

Dec
2011

マイクロ化学生産研究活動の最前線を伝えるニュースレター

MiPS Insights



Preface

新しい装置、プラントを目指して
— 化工技術者の喜びと夢



Reports

行事報告
学会参加報告



Members

研究室紹介 -前研究室-



Features

デバイス紹介 -東レエンジニアリング(株)-



Upcoming events

行事予定案内



京都大学マイクロ化学生産研究コンソーシアム



Preface

新しい装置、プラントを目指して — 化工技術者の喜びと夢

京都大学 長谷部 伸治

これまで、化学工学技術者は、単位操作を武器にして、石油化学工業を主とする各種プラントの最適な設計や運転の問題解決に貢献してきました。大規模なプラントでは、1%の原単位改善でも企業に大きな利益をもたらしますが、合成化学者に比べ、「新しいものを開発した」という喜びは、少ないかもしれません。単位操作の概念が生まれて100年、石油化学コンビナートが稼働して50年も経つと、早々全く新しい装置は出現しません。ただ、確実に日本の化学産業構造は、高付加価値製品の多品種少量生産に移行しています。そして、マイクロの持つ特徴は、明らかに精密な合成に適しています。その意味で、

今がチャンス

と思います。マイクロの持つ特徴を生かした新しいプロセスを開発し、工業化を達成しましょう。会社を定年で去るとき、社内に自分の開発したプラントがいくつも動いている、というのは、化学工学技術者の喜びであり、夢であると思います。

先日、デジタルカメラの手ぶれ補正機能等、数々の発明をされているパナソニックの大嶋光昭氏（京都大学特命教授）と話をすることがありました。挫折、再起、挫折、再起の繰り返しで、最終的な商品化まで30年かかったということでした。上司に開発中止を言い渡されても粘り強く交渉したり、別の提案ルートを探したりした話には、頭が下がりました（開発中止の理由の1つは、「他社にその様なものを開発する動きがない」、ということだったようです）。マイクロプラント開発に30年かけるわけにはいきませんが、これまで世の中になくものを作るわけですから、簡単に実現すると思うのも安易です。

問題点がいっぱい

出てくると思います。それこそ、今後のプロセス

技術の課題であり、化学工学技術者の腕の見せ所だと思います。コンソーシアム所属の大学側教員にとっても新たな研究課題です。是非、問題点をぶつけていただければと思います。

では、大学にいる化工研究者は何を求めているのでしょうか。私の夢は、プロセス合成手法を用いた新たな単位操作、装置形状の自動合成です。設計条件を与えたら、必要な機能を最適に実行するための装置形状やサイズが自動的に導出できる手法を開発したいと考えています。技術者の経験まで全てシステムに組み込むことはできませんので、完全な自動化はできないと思いますが、技術者の発想を刺激するようなものができれば、合成化学者が新しい物質を合成するのと同じような感覚を化工技術者も持てると思います。

夢と終わるか実現するか・・・

Reports 行事報告

2011年7～11月に開催されたコンソーシアム関連行事について時系列で報告します。

2011年7月7日、(株)ワイエムシィによるデバイス説明会・デモが、30名の参加を得て、京都大学桂キャンパス・インテックセンターにて開催されました。講演の部では、吉田潤一 本学工学研究科教授・コンソーシアム代表による「APCBM2011会議報告」、(株)ワイエムシィによる「中国マイクロリアクター事情」および「デバイス・装置紹介」と題した講演がありました。見学の部では、(株)ワイエムシィによる次の4機「KeyChem-L」「KeyChem-H」「KeyChem-LUMINO」「KeyChem-Basic」の実機見学が行われました。

2011年7月29日、東レエンジニアリング(株)によるデバイス説明会・デモが、28名の参加を得て、東レエンジニアリング(株)滋賀事業場にて開催されました。吉田潤一 本学工学研究科教授・コンソーシアム代表の挨拶の後、講演の部では、前一廣 本学工学研究科教授・コンソーシアム副代表による「大量処理するためのマイクロデバイス設計、操作コンセプト」、東レエンジニアリング(株)

