

2 実験方法

2-1 実験施設の規模・仕様

2-1-1 抽出塔

(抽出塔のフロー説明)

図 2-1 に抽出塔フローシートを、図 2-2 に抽出塔の写真を示す。F 原料である乳酸ナトリウム水溶液は原料タンク VE-1 に貯留され、送液ポンプ PU-1 により抽出塔 TW-1 の上部から抽出塔に供給される。一方、S 溶剤は溶剤タンク VE-2 に貯留され、送液ポンプ PU-2 により抽出塔の下部から抽出塔に供給される。

乳酸ナトリウム水溶液は抽出塔の上から下に下降する一方で、溶剤は抽出塔の下から上に上昇する。このように、両液を向流接触させながら原料中の乳酸を溶剤に抽出する。両液が抽出塔内でよく混合されるように、両液は抽出塔内に設置された $\phi 4$ mm の多孔板によって微滴化される。さらにパルス発生ポンプ PU-3 で液全体を脈動させている。

S 溶剤は F 原料から乳酸を抽出しながら上昇し、E 抽出液となって上部の軽液セトラ LPS-1 に到達する。ここで、E 抽出液は溶剤相と水相に相分離されて、溶剤相である E 抽出液のみ軽液セトラ上部から塔外へ排出されて抽出液受器 VE-4 に貯留される。一方、F 原料は S 溶剤に乳酸を抽出されながら下降し R 抽残液となって下部の重液セトラ HPS-1 に到達する。ここで、R 抽残液は溶剤相と水相に相分離されて、水相である R 抽残液のみ重液セトラ下部から塔外へ排出されて抽残液受器 VE-3 に貯留される。

(抽出塔の機器説明)

表 2-1 に抽出塔の主要機器一覧を示す。F 原料タンク VE-1、S 溶剤タンク VE-2、R 抽残液タンク VE-3、E 抽出液タンク VE-4 の容積は 20 L で材質はガラスである。F 原料タンク VE-1 と S 溶剤タンク VE-2 はヒータが付いており約 40 °C に保温できる。抽出塔 TW-1 の内径は $\phi 50$ mm、高さは 2,000 mm、材質はガラスである。抽出塔内には穴径 $\phi 4$ mm のプレートが段間隔 50 mm で設置されている。原料ポンプ PU-1 および溶剤ポンプ PU-2 はダイヤフラム方式の定量ポンプで流量は 36~360 mL/min である。パルス発生ポンプ PU-3 はダイヤフラム方式で、振動数 1~60 Hz、振幅 1~50 mm のパルスを発生させることができる。軽液相セトラ LPS-1 と重液相セトラ HPS-1 の内径は $\phi 100$ mm、高さは 370 mm、材質はガラスである。

表 2-1 抽出塔の主要機器一覧

機器番号	名称	サイズ	材質	形式
VE-1	F 原料タンク	20 L	ガラス	円筒型、ヒータ付
VE-2	S 溶剤タンク	20 L	ガラス	円筒型、ヒータ付
VE-3	R 抽残液タンク	20 L	ガラス	円筒型
VE-4	E 抽出液タンク	20 L	ガラス	円筒型
TW-1	抽出塔	$\phi 50$ mm \times 2,000 mm	ガラス	
	プレート	穴径 $\phi 4$ mm	SUS304	段間隔 50mm
PU-1	原料ポンプ	36-360 mL/min		ダイヤフラム方式
PU-2	溶剤ポンプ	36-360 mL/min		ダイヤフラム方式
PU-3	パルス発生ポンプ	ストローク 12-120smp		ダイヤフラム方式
LPS-1	軽液相セトラ	$\phi 100$ mm \times 370 mm	ガラス	
HPS-1	重液相セトラ	$\phi 100$ mm \times 370 mm	ガラス	

