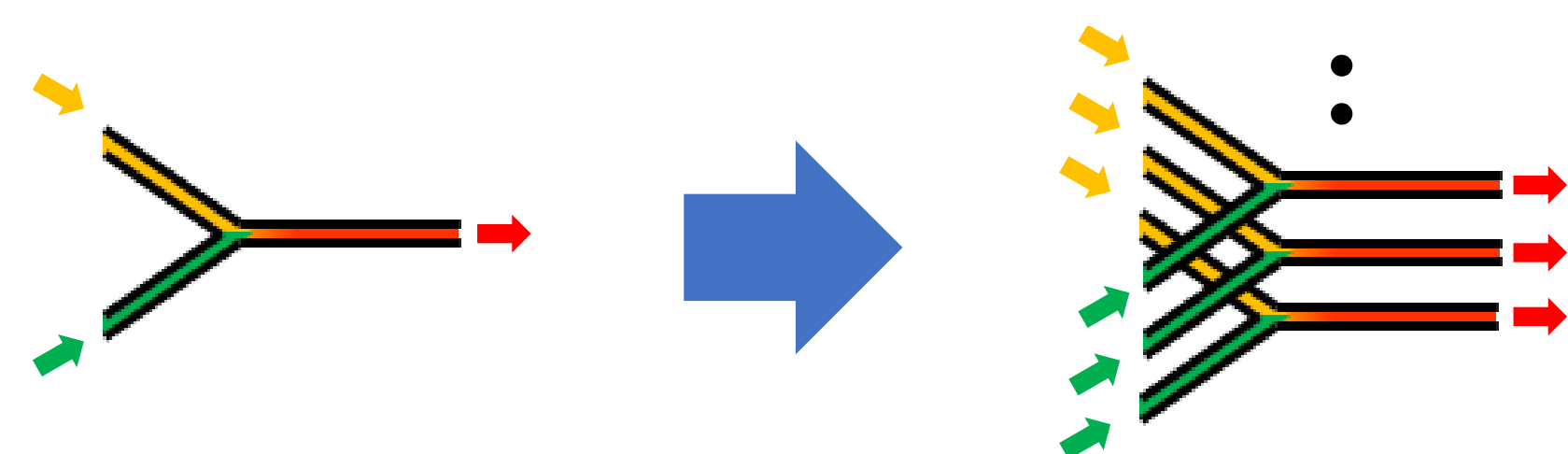


SMCR®を用いた大容量フロー合成の検討事例



化学技術部 馬場 竜希

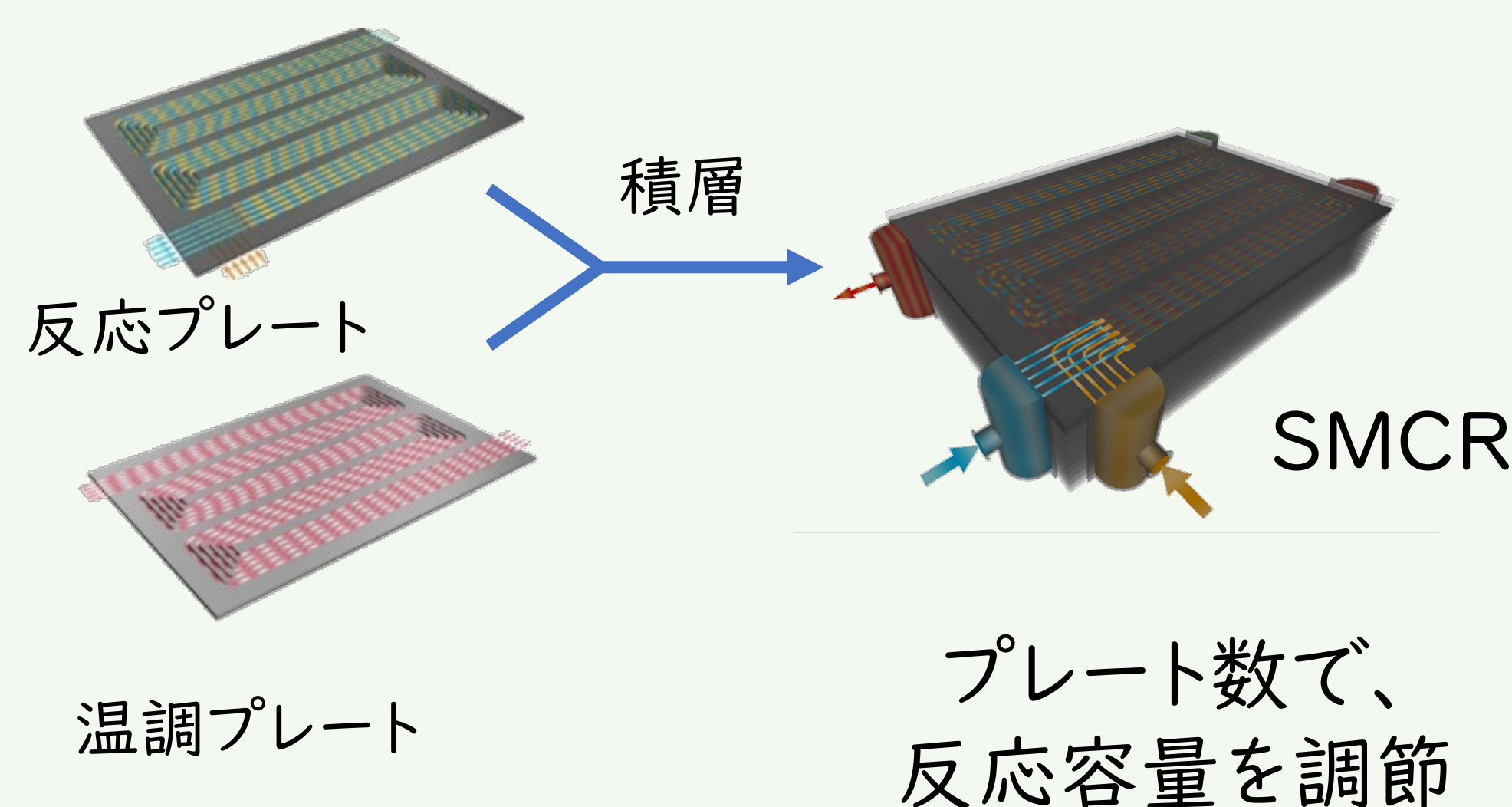
<背景> フロー合成のスケールアップ



ナンバリングアップで増産化が見込めるが、チューブを大量に増設するだけでは、限度がある。

積層型多流路反応装置: SMCR

(神戸製鋼所/神鋼環境ソリューション)

