.0087	0.0236	0.6110	61.10

表 5-9-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0223	0.0603		
10	0.0151	0.0408	0.3226	32.26
20	0.0131	0.0355	0.4108	41.08
30	0.0126	0.0341	0.4344	43.44
40	0.0114	0.0309	0.4868	48.68
50	0.0097	0.0263	0.5631	56.31
60	0.0072	0.0196	0.6736	67.36

表 5-9-4 0,500,1000rpm の反応率

界面活性3:1	0rpm	500rpm	1000rpm
10	20.8	25.7	32.3
20	29.1	35.9	41.1
30	32.4	38.9	43.4
40	40.2	46.1	48.7
50	43.7	52.2	56.3
60	51.8	61.1	67.4



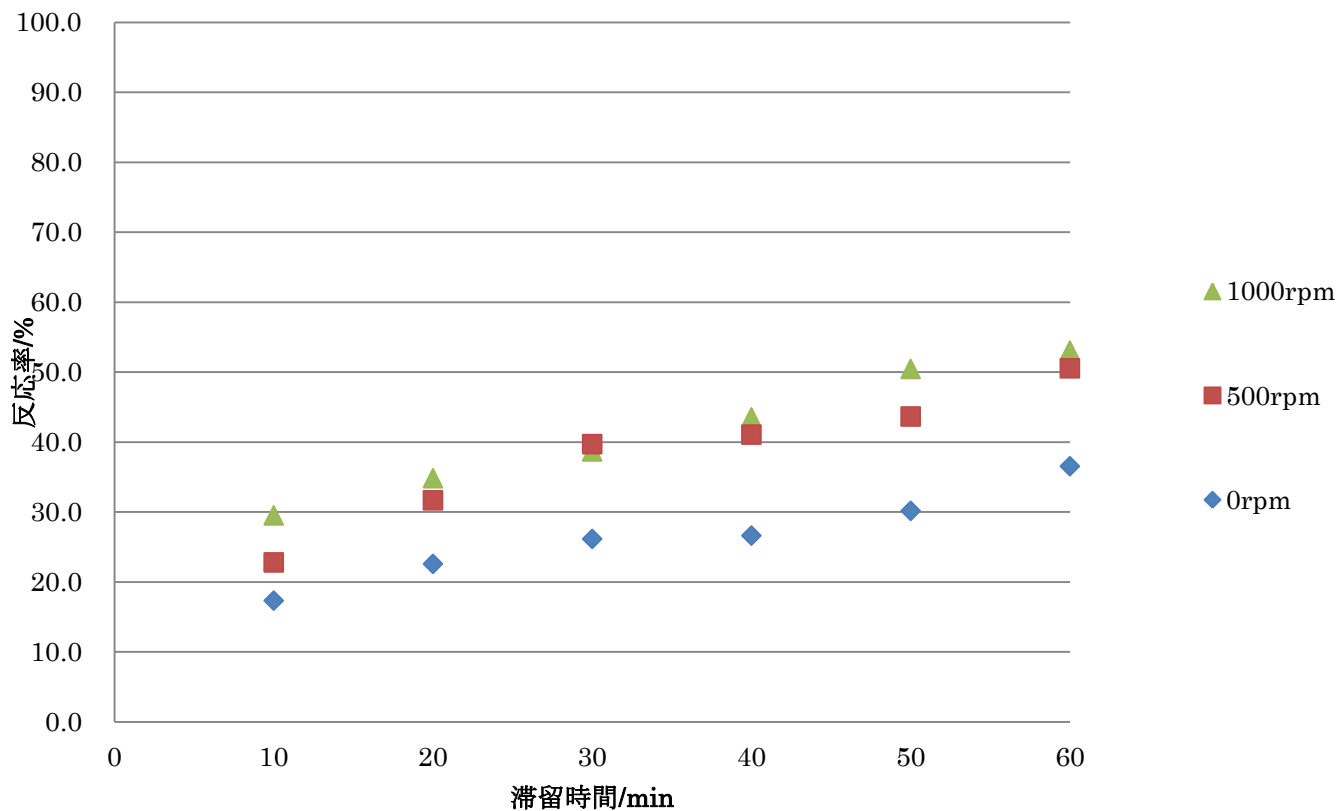


図 5-7 338 K 流量比 1 : 1 の界面活性剤入りの反応率

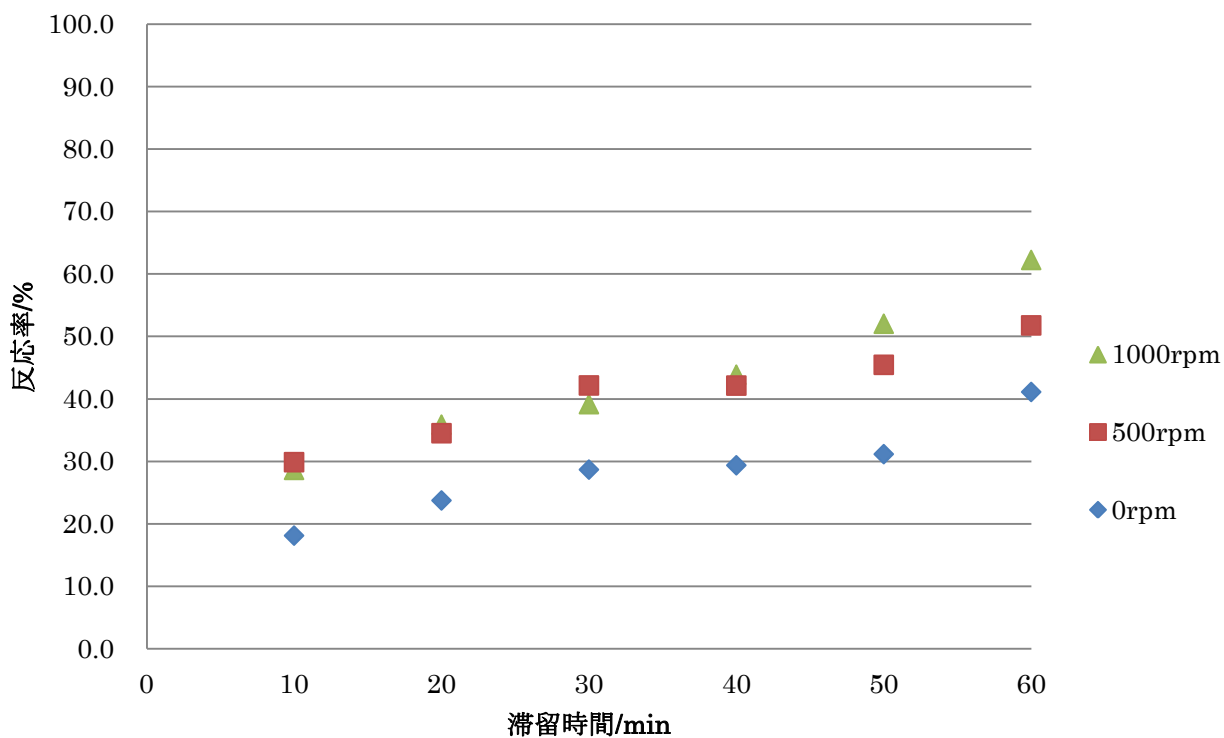


図 5-8 338 K 流量比 2 : 1 の界面活性剤入りの反応率

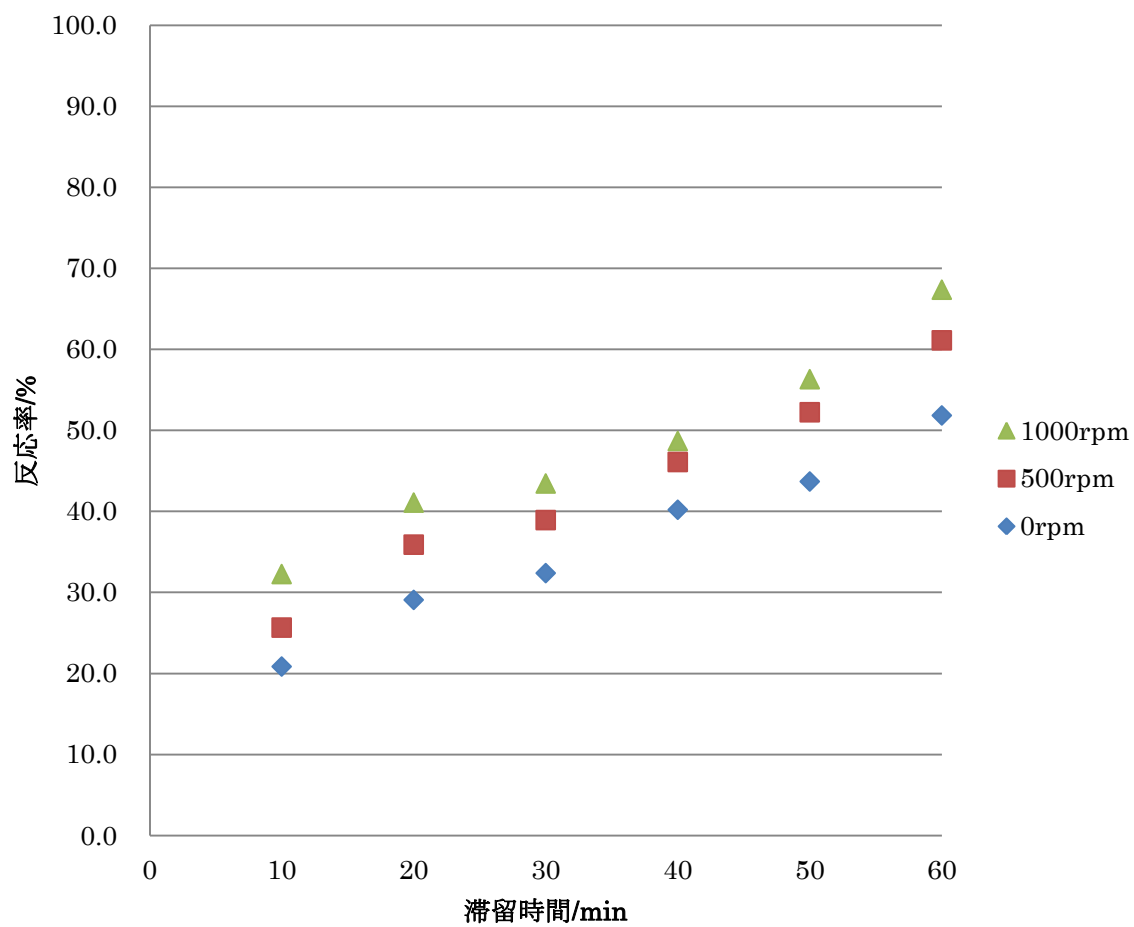


図 5-9 338K 流量比 3 : 1 の界面活性剤入りの反応率

5. 10 温度 348K 体積流量比 1 : 1 界面活性剤有りのデータ

表 5-10-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0219	0.0592		
10	0.0167	0.0451	0.2385	23.85
20	0.0166	0.0450	0.2403	24.03
30	0.0159	0.0431	0.2716	27.16
40	0.0148	0.0400	0.3249	32.49
50	0.0136	0.0368	0.3792	37.92
60	0.0127	0.0344	0.4182	41.82