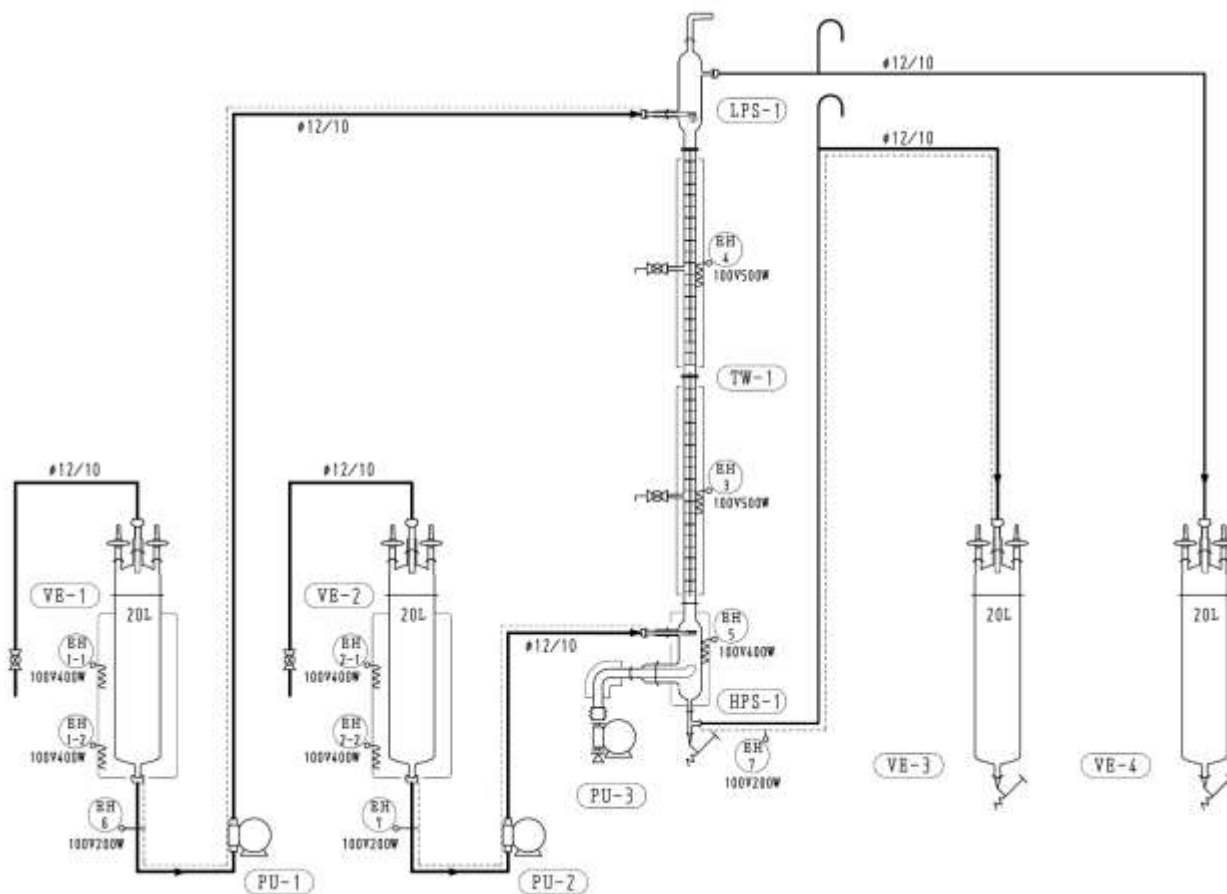


図 2-1 抽出塔のフローシート



図 2-2 抽出塔の写真(正面)



図 2-3 抽出塔の写真(横)

2-1-2 蒸留塔

(蒸留塔のフロー説明)

図 2-4 に蒸留塔のフローシートを、図 2-5 に蒸留塔の写真を示す。原料は乳酸と水および溶剤を所定の濃度に混合したものである。原料はフィードタンク VE-1 に仕込まれ、仕込ポンプ P-1 によって定量的に送液され、フィード予熱器 HE-1 によって所定温度に昇温された後、蒸留カラム TW に供給される。

原料は塔底の蒸留フラスコ VE-2 で加熱され、溶剤を主成分とする蒸気と乳酸を主成分とする液に分離される。溶剤を主成分とする蒸気は TW-1、TW-2 カラム中の規則充填物の間を凝縮と蒸発とを繰り返しながら上昇する。塔頂に達した蒸気はジムロートコンデンサーにより凝縮されて、還流分配器 RD-1 によって、塔内への還流液と塔外への留出液に分配される。このように、塔底で発生した溶剤を主成分とする蒸気は、乳酸を含まない溶剤と水を組成とする留出液に精製される。還流分配器 RD-1 を出た留出液は製品冷却器 HE-3 で冷却された後、受器 VE-5 に回収される。

一方で、原料や凝縮した乳酸を主成分とする液は、TW-1、TW-2 カラム中の規則充填物の間を凝縮と蒸発を繰り返しながら降下する。降下液は規則充填物の間で凝縮と蒸発を繰り返すうちに、溶剤を含まない乳酸と水を組成とする缶出液に精製されて、塔底の蒸留フラスコ VE-2 に達する。蒸留フラスコ VE-2 内の液量はレベルセンサー LS-1 で一定に保たれており、缶出液が定常的に拔出される。缶出液は製品冷却器 HE-2 で冷却された後、フラスコ液拔出容器 VE-3 に回収される。

(蒸留塔の機器説明)

表 2-2 に蒸留塔の主要機器一覧を示す。

フィードタンク VE-1 は目盛付きのガラス製で容量は 2 L である。仕込ポンプ P-1 はプランジャー式の定量ポンプであり、3.6~36 mL/min で原料を蒸留塔に供給することができる。フィード予熱器 HE-1 は溶媒加熱式のコイル式熱交換器であり、原料を所定温度に加熱してから蒸留塔に供給することができる。カラム TW-1,2 はガラス製で、内径 30 mm、高さ 430 mm の円筒形が上下 2 つあり、中間から原料をカラム内に供給することができる。カラム内部に規則充填物スルザーパッキン EX 型を 1 カラム当たり最大 5 個セットすることができる。還流分配器 RD-1 は塔頂液を還流側と留出側に分配するための機器で、弁 SV-1 棒の開閉時間を設定することで任意の還流比を設定することができる。

ウイトマー受器 VE-4 では、3 つのバルブの開閉によって、蒸留塔内の圧バランスを崩すことなく受器 VE-5 に溜まった留出液を回収することができる。受器 VE-5 の容量は 500 mL であり目盛が付いているため量を経時的に記録することで留出液の流出速度を測定することができる。蒸留フラスコ VE-2 は蒸留塔の主要な熱供給部であり、マントルヒータでフラスコ内の液を加熱して蒸気を発生させる。蒸留フラスコ VE-2 内の液量は LS-1 レベルセンサーで一定に保たれており、缶出液が定常的に拔出される。フラスコ液拔出し容器 VE-3 には目盛が付いており、量を経時的に記録することで缶出液の流出速度を測定することができる。VE-3 受器の容量は 500 mL である。VP-1 はテフロンダイヤフラム式の真空ポンプであり、減圧蒸留することも可能である。排気量は 52 L/min で到達真空度は 2 hPa である。CP-1 冷却水循環装置は、留出液および缶出液を冷却するものであり、5~20 °C まで冷却することができる。