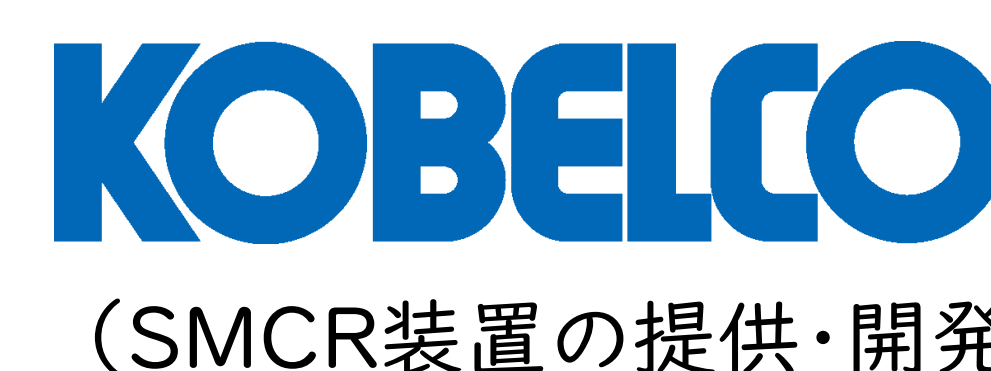
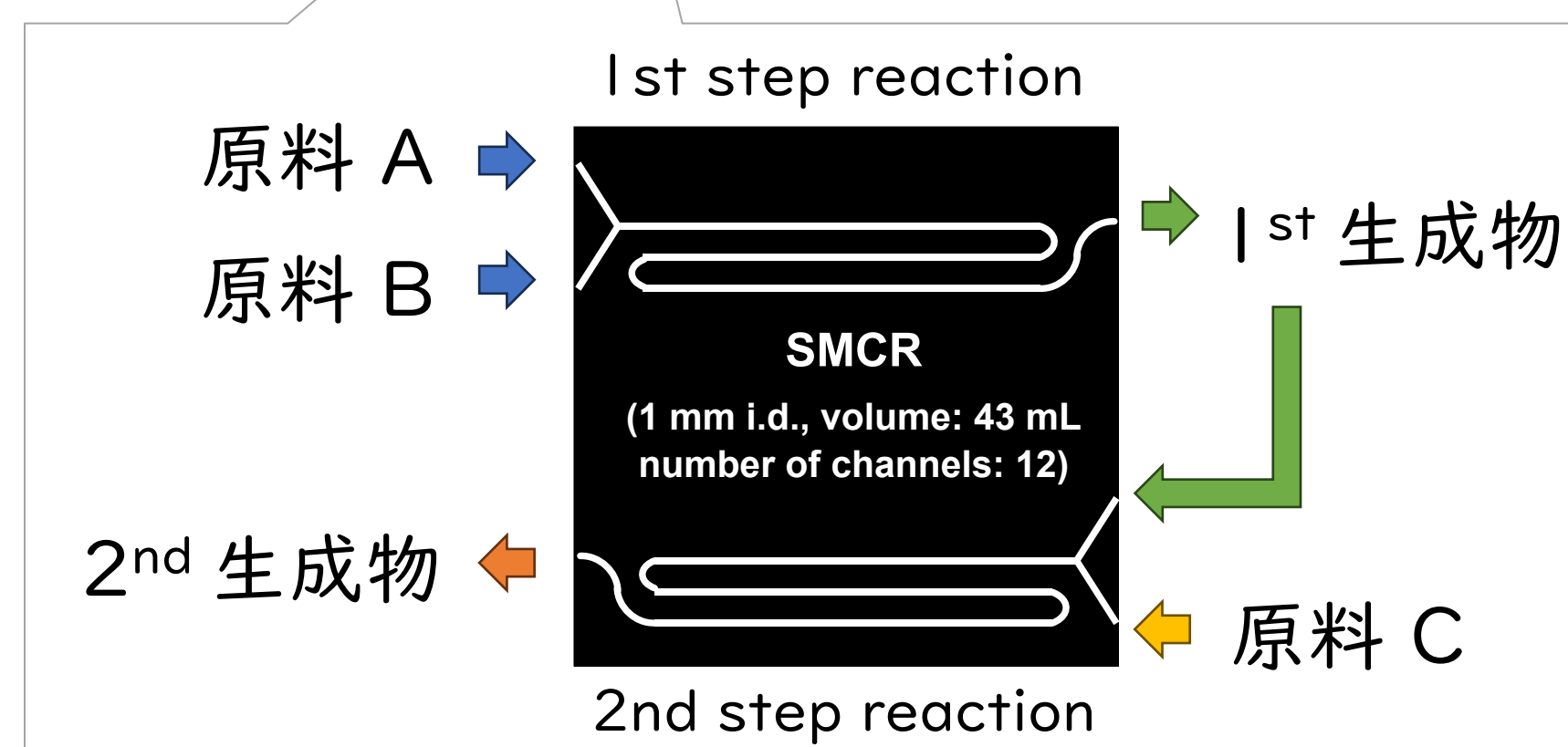


プレート数で、
反応容量を調節

<SMCR装置の概要>



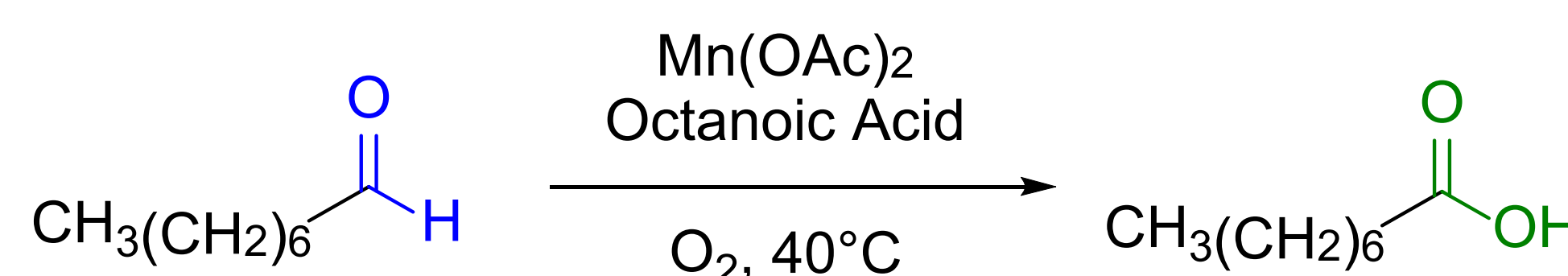
本体サイズ	180 x 260 x 63 mm
重量	約24 kg
材質	SUS316L
設計温度	250 °C
設計圧力	8 MPa
流路仕様	流路サイズ: 半径1mm 半円形 流路長: 2.3 m / 4.6 m 流路数: 24本 / 12本
内容積	43 ml / 84 ml
温度調整方法	内部の温調流路への熱冷媒供給