表 5-10-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0224	0.0605		
10	0.0166	0.0450	0.2561	25.61
20	0.0164	0.0444	0.2666	26.66
30	0.0151	0.0409	0.3246	32.46
40	0.0121	0.0327	0.4585	45.85
50	0.0105	0.0285	0.5289	52.89
60	0.0095	0.0258	0.5725	57.25

表 5-10-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0227	0.0612		
10	0.0152	0.0413	0.3260	32.60
20	0.0140	0.0379	0.3801	38.01
30	0.0131	0.0354	0.4212	42.12
40	0.0118	0.0319	0.4785	47.85
50	0.0086	0.0234	0.6176	61.76
60	0.0076	0.0206	0.6637	66.37

表 5-10-4 0,500,1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	23.9	25.6	32.6
20	24.0	26.7	38.0
30	27.2	32.5	42.1
40	32.5	45.9	47.9
50	37.9	52.9	61.8
60	41.8	57.3	66.4

5. 1 1 温度 3 4 8 K 体積流量比 2 : 1 界面活性剤有りのデータ

表 5-11-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0226	0.0610		
10	0.0169	0.0457	0.2514	25.14
20	0.0163	0.0442	0.2752	27.52
30	0.0159	0.0431	0.2929	29.29
40	0.0149	0.0402	0.3405	34.05
50	0.0136	0.0368	0.3974	39.74
60	0.0124	0.0335	0.4512	45.12