による「東レエンジニアリング(株)のマイクロ化学への取り組みと製品紹介」と題した講演がありました。見学の部では、東レエンジニアリング(株)製装置および東レイノベーションプラザの見学が行われました。

2011年8月1~2日、集中講義1(マイクロ化学合成)が、京都大学桂キャンパスBクラスター305号室にて開講されました。京都大学・吉田教授が講師として、マイクロフロー系を用いた有機合成反応の特徴と、その特徴を生かした反応集積化について講述するとともに、最新例を紹介しました。

2011年9月5~9日、集中講義2(マイクロ化学工学)が、京都大学桂キャンパスAクラスターA2棟302講義室にて開講されました。京都大学・前教授、京都大学・長谷部教授、京都大学・牧准教授が講師として、マイクロ空間を利用した化学操作の基礎について講述するとともに、次世代生産プロセスとしての設計、システムの考え方と新しい制御手法を解説しました。

2011年9月5~9日、マイクロ化学生産実習が、京都大学桂キャンパスBクラスター105号室にて開講されました。京都大学・牧准教授、京都大学・永木助教、京都大学・殿村助教が講師としてマイクロ化学生産実習を担当し、受講生は実験およびCFDシミュレーションを通して、マイクロデバイスの取り扱い方や基本操作法を習得し、独自に必要なデバイスを選定し、組み立て、それらを用いて反応実験を行える能力を身につけました。

2011年11月25日午前、21名の参加を得て、日油株式会社武豊工場の見学会が開催されました。同社はマイクロリアクターを用いたプロセス開発も手がけるトップメーカーのひとつであり、見学会は開発現場の話も聴くことができる絶好の機会となりました。マイクロリアクターの研究開発状況説明および設備見学の他、産業用爆薬起爆デモと宇宙ロケットの製造設備も見学しました。さらに同日午後、本コンソーシアムが協賛する形で、化学工学会反応工学部会マイクロ化学プロセス分科会講演会がJ-HOTEL RINKU(常滑市)にて開催されました。総勢51名の参加を得て、「フロー・

マイクロリアクター合成化学の魅力」(京都大学・吉田教授)、「マイクロ化学プロセスにおけるプロセス強化」(東京農工大学・桜井准教授)、「バイオアクリレート製造プロセスへのマイクロチャネルリアクターの適用」(三菱レイヨン(株)・安川氏)、「Nanovaterによる高速・高圧流マイクロリアクターのスケールアップ」(吉田機械興業(株)・高島氏)、「マイクロ化学プラントによるジアリールエテンの連続合成」(山田化学工業(株)・浅居氏)、「マイクロ化学プロセスによる高機能性ナノ粒子の開発」(株)ナノ・キューブ・ジャパン・中崎氏)の6件の講演がありました。多くの方々から多様な質問が出され、参加いただいた方々のこの分野に対する関心の高さを改めて痛感しました。

学会報告

化学工学会第43回秋季大会報告

岡山大学大学院環境学研究科
岡山マイクロリアクターネット
小野 努

2011年9月14日~16日、名古屋工業大学で開催された公益社団法人化学工学会第43回秋季大会において、「新たなフェーズに進化するマイクロ化学プロセス技術」シンポジウムを京都大学・牧泰輔先生と共同でオーガナイズしました。例年同様、非常に多くの参加者が集まり、最新の研究成果発表と活発な討論が行われました。2日間に渡って開催したシンポジウムでは、展望講演1件を含む25件の口頭発表が行われ、その内訳は企業3件、大学14件、独立行政法人6件でありました。また、本シンポジウムの枠外でも少なくとも7件はマイクロ流路を用いた研究の発表が行われていました。

展望講演では、本コンソーシアム研究機関会員でもある独立行政法人産業技術総合研究所のコンパクト化学システム研究センターの川波肇氏より「耐高温高圧マイクロリアクターを用いた高効率物質製造法」と題してご講演頂きました。マイクロリアクターが高温高圧条件での反応と非常に相性が良く、様々な有機合成反応においてマイクロリアクターを用いる有益性や注意点などを、実例