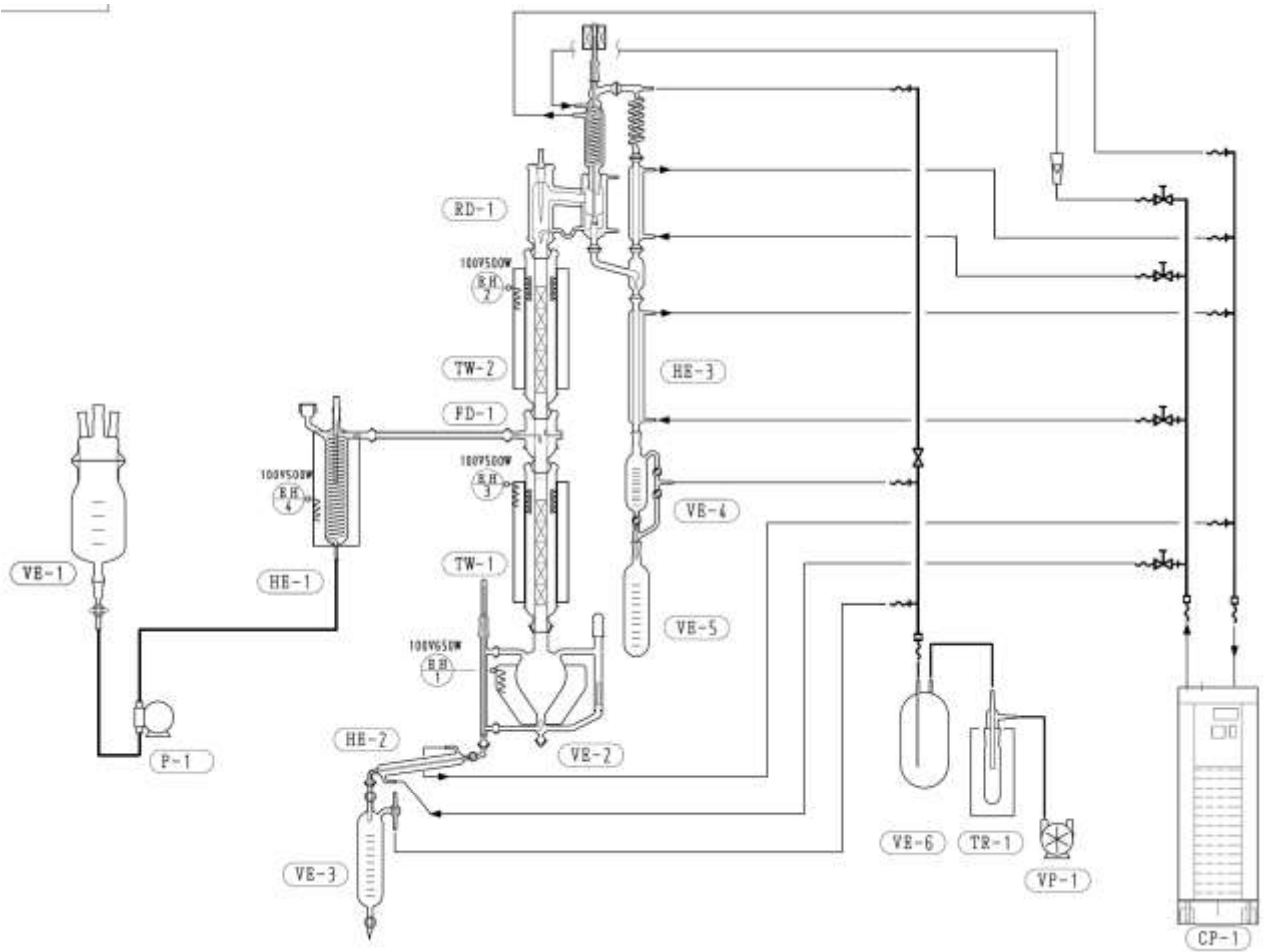


図 2-4 蒸留塔のフローシート

表 2-2 蒸留塔の主要機器一覧

機器番号	名称	仕様	材質
VE-1	フィードタンク	円筒形、2 L	ガラス
P-1	仕込ポンプ	プランジャー式、3.6~36 mL/min	
HE-1	フィード予熱器	コイル式熱交換器、熱媒加熱	ガラス
VE-2	蒸留フラスコ	1 L、マントルヒータ加熱	ガラス
HE-2	製品冷却器	リービヒ式、水冷式	ガラス
VE-3	フラスコ液抜き出し容器	円筒形、500mL	ガラス
TW-1, 2	カラム	φ 30 mm×H430 mm×2 式	ガラス
	充填物	スルザーパッキン、EX 型	SUS316L
RD-1	還流分配器	還流比の自動調節	ガラス
VE-5	受器	円筒形、500 mL	ガラス
VP-1	真空ポンプ	テフロンダイヤフラム式、 排気量 52 L/min、真空到達 2 hPa	
CP-1	冷却水循環装置	空冷式、5~20 °C	



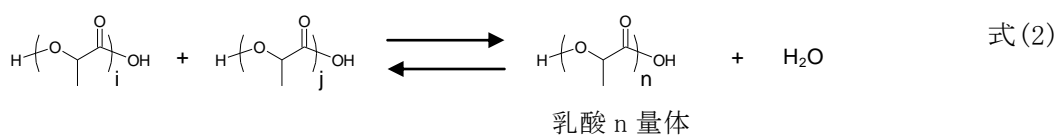
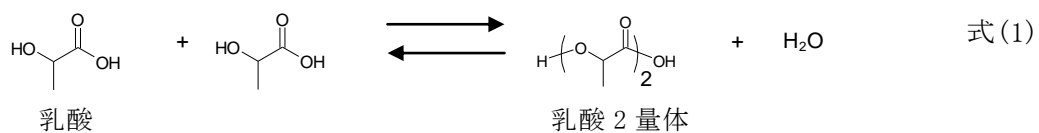
図 2-5 蒸留塔の写真