表 5-11-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0226	0.0596		
10	0.0171	0.0462	0.2435	24.35
20	0.0144	0.0390	0.3602	36.02
30	0.0139	0.0375	0.3854	38.54
40	0.0119	0.0323	0.4696	46.96
50	0.0116	0.0314	0.4850	48.50
60	0.0088	0.0240	0.6068	60.68

表 5-11-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0226	0.0612		
10	0.0156	0.0423	0.3088	30.88
20	0.0140	0.0379	0.3805	38.05
30	0.0132	0.0358	0.4150	41.50
40	0.0112	0.0304	0.5024	50.24
50	0.0080	0.0217	0.6451	64.51
60	0.0052	0.0142	0.7675	76.75

表 5-11-4 0,500,1000rpm の反応率

	0rpm	500rpm	1000rpm
10	25.1	24.4	30.9
20	27.5	36.0	38.1
30	29.3	38.5	41.5
40	34.1	47.0	50.2
50	39.7	48.5	64.5
60	45.1	60.7	76.8

## 5. 1 2 温度 3 4 8 K 体積流量比 3 : 1 界面活性有りのデータ

表 5-12-1 0rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0223	0.0603		
10	0.0165	0.0447	0.2578	25.78
20	0.0161	0.0436	0.2765	27.65
30	0.0156	0.0421	0.3011	30.11
40	0.0148	0.0401	0.3346	33.46
50	0.0136	0.0367	0.3907	39.07
60	0.0116	0.0314	0.4788	47.88