を交えて分かりやすく解説して頂きました。

今回の全体の発表内容を見渡しましたところ、「スラグ流」や「多相系（特に気液）」といった均一反応系以外の反応系を対象にしたものが多く、「触媒担持法」や「分離膜」などの技術に関する発表も複数あり、マイクロ空間内で異相界面が存在する反応に積極的に取り組んでいる傾向を感じました。徳島大学の外輪健一郎先生の発表でも述べられていましたように、反応時間を流路長とすることが利点でもあり課題にもなるマイクロ化学プロセスにおいては、反応時間を必要とする反応への適応も重要であり、多相系の取り扱い方を明らかにしていくことは今後重要であると思われま。手前味噌ではありますが、筆者らも数年前からスラグ流を用いた液液抽出実験を通して、スラグ流では異相間の物質移動が効率良く行えることを、比表面積がより高いエマルジョンと比較した結果からも明らかにしてきました (*Ind. Eng. Chem. Res.*, **50**, 6915 (2011), *AIChE J.*, **56**, 2168 (2010), *J. Chem. Eng. Japan*, **40**, 1076 (2007))。

また、産総研の研究グループでは、直接合成法による過酸化水素製造をマイクロリアクターで実現して実用化に向けた研究を進めており、神戸製鋼所の研究グループでは積層型多流路反応器 (SMCR) を用いてスラグ流での量産型マイクロリアクター装置開発を実用化レベルで展開しており、マイクロ化学プラントでの生産の可能性を感じさせてくれるものでありました。

反応プロセスにおける触媒の重要性は話すまでもありませんが、マイクロ化学プロセスにおける触媒の利用法についてはまだまだ発展途上であり、マイクロ流路表面への担持やナノ多孔材料や他の構造体を利用した触媒担持方法など様々検討されていました。触媒を用いる際には、反応基質と固液あるいは気固間での反応になることが多く、上述のように多相系での取り扱いが不可欠になります。三菱レイヨンの研究グループでは、均一触媒系を用いることで反応基質である酸素との気液スラグ流を用いて反応性を向上させていたのは興味深いところでもあります。

そのほか、マイクロ空間の迅速混合や反応速度制御の特徴を利用して、無機ナノ粒子の調製を行

っている発表も目立ちました。粒子径や粒子径分布の制御も期待できるうえ、ほぼ均一系から生成される分散安定なナノスケールの粒子であるため、さほど「閉塞」の問題は見られないようでありました。本シンポジウムでは、筆者らの研究室でも過飽和溶液中から結晶を析出させる晶析反応をマイクロ化学プロセスで行った成果を発表しました。ただし、均一溶液中から固体を析出する反応ではありますが、それをサイズの揃った単分散液滴内で行うことで、マイクロ流路壁面への固体の接触を防ぐことで実際に閉塞はなく、結晶径や結晶形態の制御が可能でありました。

以上、本シンポジウムではいずれの発表も聴講者が多く集まり、比較的活発な質疑が行われていたと言えます。次年度の秋季大会でも、化学工学学会反応部会マイクロ化学プロセス分科会が中心となってマイクロ化学プロセス技術に関するシンポジウムを開催するものと考えられます。是非とも2012年春開催の第77年会（工学院大学）や2012年秋開催の化学工学第44回秋季大会（東北大学）にて、本コンソーシアムで育成された研究成果も多く拝見することができれば嬉しく思います。

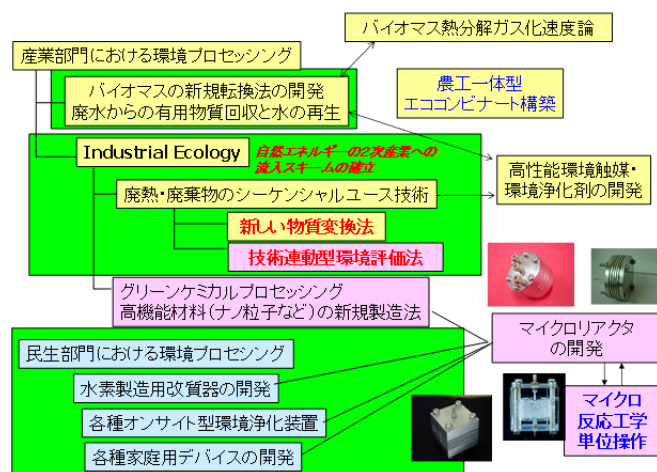
Members

研究室紹介 -前研究室-

京都大学大学院工学研究科化学工学専攻環境プロセス工学講座（前研究室）は「新しい物質変換法に基づく次世代環境調和型プロセスの確立」をミッションに掲げ、教員3名、特定研究員1名、学生18名が研究に取り組んでいる。