2-1-3 ラクチド製造装置

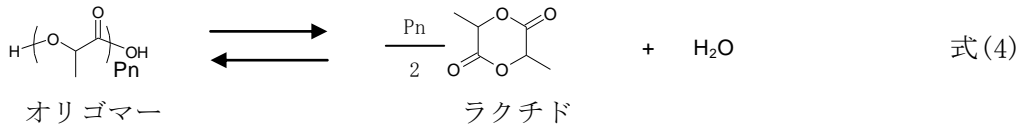
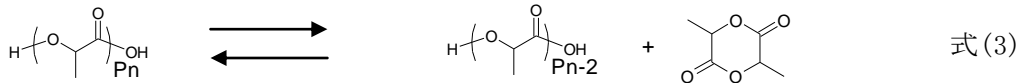
(ラクチド合成の原理)

乳酸からラクチドを製造するには、まず、乳酸重縮合物であるオリゴマーを合成する。次いで、分子内エステル交換反応により、乳酸の環状 2 量体であるラクチドを合成する。

乳酸の重縮合による乳酸オリゴマーの生成反応は下記のように示され、重縮合を繰り返して重合度が増していく。



オリゴマーからラクチドが生成する反応の化学式は以下のように表すことができる。1 分子の重合度 Pn のオリゴマーから、Pn/2 分子のラクチドと 1 分子の水が生成される。



(ラクチド製造装置のフロー説明)

図 2-6 にラクチド製造装置のフローシートを示す。

原料は 90 %乳酸水溶液で、触媒は三酸化アンチモンである。原料と触媒は、乳酸貯留槽で良く混合され 80 °C に加熱・保持され、定量ポンプで脱水縮合槽へ送液される。

乳酸は脱水縮合槽で脱水縮合されて、重合度 5~10 の乳酸重縮合物(オリゴマー)に転換される。乳酸の脱水縮合の条件は、温度 130 °C、真空度 75 mmHg、滞留時間 7.5 時間である。脱水縮合槽は連続槽型反応器であり、乳酸は連続的に供給され、7.5 時間滞留する内に重縮合されてオリゴマーとなって連続的に排出される。

オリゴマーはラクチド合成槽でラクチドに転換されて槽から蒸気として留出される。一方、未反応のオリゴマーは液体状で槽から排出される。ラクチドの生成の条件は、温度 200 °C、真空度 15 mmHg、滞留時間 2.5 時間である。ラクチド合成槽は連続槽型反応器であり、オリゴマーは連続的に槽に供給され、槽内でラクチドに転換されて連続的に槽から排出される。

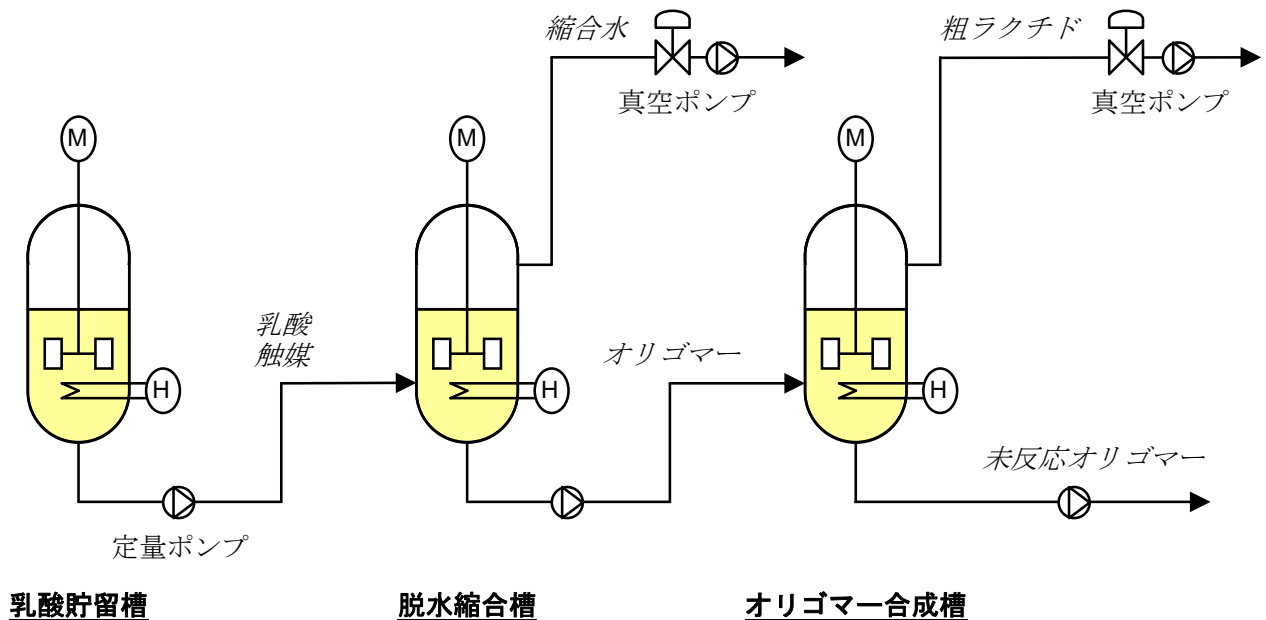


図 2-6 ラクチド製造装置のフローシート

(ラクチド製造装置の機器説明)