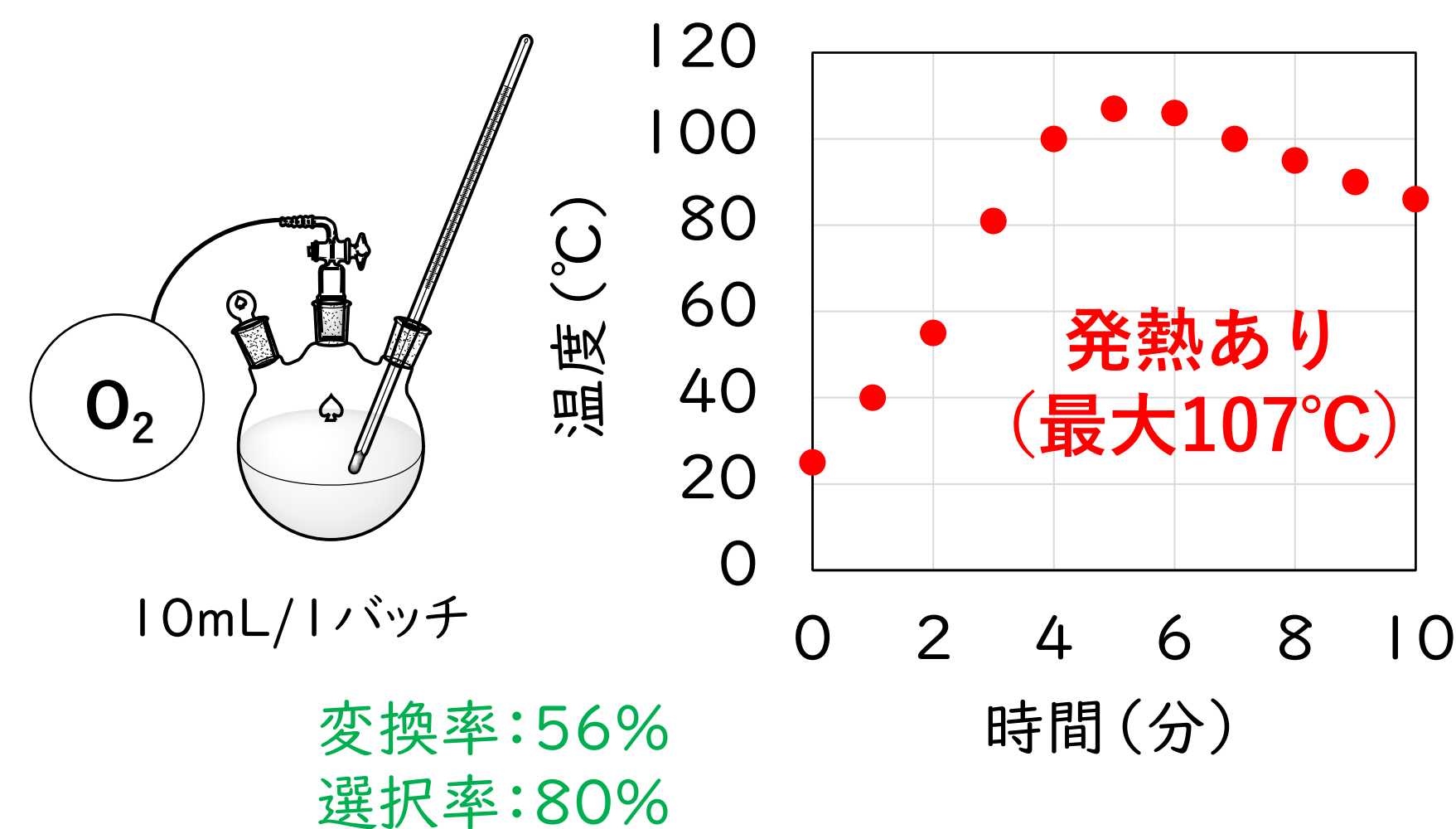
SMCRを活用した
反応事例を蓄積し、
大容量フロー合成の
ノウハウを発信していく。

●SMCRの導入効果の検証

アルデヒドの酸化反応 (気-液反応, 激しい発熱)