地球環境問題、エネルギー問題など、20世紀に発展してきた工業社会は随所に弱点を露呈しており、21世紀には工業技術体系のパラダイムシフトが必要であることは間違いない。すなわち、化石資源と再生可能資源を上手に使いながら、分散型社会をベースとした物質循環と環境負荷軽減のしくみを構築して地球上で共生できる産業体系を確立することこそ、工学者、技術者に与えられた使命である。これには、資源-エネルギー-環境の活動連鎖システムを合理的に組み上げる手段を新

しい生産技術とシステムの両面から積み上げていく必要がある。本研究室では、上記の目的を達成するために、その基盤技術と工学の体系化を目指し、産業・民生それぞれを対象に、マイクロリアクター関連、バイオマス関連、環境触媒関連の研究を重点的に実施している。以下、その概略を紹介する。



(1) マイクロリアクターの開発とマイクロ化学工学の基礎研究

グリーンケミストリーに基づく高機能材料の創製を目指し、数十 μm ~数百 μm のマイクロチャンネルを有する反応器の開発とそれをを用いた新反応操作法に取り組んでいる。

- (a) 各種マイクロミキサー，リアクターの設計
- (b) マイクロ反応器システムの開発と反応設計・操作論
- (c) 流路内の流動状態変化を利用したマイクロ迅速混合ユニットの開発
- (d) 界面制御型マイクロリアクターによる微粒子の製造
- (e) マイクロスラグ流を利用した反応操作

(2) バイオマスの新規転換法の開発

現在の各産業において、廃棄物を単に処理するという既往の環境浄化技術を打破して、廃熱のもつエネルギーを廃棄物に投入して高品位な化学ポテンシャルを有する資源に変換するという発想に基づく新規転換法の開発に取り組んでいる。一方、LCAに代わる新しい環境評価法についても検討し、新転換法をベースに各産業内、各産業間での環境調和プロセススキームを検討している。

- (a) バイオマスの各種前処理法の開発

- (b) バイオマスの酸化分解による有機酸製造
- (c) バイオマス熱分解・ガス化モデルと速度論
- (d) 各種金属とバイオマスの共処理による物質・エネルギー同時回収法の検討
- (e) 高温高压水を用いたバイオマスから有用物質への転換
- (f) 技術連動型環境評価法の開発

(3) 各種環境浄化剤の開発

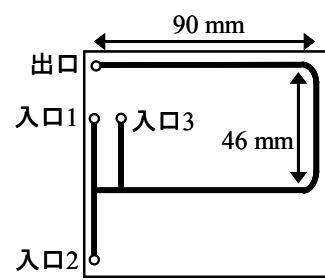
リン，フッ素，硫黄化合物，硝酸性窒素などの有害物質を低温で分解・除去あるいは回収するための各種高性能触媒・浄化剤の開発に関する研究を実施している。

- (a) 多孔質 FeOOH の製造と有害イオン・有害ガス吸着剤への応用
 - (b) 新規低温改質触媒， CO 低温酸化触媒の開発
- このように、種々の観点から研究を推進しているが、ここでは、紙面の都合上、本紙に最も関連しているマイクロリアクター関連の(c)流路内の流動状態変化を利用したマイクロ迅速混合ユニットの開発についてももう少し詳細に紹介する。

一般にマクロサイズのみキサーを用いて混合を行う際には乱流を利用する。ところが、乱流を用いた迅速混合は流動状態の不安定性ゆえ、均一混合が困難である。一方、マイクロ流路内の緻密な層流下で混合を行うと均一混合が可能となる。しかし、層流下での分子拡散のみを用いた急速混合では流路の微小化が必要であり、圧力損失の増大を招く。そこで、本研究では原料の分割供給によってマイクロ流路内で衝突回数を増やす、または気体を投入することによって層流での流動状態に変化を与え、混合高速化を図った。