表 2-3 にラクチド製造装置の主要機器一覧を示す。図 2-7 にラクチド製造装置の写真を示す。

乳酸貯留槽の容積は 200 L で材質は SUS316L である。槽内で乳酸と触媒を良く攪拌できるように攪拌機が備えている。また、ヒータにより液温を 80°C に保つことができる。定量ポンプはプランジャー式の定量ポンプで、流量は 20~200 mL/min である。脱水縮合槽は連続槽型反応器であり、容量は 45 L で、材質は SUS316L である。槽内で乳酸を攪拌しながら減圧加熱することができる。縮合水は気体状で槽外へ抜き出し、オリゴマーは液体状で槽外へ抜き出すことができる。ラクチド合成槽は連続槽型反応器であり、容量は 15 L で、材質は SUS316L である。槽内では、オリゴマーを攪拌しながら減圧加熱することができる。ラクチドは気体状で槽外へ抜き出し、オリゴマーは液体状で槽外へ抜き出すことができる。真空ポンプは回転式ポンプであり、排気量は 1,220 L/min で、真空到達は 2 mmHg である。各槽の圧力は圧力調節弁で調節する。

表 2-3 ラクチド製造装置の主要機器一覧

名称	仕様	材質
乳酸貯留槽	200 L	SUS316L
脱水縮合槽	連続槽型反応器、45 L	SUS316L
ラクチド合成槽	連続槽型反応器、15 L	SUS316L
定量ポンプ	プランジャー式、20~200 mL/min	
真空ポンプ	回転式ポンプ、排気量 1,220 L/min、真空到達 2 mmHg	



図 2-7 ラクチド製造装置の写真

2-2 処理対象廃棄物の種類

2-2-1 本事業で使用する乳酸について

本事業で対象とする廃棄物は、バイオディーゼル燃料や石鹼、脂肪酸（界面活性剤類）や高級アルコール（化粧品類）などを製造する際に副生産されるグリセリンである。H19年度の補助金事業（次世代廃棄物処理技術基盤整備事業）⁽³⁾において、バイオディーゼル燃料の副生グリセリンを原料として乳酸が製造できることを確認している。したがって、本来なら本事業で使用する乳酸もこのような副生グリセリン由来の乳酸であるべきだが、本事業の目的は装置自体の性能確認であるため試薬の乳酸を使用した。試薬の乳酸および乳酸ナトリウム水溶液を原料として乳酸精製装置ラクチド製造装置の性能を確認した後で、グリセリン由来の乳酸を使用して各装置の性能確認および問題点の抽出を行う予定である。

2-2-2 実験試薬

表 2-4 に蒸留およびラクチド製造実験に用いた乳酸の性状を示す。試薬の乳酸は既に重縮合しており、その重合度は 1.22、つまり約 80 %の乳酸が直鎖二量体になっていると見なすことができる。水の含有率は 13.4wt%であった。乳酸水溶液は、武蔵野化学研究所より購入した。

表 2-5 に抽出実験で使用した乳酸ナトリウム水溶液の性状をしめす。乳酸ナトリウムの含有量は 50.5 wt%であった。pH は 7.1 であった。乳酸ナトリウム水溶液は武蔵野化学研究所から購入した。

表 2-6 にラクチド製造用触媒として使用した三酸化アンチモンの性状を示す。三酸化アンチモンは 0.38 μm 微粒子状であるため、飛散防止として 3 wt%のエチレングリコールが添加されている。三酸化アンチモンは日本精鉱株式会社より購入した。

表 2-4 乳酸の性状

組成	乳酸重縮合物	86.6 wt%
	水	13.4 wt%
重縮合物性状	重合度	1.22 Np
	平均分子量	105.8 Mn
比重		1.23 g/mL
製造元		武蔵野化学研究所

表 2-5 乳酸ナトリウム水溶液の性状

含有量		50.5 wt%
比重		1.27 g/mL
pH		7.1 -
製造元		武蔵野化学研究所

表 2-6 三酸化アンチモンの性状

組成	Sb ₂ O ₃	97 wt%
	エチレングリコール	3 wt%
粒径		0.38 μm
製造元		日本精鉱株式会社
品名		STOX-CFA

2-3 実験条件

2-3-1 抽出塔の運転条件

表 2-8 に抽出塔の運転条件を示す。抽出塔の大きさは、50 トン/年の乳酸が処理できる大きさを想定して設計した。抽出塔の内径は 50 mm、高さ 2,000 mm である。パルセータによるパルスは振幅 20 mm、周波数 1.0 Hz とした。

原料の組成はグリセリンから製造される乳酸ナトリウム水溶液の組成を想定して設定した。また、原料の供給速度は 50 トン/年の乳酸が処理できる量を想定して設定した。F 原料の供給速度は 0.24 L/min である。F 原料の組成は、乳酸 19.4 wt%、水 65.2 wt%、硫酸ナトリウム 15.4 wt% である。S 溶剤の供給速度は 0.36 L/min である。S 溶剤の組成は水 9.9 wt%、溶剤 90.1 wt% である。このとき溶剤と原料の供給比 S/F は約 1.3 wt/wt である。

表 2-8 抽出塔の運転条件

抽出塔	抽出塔	内径	50 mm
		高さ	2,000 mm
	パルス	振幅	20 mm
		周波数	1.0 Hz
F 原料	供給量	流量	0.24 L/min
		比重	1.12 kg/L
	組成	乳酸	19.4 wt%
		水	65.2 wt%
硫酸ナトリウム		15.4 wt%	
S 溶剤	供給量	流量	0.36 L/min
		比重	0.93 kg/L
	組成	水	9.9 wt%
		溶剤	90.1 wt%
	供給比	S/F	1.3 wt/wt