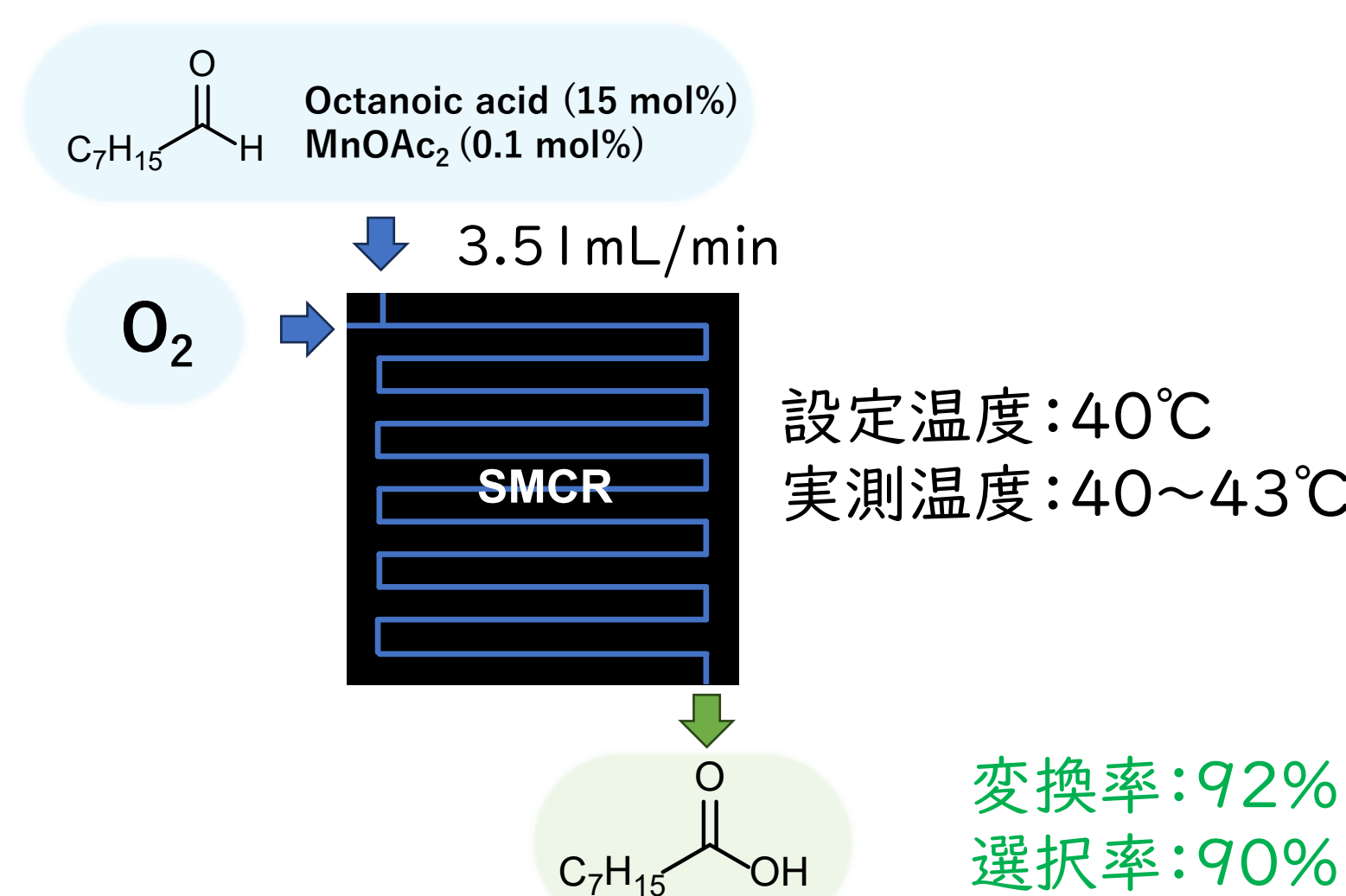


バッチ反応



発熱反応の温度制御が難しく、
副生物が生じやすい。

SMCR反応



運転温度を十分に制御でき、
選択率だけでなく変換率も向上した。

<生産性の比較>

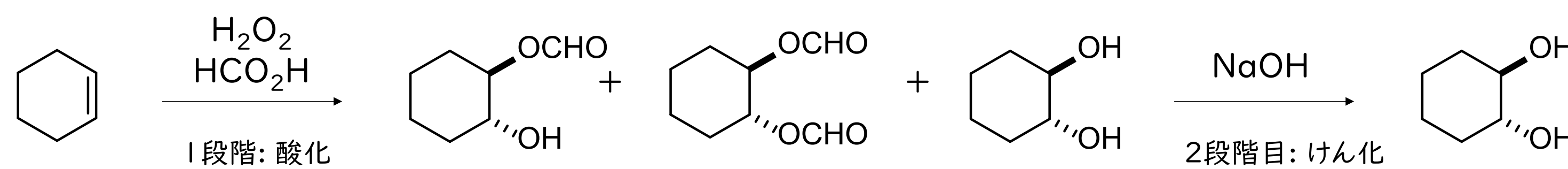
	バッチ反応	SMCR	SMCR 導入効果
生産量	4.2g/1バッチ (10min)	26.9g (10min)	6倍
収率	45%	83%	38%増

- ・気液界面の接触増大による反応促進
- ・SMCRの除熱特性による副反応抑制
(分離工程の負荷低減)

●チューブ反応とSMCRの比較検証

シクロヘキセンの酸化とけん化反応 (液-液反応, 激しい発熱)

Kraft, A. et al. J. Org. Chem. 2007, 72, 10235.