混合性能はこの夏の実習でも行った酸化還元・中和反応が並列して起こる Dushman 反応を利用する。この反応系は酸と酸化還元剤を含む塩基水溶液の混合により起こり、混合迅速であるほど波長 352 nm の吸光度 ($\text{ABS}[-]$) が低くなる。

なお、原料を分割する場合、原料流体全体で酸と塩基の2液が等流量になるように実験を行った。塩基にはカ



ルポキシメチルセルロースナトリウム塩を 0.5 wt%の割合で溶かし、粘度を 16.5 mPa・s とした。幅 500 μm 、深さ 500 μm のマイクロチップを用いて、原料の分割方法、衝突方向の変化による混合性能の変化を測定した。実験に用いたマイクロチップの概形を前頁に示す。入口 1・入口 2 からの流体の 1 回目の衝突から入口 3 からの流体による 2 回目の衝突までの距離は 5 mm である。液総流量を変化させたときの結果を下図に示す。入口が二つの T 字路での原料分割のない実験も行った。凡例は、たとえば、塩基を

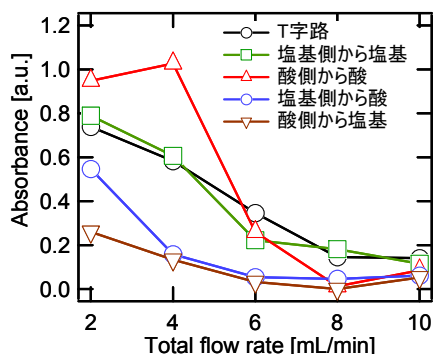


図 8 原料分割による効果

分割して入口 1, 2, 3 からそれぞれ酸、塩基、塩基を入れる場合、入口 3 からの塩基は入口 1 からの酸側から衝突しているので「酸側から塩基」と表記してある。この結果より、2 回目の衝突では異種の液体側に衝突させることで混合性能が高くなるのがわかる。これは、一方の液が他方の液を挟み込むような流動状態になり、拡散距離が小さくなるためであると考えられる。さらに、高粘度である塩基を分割することが混合性能を高めるのに適切であることが示唆される。

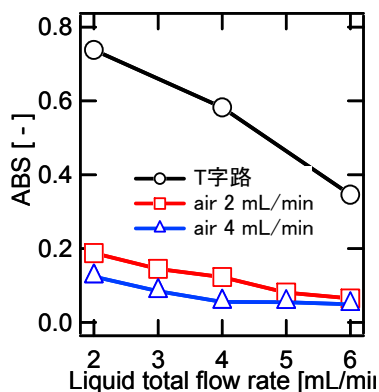


図 9 気体投入による効果

原料は分割せず入口 3 から気体を投入した場合の混合性能の変化を右図に示した。空気を流すことによって液の流れる領域が限定され、拡散距離が狭められるため混合性能が上昇したと考えられる。圧損を高めずに、流路を微小化した場合と同じ効果が得られた。

前述の混合効果によって、拡散距離の縮小効果を評価した。このとき、液を低流量で流し分子拡散のみが起こる条件下で、流路サイズ(この半分が

拡散距離)を変更して Dushman 反応を行ったデータを用いた。このデータにより、それぞれの吸光度を分子拡散のみが起きた場合の拡散距離 d に換算した。対流がない

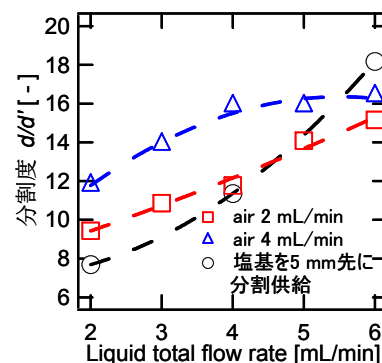


図 10 操作法による分割度

場合の流路サイズのみで決まる拡散距離 $d = 250 \mu\text{m}$ と d' の比を分割度とし、液総流量との関係を右図に示した。原料分割と気体の投入により拡散距離を 10 倍以上狭める効果が得られた。さらに、この図の近似曲線を用いると、必要な混合速度から拡散距離を計算し、操作条件を概算できる。