2-3-2 蒸留塔の運転条件

表 2-9 に蒸留塔の運転条件を示す。蒸留塔の大きさは、5 トン/年の乳酸が処理できる大きさを想定して設計した。抽出塔や蒸留塔よりも少し小さいが、蒸留塔に関してはスケールアップが容易なため実証試験に必要な最小限の大きさとした。蒸留塔の充填カラムの内径は 30 mm、高さ 430×2 mm である。充填カラムの内部には規則充填物 sulzer EX が充填されている。規則充填物は、蒸留塔の原料の供給口より上部に 55 mm、下部に 275 mm 充填されている。

原料の組成は前流の抽出塔から供給される乳酸の溶媒溶液の組成を想定して設定した。また、原料の供給速度は 5 トン/年の乳酸が処理できる量を想定して設定した。原料の供給速度は 22.2 L/min である。原料の組成は、乳酸重縮合物 25.3 wt%、溶剤 55.0 wt%、水 19.7 wt% である。

運転条件は化学プロセスシミュレーター ASPEN PLUS による計算結果に基づいて設定した。相当段数は 14.5 段で、還流比は 0、運転圧力は 760 mmHg で F ファクタは $0.35\sqrt{\text{Pa}}$ とした。温度制御に関しては、制御項目であるフラスコ内温度および塔頂温度が目標値になるように、原料供給温度およびフラスコヒーター温度を調節して設定した。

表 2-9 蒸留塔の運転条件

蒸留塔	充填カラム	内径	30 mm
		高さ	430×2 mm
	規則充填物	種類	sulzer EX
		上充填物	55 mm
	下充填物	275 mm	
原料	流量	質量流量	20.9 g/min
		体積流量	22.2 mL/min
		密度	0.94 g/mL
		数平均重合度	1.21 Np
		平均分子量	105.1 Mn
	組成	乳酸重縮合物	25.3 wt%
		水	19.7 wt%
	溶剤	55.0 wt%	
運転条件	相当段数	14.5 段	
	還流比	0 —	
	運転圧力	760 mmHg	
	蒸気速度	0.31 m/sec	
	Fファクタ	0.35 $\sqrt{\text{Pa}}$	
温度制御	制御	フラスコ内温	157 °C
		塔頂温度	85 °C
	設定	原料供給温度	67 °C
		フラスコヒーター温度	365 °C

2-3-3 ラクチド製造装置の運転条件

表 2-10 にラクチド製造装置の運転条件を示す。ラクチド製造装置の大きさは、50 トン/年の乳酸が処理できる大きさを想定して設計した。脱水縮合槽の容量は 45 L で、ラクチド合成槽の容量は 15 L である。

原料の組成は前流の蒸留塔から供給される乳酸の組成を想定して設定した。また、原料の供給速度は 50 トン/年の乳酸が処理できる量を想定して設定した。原料の供給速度は 6.9 kg/h である。原料の組成は乳酸重縮合物 86.6 wt%、水 13.4 wt% である。また、触媒として三酸化アンチモンを原料に対して 0.3 wt% 添加した。

運転条件はこれまでの基礎実験の結果に基づいて設定した。脱水縮合槽の槽内温度は 140 °C、真空度は 75 mmHg、滞留時間は 7.5 h とした。ラクチド合成槽の槽内温度は 190 °C、真空度は 15 mmHg、滞留時間は 2.5 h とした。

表 2-10 ラクチド製造装置の運転条件

反応器	容量	脱水縮合槽	45 L
		ラクチド合成槽	15 L
原料	供給量		6.9 kg/h
	組成	水	13.4 wt%
		乳酸重縮合物	86.6 wt%
		重合度 (NMR)	1.2 Pn
触媒	供給量		0.02 kg/h
	組成	Sn ₂ O ₃	97.0 wt%
		エチレングリコール	3.0 wt%
反応条件	脱水縮合槽	槽内温度	140 °C
		真空度	75 mmHg
		滞留時間	7.5 h
	ラクチド合成槽	槽内温度	190 °C
		真空度	15 mmHg
		滞留時間	2.5 h

2-4 分析項目

2-4-1 分析項目と評価項目

表 2-11 に各工程の分析項目と評価項目を、表 2-12 に分析方法の一覧を示す。抽出塔の評価項目は乳酸ナトリウム水溶液からの Na 除去率と乳酸回収率である。また、抽出塔の実用化には、溶剤、水、ナトリウムの成分量の物質収支を把握する必要がある。そこで、抽出塔の評価項目に各組成の物質収支も加えた。蒸留塔の評価項目は乳酸の溶剤溶液からの溶剤除去率と乳酸回収率および各成分量の物質収支である。蒸留塔の分析項目は乳酸量、および、溶剤、水の量である。

脱水縮合槽の評価項目は、オリゴマーの重合度とオリゴマーの回収率である。ラクチド合成槽の評価項目は、ラクチドの回収率、ラクチド純度およびラクチドの光学活性体の組成である。

表 2-11 分析項目と評価項目の一覧

工程	装置	分析項目	評価項目	備考
乳酸精製工程	抽出塔	ナトリウム濃度	ナトリウム除去率	
		乳酸量	乳酸回収率	
		その他の成分量	各成分の物質収支	溶剤、水、ナトリウム
	蒸留塔	MRK 濃度	溶剤除去率	
		乳酸量	乳酸回収率	
		その他の成分量	各成分の物質収支	溶剤、水
ラクチド製造工程	槽 縮合 脱水	オリゴマー重合度	5~10 を目標	
		縮合水中の乳酸濃度	オリゴマー回収率	
	槽 ラクチド合成	ラクチド性状	ラクチドの純度	
			光学異性体の組成	DL 体、DD 体、LL 体
		ラクチド量	ラクチド回収率	
	その他の成分量	各成分の物質収支	水、乳酸、ラクチド	