表 5-12-2 500rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0224	0.0605		
10	0.0164	0.0444	0.2664	26.64
20	0.0149	0.0404	0.3327	33.27
30	0.0142	0.0385	0.3627	36.27
40	0.0130	0.0351	0.4197	41.97
50	0.0116	0.0314	0.4802	48.02
60	0.0087	0.0236	0.6097	60.97

表 5-12-3 1000rpm の AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
	0.0212	0.0574		
10	0.0139	0.0375	0.3451	34.51
20	0.0133	0.0361	0.3700	37.00
30	0.0119	0.0321	0.4401	44.01
40	0.0113	0.0307	0.4644	46.44
50	0.0082	0.0223	0.6108	61.08
60	0.0051	0.0139	0.7576	75.76

表 5-12-4 0,500,1000rpm の反応率

10	25.8	26.7	34.5
20	27.7	33.3	37.3
30	30.1	36.3	44.0
40	33.5	42.0	46.4
50	39.1	48.0	59.3
60	47.9	61.0	75.8

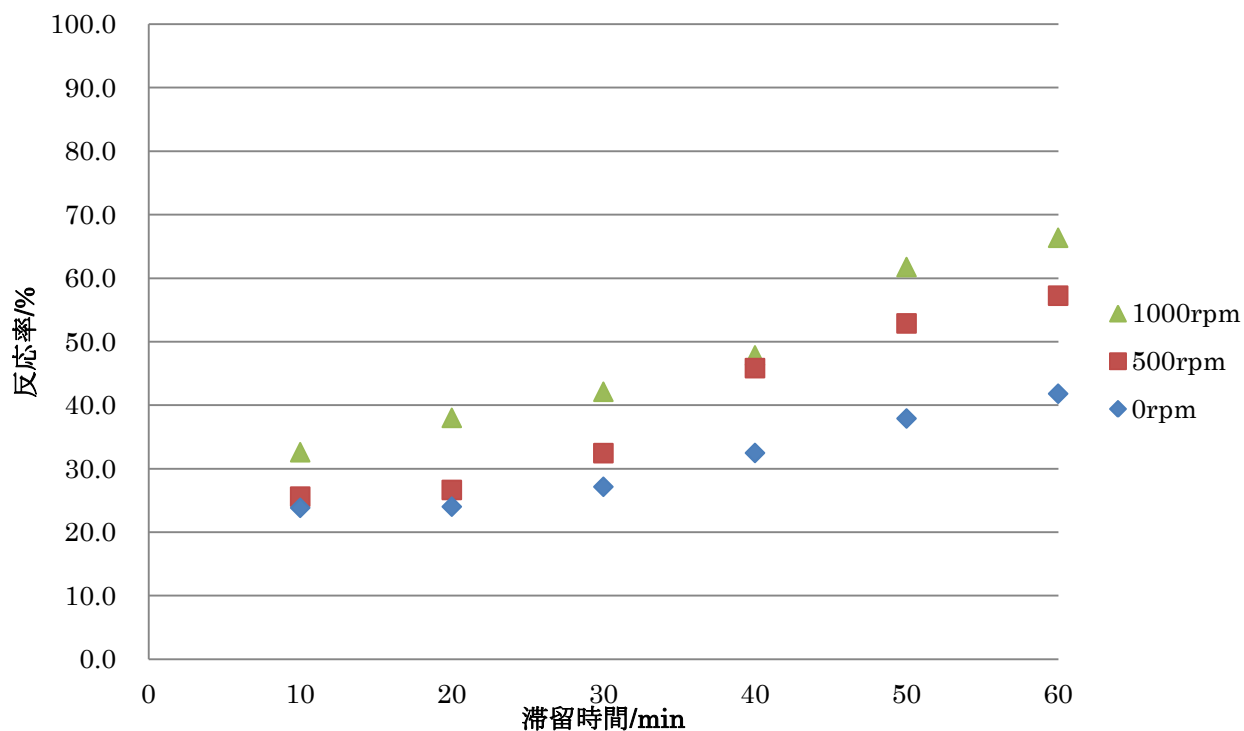


図 5-10 3 4 8 K 流量比 1 : 1 の界面活性剤入りの反応率

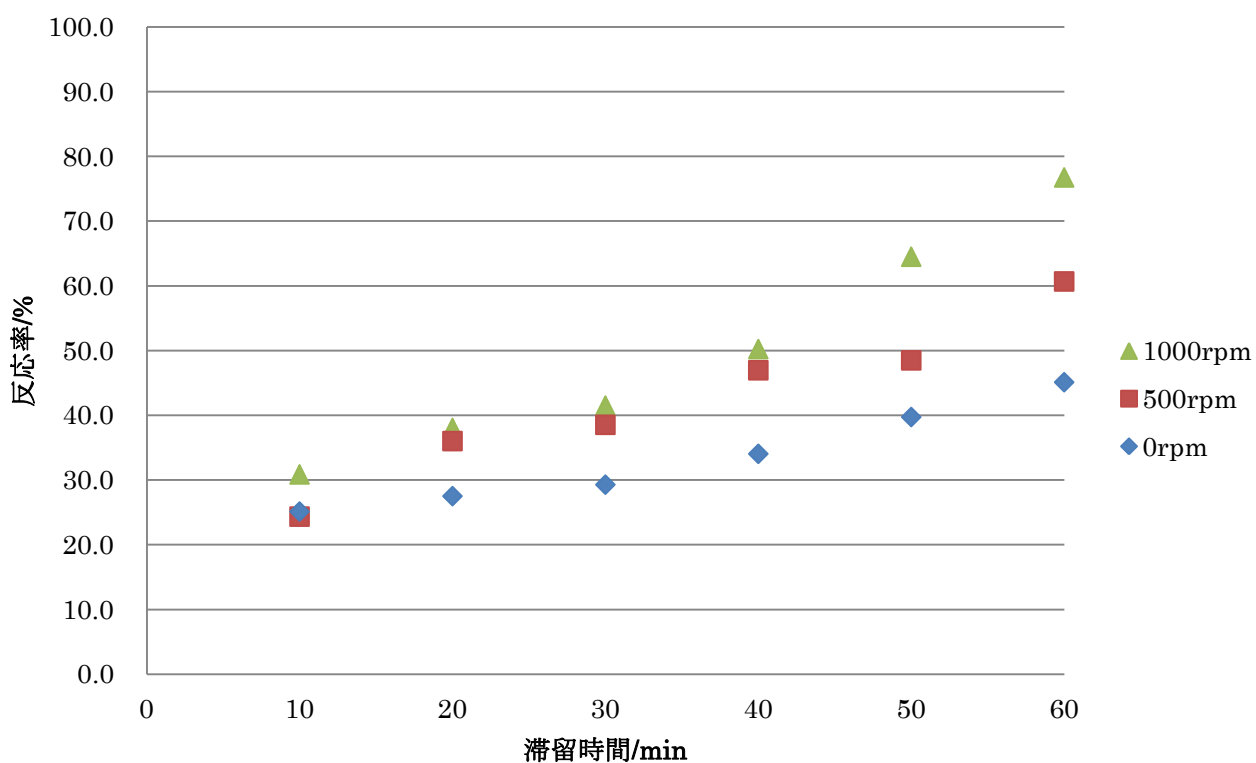


図 5-11 3 4 8 K 流量比 2 : 1 の界面活性剤入りの反応率

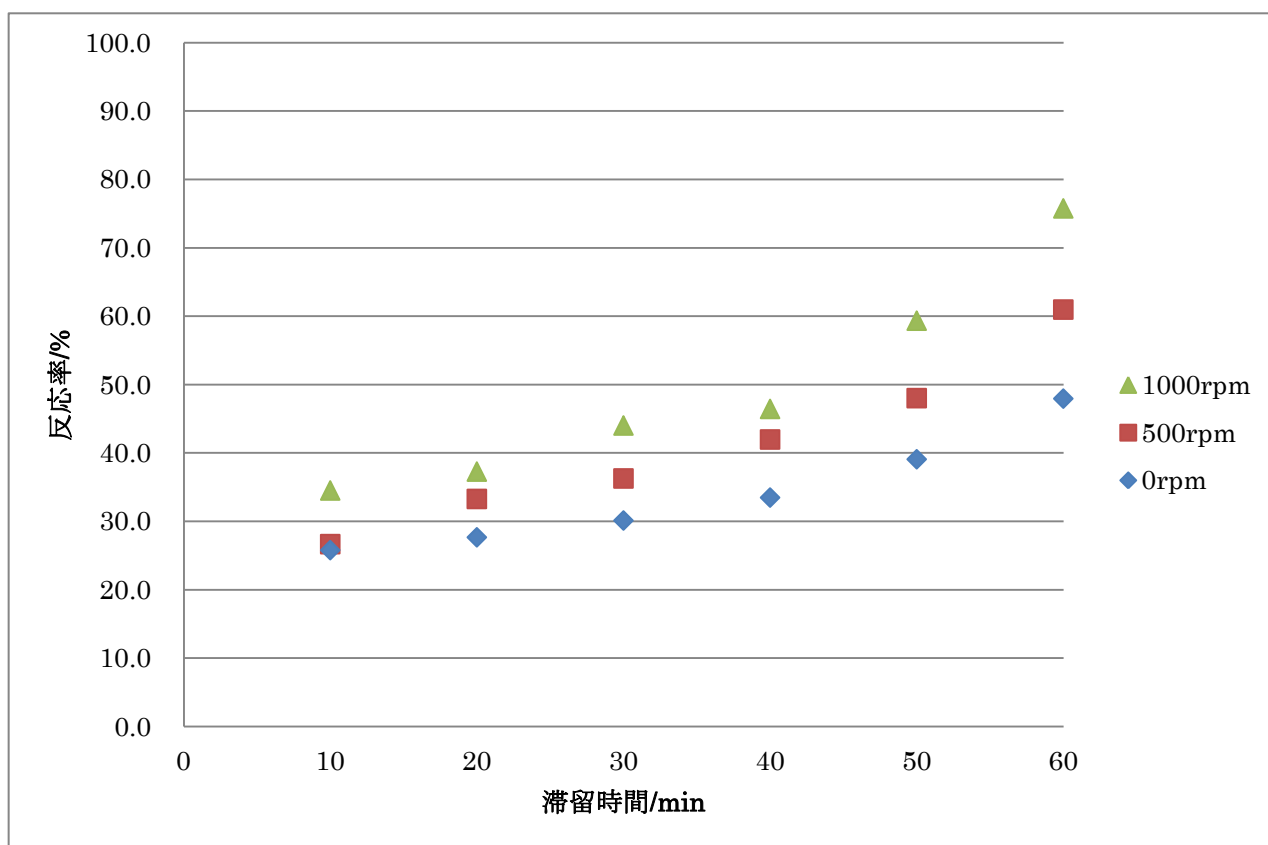


図 5-12 3 4 8 K 流量比 3 : 1 の界面活性剤入りの反応率



5. 13 338K、348Kのバッチ式のデータ

表 5-13-1 338Kの AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(③/①)	g 比(③/①)		反応率
滞留時間	0.0242	0.0653		
20	0.0207	0.0560	0.1424	14.24
40	0.0206	0.0558	0.1454	14.54
60	0.0203	0.0549	0.1599	15.99
80	0.0190	0.0514	0.2135	21.35
100	0.0180	0.0486	0.2550	25.50
120	0.0165	0.0446	0.3164	31.64

表 5-13-2 338Kの反応率

滞留時間	反応率
20	14.2
40	14.5
60	16.0
80	21.4
100	25.5
120	31.6

表 5-13-3 348Kの AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(③/①)	g 比(③/①)		反応率
	0.0200	0.0524		
20	0.0150	0.0405	0.2265	22.65
40	0.0133	0.0361	0.3115	31.15
60	0.0132	0.0358	0.3176	31.76
80	0.0108	0.0292	0.4425	44.25
100	0.0097	0.0264	0.4962	49.62
120	0.0090	0.0245	0.5327	53.27