以上、流路微小化によらず混合性能を向上させるために原料の分割供給、気体の供給による流動状態変化により混合性能の大幅向上に有効であることを示唆した。また、拡散距離に着目して混合高速化の効果の定量的評価に成功している。

このように、プロセス技術を中心に環境に関する研究と教育を実施していることの一部がご理解いただけたら幸いです。現在 当研究室は博士課程学生を広く受け入れる環境を有している。上記の内容に興味をもっていただき、一緒にパラダイムシフトへ向けた研究をという学生および社会人の方は是非一度ご連絡下さい。

(連絡先: kuepe@cheme.kyoto-u.ac.jp)

Features

デバイス紹介 -東レエンジニアリング(株)-

東レエンジニアリング株式会社は、電子材料、医薬品原料など高付加価値ファインケミカル製品の開発から量産まで対応可能なマイクロ化学プロセス用装置であるマイクロタワーシリーズを 2007 年から販売しています。各ケミカルプロセスに対応するポンプ、デバイスやセンサー類も開発し、自在なモジュール構成とナンバリングアップによる量産化にも対応しています。

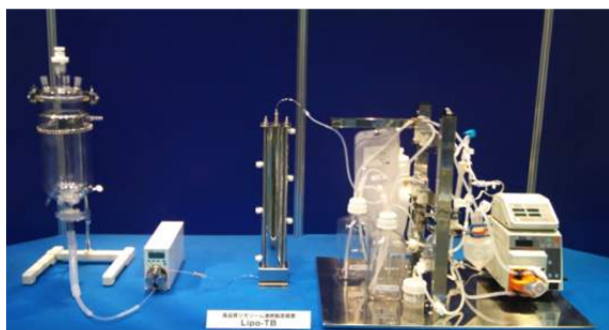
最近ではリポソーム連続製造装置「Lipo-TB」シリーズをベンチャー企業バイオメッドコア社と共同開発し、販売開始しています。本装置はバイオメッドコア社が開発した「LibMec 法」を採用しており、複雑な工程・設備、困難な無菌化対応、雑多なリポソーム品質などの問題点を一挙に解決する革新的なものです。医薬品、化粧品、健康食品などにおける応用が期待されます。

今後さらに量産対応技術の検証を進め、マイクロ化学プラントの普及に拍車をかけたいと考えています。

東レエンジニアリング株式会社
 エンジニアリング事業本部
 プラント事業部プラント営業部
 営業1課（東日本）TEL 03-3241-1973
 営業2課（西日本）TEL 077-533-7351
 URL : <http://www.toray-eng.co.jp/>



マイクロタワーシリーズ



Lipo-TB 装置概略構成

Upcoming events

行事予定案内

2012 年

月	日	行事
1	11	マイクロデバイスメーカーによるデバイス説明会・デモ (㈱神戸製鋼所)
2	20-22	IMRET 12 (Lyon, France)
3	12	マイクロデバイスメーカーによるデバイス説明会・デモ (DKSH ジャパン株式会社)
3	14-17	化学工学会第 77 年会 (東京)

最新の情報、4 月以降の行事予定については、本コンソーシアムのホームページにてご確認ください。

【お願い】

MiPS Insights の記事を転載または引用する際には、掲載する刊行物にその旨を明記し、該当刊行物を京都大学マイクロ化学生産研究コンソーシアム事務局までお送りくださいますようお願いいたします。

また、会員からの寄稿をお待ちしています。本コンソーシアム事務局までお問い合わせください。

【連絡先／編集・発行】

京都大学マイクロ化学生産研究コンソーシアム事務局
 〒615-8510 京都市西京区京都大学桂

京都大学大学院工学研究科 合成・生物化学専攻 吉田研究室気付

電話：075-383-2726 FAX：075-383-2727

E-mail: mcpssc@cheme.kyoto-u.ac.jp

<http://www.cheme.kyoto-u.ac.jp/7koza/mcpssc/index.html>