表 2-12 分析方法の一覧

	項目	分析方法	備考
抽出	乳酸	滴定法	総酸量として算出
	水	カルフィッシャー法	JIS K 0068
	ナトリウム	フレイム原子吸光法	JIS K 0102 48.2
	硫酸ナトリウム	計算	Na と 2 倍モル
蒸留	乳酸	滴定法	JIS K 0070
	溶剤	計算	総量から引算
ラクチド合成	縮合水中の乳酸	滴定法	JIS K 0070
	重合度	脱水量から計算	
	粗ラクチド組成	NMR 法	メチル基の 1H スペクトルの位置と面積より算出
	ラクチド光学異性体	NMR 法	メチル基の 1H スペクトルの位置と面積より算出

(NMR による分析)

実験で製造した乳酸重縮合物およびラクチドの性状分析には、日本電子データム製の核磁気共鳴分析装置 (NMR) JNM-Lambda300 を使用した。表 2-13 に核磁気共鳴分析装置の仕様を示す。

乳酸重縮合物のメチン基の ^1H -NMR スペクトルは、内部に位置するものと末端に位置するもので位置が異なる。内部に位置する乳酸のメチン基のスペクトルは 5.3 ppm に現われ、末端に位置する乳酸のメチン基のスペクトルは 4.4 ppm に現われる。これらのピーク面積の比率からオリゴマーの重合度を算出することができる。

製造したラクチドには、DD-ラクチドと LL-ラクチド、DL-ラクチドの他に不純物として、乳酸、直鎖乳酸二量体、乳酸三量体、水などが含まれる。各物質の ^1H -NMR スペクトルはそれぞれ異なった位置に現れるのでそれらを解析することによって、各物質の大まかな存在比を知ることができる。但し、DD-ラクチドと LL-ラクチドは区別されず、 ^1H -NMR スペクトルはおなじ位置に現れる。

表 2-13 核磁気共鳴分析装置の仕様

機器名	核磁気共鳴分析装置 (NMR)	
機種名	JNM-Lambda300	
メーカー	日本電子データム (株)	
分光器	測定核種	^1H 、核
	観測周波数	^1H : 300 MHz、 ^{13}C : 75 MHz
	感度	^1H > 110、 ^{13}C > 80
	分解能	^1H < 0.2 Hz
超伝導マグネット	磁場強度	7.04 T
	ボア径	54 mm

2-4-2 乳酸収率の評価方法

(乳酸の評価方法)

乳酸は分子間で脱水縮合し易い物質であり、蒸留工程やラクチド合成工程で乳酸重縮合物を形成する。そのため、重量基準の物質収支を考えた場合、反応後に乳酸重縮合物量は減少し逆に水量は増加することになる。このように反応前後で物質の質量が変化するので、重量基準で蒸留塔やラクチド製造装置の性能を評価することは困難である。そこで、各工程の性能を評価するに当たっては「総酸」のモル基準で評価する。

(総酸について)

総酸とは、試料中の乳酸重縮合物およびラクチドを水酸化ナトリウムでエステル結合を分解し乳酸に変えたものの合計を表す。試料中に含まれるすべての乳酸の mol 数を正確に表すことができる。しかし、試料中の乳酸重縮合物は乳酸に換算される為、エステル結合の数分の水の重さだけ多く重さが表されるので、実際の乳酸及び乳酸重縮合物の重さにはならない。例えば、試料が乳酸水溶液の場合、 $100 - \text{総酸}(\text{wt}\%) = \text{試料中の水}(\text{wt}\%)$ とならない。

乳酸重縮合物とは、試料中の乳酸を含めた乳酸重縮合物の合計を表す。試料中の乳酸及び乳酸重縮合物そのものの重さを表す。総酸から乳酸重縮合物のエステル結合の数分の水の重さを引いて補正している。例えば、試料が乳酸水溶液の場合、 $100 - \text{乳酸及び乳酸重縮合物}(\text{wt}\%) = \text{試料中の水}(\text{wt}\%)$ となる。

(分析手順)

以下に分析手順を示す

- ① 試料を 5 mL ホールピペットに精密にはかりとり、コニカルビーカーに入れて秤量する。
- ② コニカルビーカーに精製水を約 150 mL 入れる。
- ③ フェノールフタレインエタノール溶液を 2~3 滴入れる。
- ④ 1N 水酸化ナトリウム溶液を用いて中和滴定をする。滴定量を a mL とする。
- ⑤ 滴定終了後、更に 1N 水酸化ナトリウム溶液をコニカルビーカー内に加える。添加量を b mL とする。
- ⑥ コニカルビーカーに時計皿でふたをして、約 5 分エステル結合が分解するまで加熱・沸騰させる。
- ⑦ 放冷後、1N 硫酸溶液を用いて紅色が消えるまで逆滴定する。滴定量を c mL とする。

$$\text{総酸} [\text{mol/L}] = \frac{(a+b) \times f_{\text{NaOH}} - c \times f_{\text{H}_2\text{SO}_4}}{\text{試料の体積 mL} \times 1000}$$