表 5-13-4 348Kの反応率

滞留時間	反応率
20	22.7
40	31.2
60	31.8
80	44.3
100	49.6
120	53.3

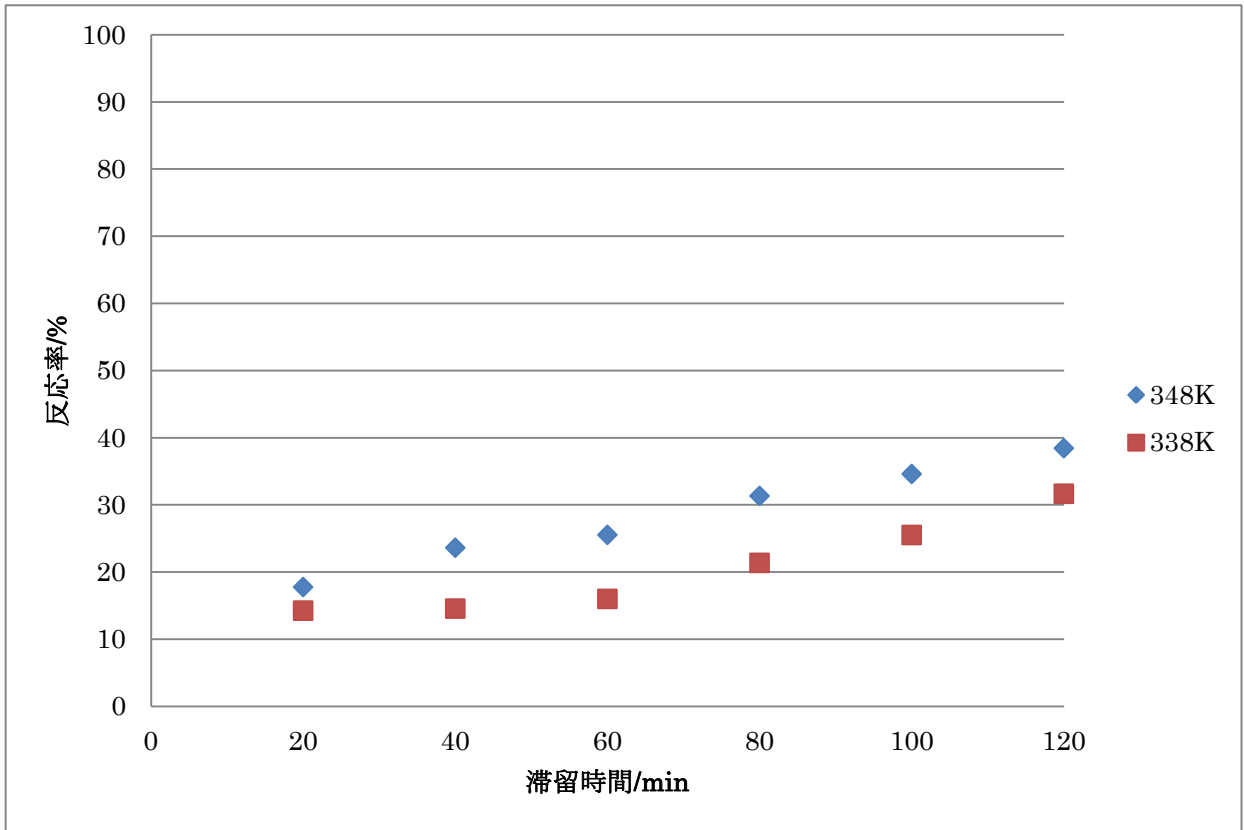


図 5-13 338K 348K でのバッチ式の反応率

5. 14 バッチ式 338K、348Kでの界面活性剤入りのデータ

表 5-14-1 338Kの AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(②/①)	g 比(②/①)		反応率
滞留時間(min)	0.0229	0.0619		
20	0.0189	0.0511	0.1754	17.54
40	0.0179	0.0484	0.2191	21.91
60	0.0170	0.0461	0.2558	25.58
80	0.0148	0.0399	0.3553	35.53
100	0.0140	0.0378	0.3888	38.88
120	0.0127	0.0345	0.4434	44.34

表 5-14-2 338Kの反応率

滞留時間(min)	反応率
20	17.5
40	21.9
60	25.6
80	35.5
100	38.9
120	44.3

表 5-14-3 348Kの AREA 比、質量比、反応率

	AREA 比(③/①)	g 比(③/①)		反応率
	0.0200	0.0524		
20	0.0150	0.0405	0.2265	22.65
40	0.0133	0.0361	0.3115	31.15
60	0.0132	0.0358	0.3176	31.76
80	0.0108	0.0292	0.4425	44.25
100	0.0097	0.0264	0.4962	49.62
120	0.0090	0.0245	0.5327	53.27