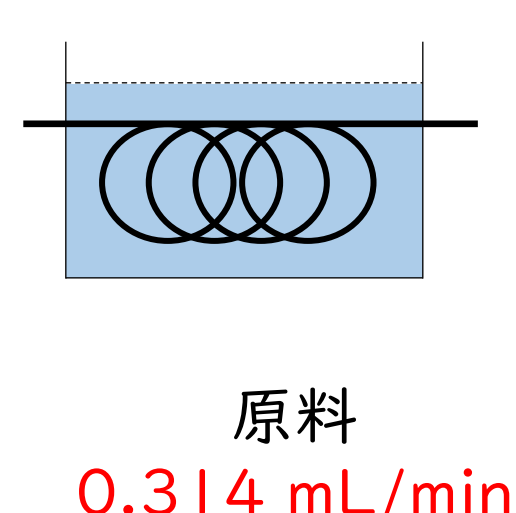


既報の結果
(バッチ vs チューブ)



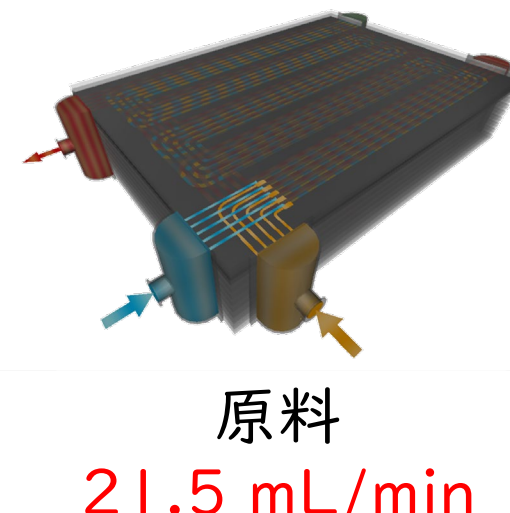
チューブ反応の方が
温度管理が容易で、
高純度品が得られる。

チューブ反応



原料
0.314 mL/min

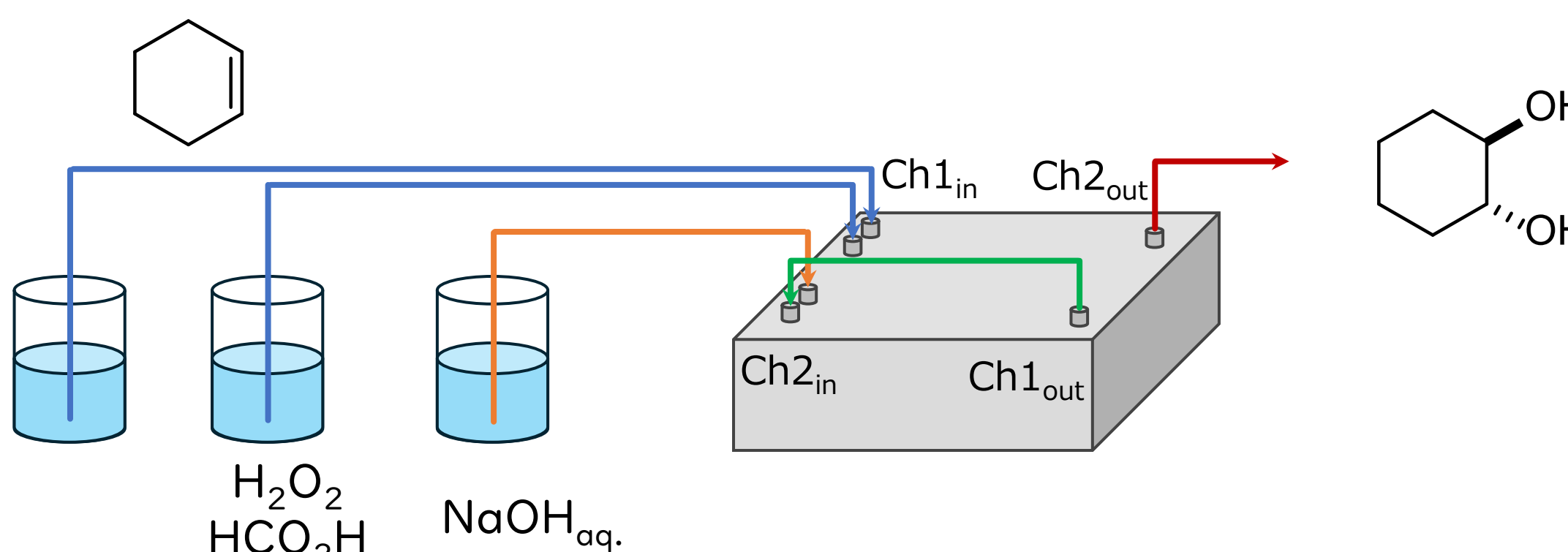
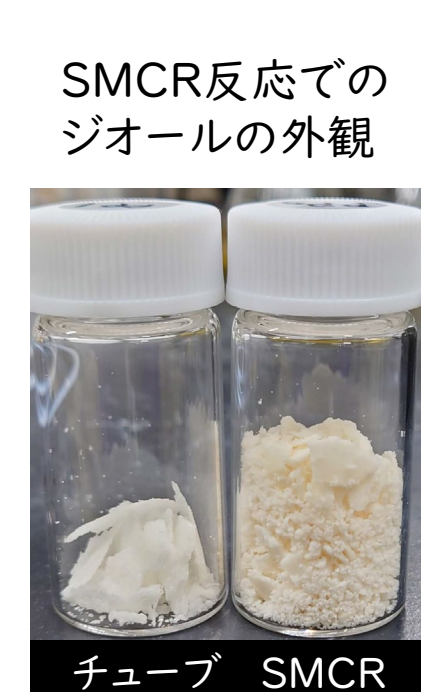
SMCR反応



原料
21.5 mL/min

反応	SMCRでの 原料処理量
酸化	140倍
けん化	70倍

原料処理量を約100倍近くにしても、
チューブ反応と同様の結果が得られた。

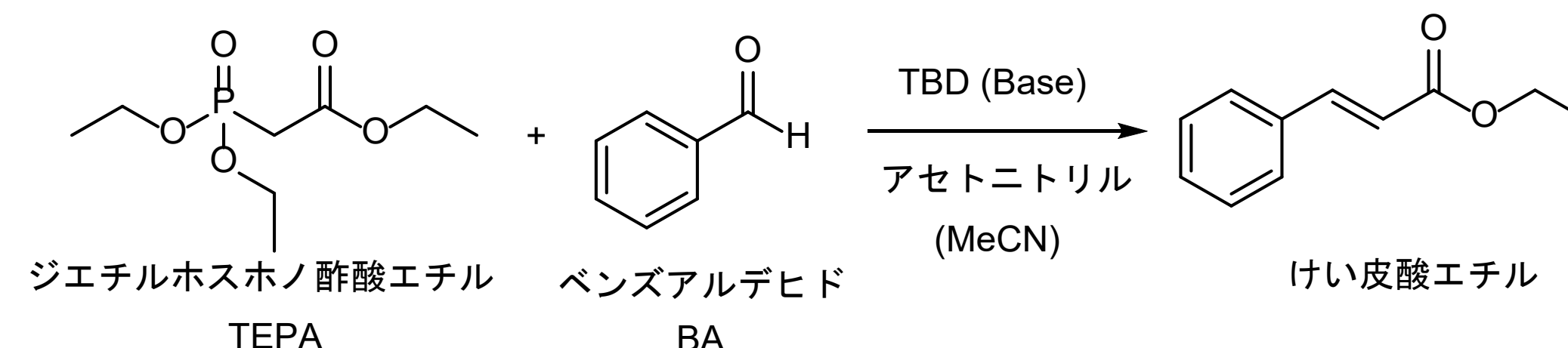


2段階反応を1台のSMCRで連続的に実施できることも確認できた。

●連続運転性(反応→抽出)の評価

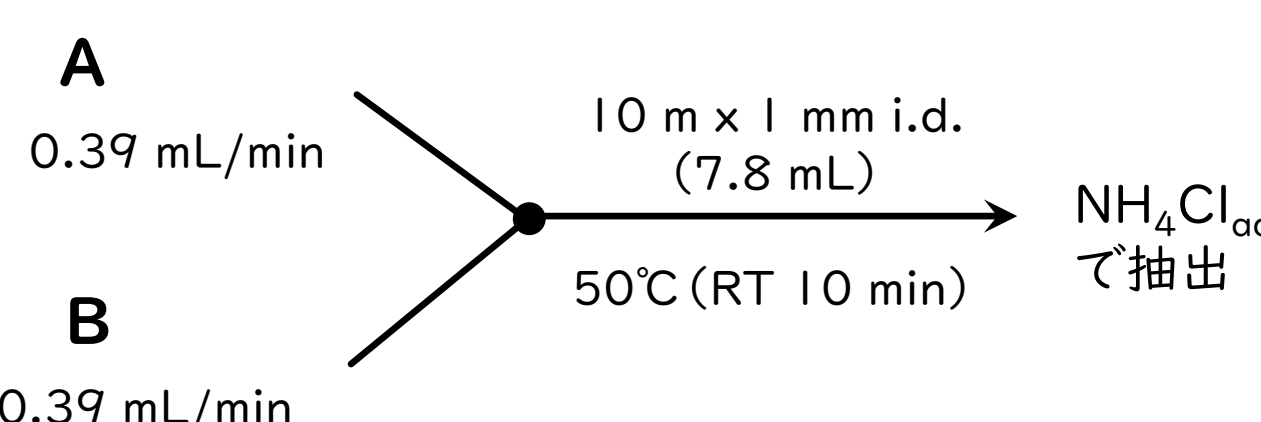
Honer-Wadsworth-Emmons反応

HELVETICA CHIMICA ACTA 2005, 8, 1.



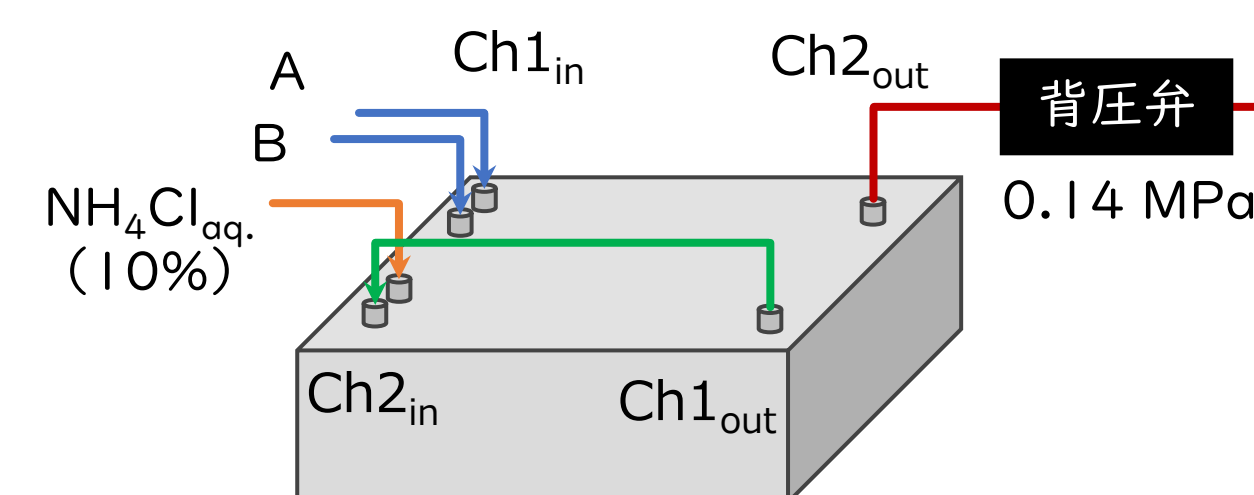
チューブ反応

母液 A	TEPA	0.20 M/MeCN
母液 B	BA	0.24 M/MeCN
	TBD	0.22 M/MeCN



SMCR反応

母液 A	TEPA	0.105 M/MeCN
母液 B	BA	0.100 M/MeCN
	TBD	0.105 M/MeCN



Run	流量 (mL / min)			反応時間 (min)	合計滞留時間 (Ch1 + Ch2, min)	温度 (°C)	収率 (%)	収量 (g / h)
	母液 A	母液 B	NH4Cl aq.					
1	2.15	2.15	無し	10	10 (Ch1のみ使用)	30	96	2.18
2	2.15	2.15	4.3	10	15	30	93	2.11
3	4.3	4.3	8.6	5	7.5	50	87	3.96
4 (Tube)	0.39	0.39	無し	10	10 (チューブ試験)	50	94	0.76

背圧弁の調節で複数流路への反応液の分配が均一になった。
⇒ チューブ反応の約5.2倍スケールで目的物を得ることができた。

●結言

反応系によっては、反応条件の再調節が必要になるが、
SMCRを活用して容易にスケールアップできた。