表 5-14-4 348Kの反応率

滞留時間	反応率
20	22.7
40	31.2
60	31.8
80	44.3
100	49.6
120	53.3

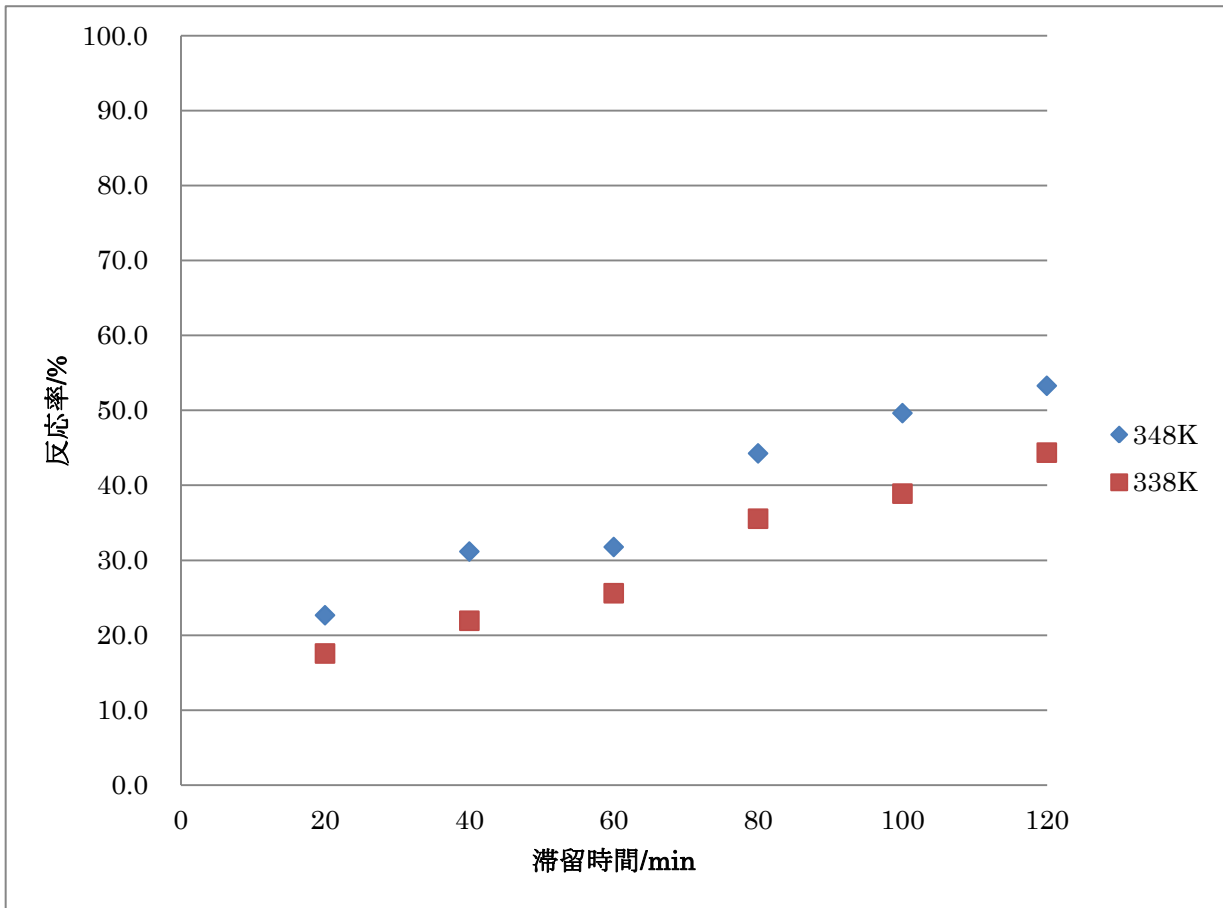


図 5-15 338K 348K でのバッチ式 界面活性剤入りの反応率

## 6. 考察

### 6. 1 バッチ式との比較

338K、348Kともにバッチ式に比べて反応率が向上した。バッチ式では120分で到達する反応率まで、回転なしでも60分で到達した。リアクタの中でスラグ流が生じ反応速度が上がったと思われる。

### 6. 2 回転数の違いによる反応率の変化

回転数が上がるに連れて反応率が上がった。通常のマイクロリアクタでの層流の反応よりも乱流を起こして攪拌させることが反応率に大きな影響を及ぼしていると考えられる。

### 6. 3 滞留時間について

滞留時間が長くなるほど攪拌による影響が強くなり反応がより進んだと考えられる。

### 6. 4 流量比の違いによる攪拌効果の違い

水相の流量を大きくすればするほど、有機相が細かくなりKOHとの間で相間移動触媒がより効果を発揮し、反応率が飛躍的に伸びる。

### 6. 5 界面活性剤の有無による反応率の違い

バッチ式では界面活性剤を入れたものの方が反応率が上がり、リアクタでも同様に反応率が上がると思われたが、リアクタ内で遊離した物質が反応の妨げになった。ワイヤーでの拡張でそのようなことも改善されるかと思ったが、うまく反応が進まなかった。

## 7. 結言

本実験で以下のようなことが分かった。

- ・ 攪拌なしのマイクロリアクタではバッチ式と変わらない反応率しか得られないということ。
- ・ ワイヤーによる攪拌は反応率に大幅に上昇させる。
- ・ 滞留時間が長くなるほど、ワイヤーの攪拌効果が現れること。
- ・ ワイヤーの回転だけでなく流量の比の違いで反応率に違いが出てくること。
- ・ 水相に界面活性剤を加えて乳化を促進させ、有機相と密着することによって反応率が上がると思われたが、反応率に大きな違いが現れないこと。
- ・ ワイヤーの回転数を上げていくと、チューブとの摩擦によってワイヤーがねじれてしまう現象が起こった、これを改善するためにも摩擦の少ない素材、かつ、有機溶剤に強いチューブでの実験が望ましい。
- ・ ワイヤー攪拌式のマイクロリアクタでは、長時間の稼働が難しい、有機溶剤等によってさびが発生しそれに伴う摩擦で反応がうまく進まないで、ワイヤー自体の強度も必要であることもわかった。

## 8. 参考文献

- 1) 片山ら 化工 40 回秋季 仙台 L217 2008.9  
分離技術 2012 大阪 S9-1 2012.6
- 2) S. Aljbour, T. Tagawa, *J.Chem. Eng. Japan*, **42**, 400-406 (2009)
- 3) 深浦晃、法政大学卒業論文(2011)
- 4) 樋口優、法政大学大学院修士論文(2010)
- 5) 吉田潤一編、「ロボット・マイクロ合成最前線」、化学同人 p84~p92
- 6) 「ケミカルエンジニアリング」 2011 VOL.56 NO.7 化学工業社 p7~p15
- 7) 疋田晴夫、改訂新版化学工学論 I、朝倉書店、p30~36

## 9. 謝辞

研究にあたり、懇切丁寧にご指導を賜りました片山寛武教授、研究について相談に乗っていただいた M2 の佐藤知也君、および学部生の一同に感謝申し上げます。