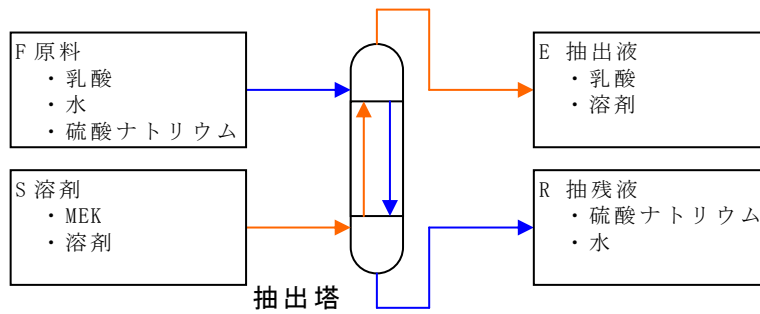
$$\text{乳酸重合物} [\text{mol/L}] = \frac{a \times f_{\text{NaOH}}}{\text{試料の体積 mL} \times 1000}$$

$$\text{重合度 } P_n = \frac{\text{総酸}(\text{mol/L})}{\text{乳酸重縮合物}(\text{mol/L})}$$

$$\text{数平均分子量} = Mn = 72 \times P_n + 18$$

(抽出塔の収率評価)

抽出塔の評価項目は、乳酸回収率と硫酸ナトリウム除去率である。それぞれモル基準で下記のように定義する。

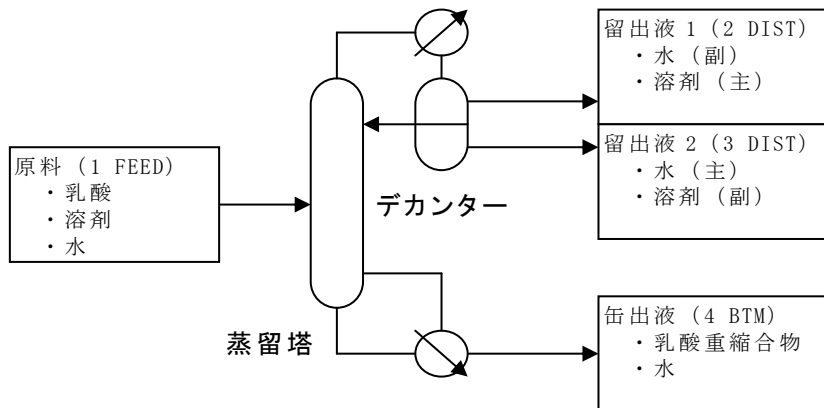


$$\text{乳酸回収率} [\text{mol}\%] = \frac{\text{抽出相中の総酸量}(\text{mol/mL})}{\text{抽出相中の総酸量}(\text{mol/L}) + \text{抽残相中の総酸量}(\text{mol/L})}$$

$$\text{硫酸ナトリウム除去率} [\text{mol}\%] = \frac{\text{抽出相中の硫酸Na量}(\text{mol/L})}{\text{抽出相中の硫酸Na量}(\text{mol/L}) + \text{抽残相中の硫酸Na量}(\text{mol/L})}$$

(蒸留塔の収率評価)

蒸留塔の評価項目は、乳酸回収率と溶剤除去率である。それぞれモル基準で下記のように定義する。



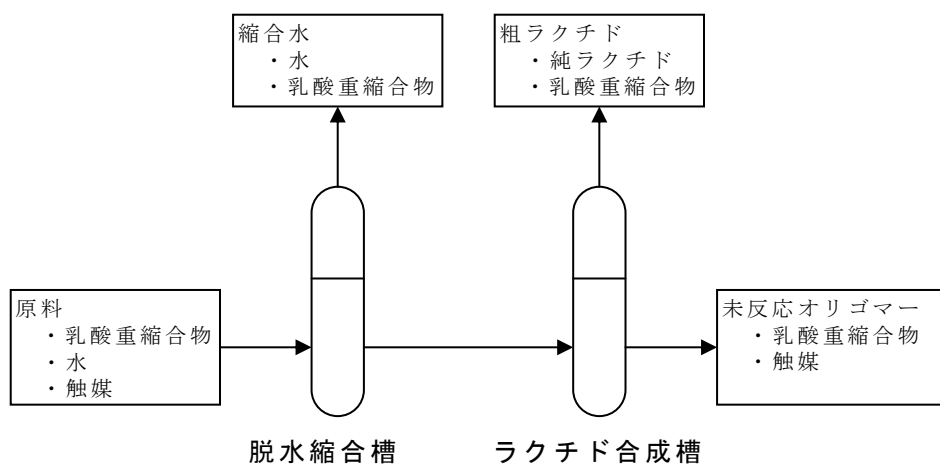
$$\text{乳酸回収率} [\text{mol}\%] = \frac{\text{缶出液中の総酸量}(\text{mol/L})}{\text{留出液中の総酸量}(\text{mol/L}) + \text{缶出中の総酸量}(\text{mol/L})}$$

$$\text{溶剤除去率} [\text{mol}\%] = \frac{\text{缶出液中の溶剂量}(\text{mol/L})}{\text{留出液中の溶剂量}(\text{mol/L}) + \text{缶出中の溶剂量}(\text{mol/L})}$$

$$\text{水除去率} [\text{mol}\%] = \frac{\text{缶出液中の水量}(\text{mol/L})}{\text{留出液中の水量}(\text{mol/L}) + \text{缶出中の水量}(\text{mol/L})}$$

(ラクチド製造装置の収率評価)

ラクチド製造装置の評価項目は、ラクチド収率とラクチド純度およびラクチド組成である。それぞれモル基準で下記のように定義する。



$$\text{ラクチド収率 [mol\%]} = \frac{\text{純ラクチド中の総酸量(mol/L)}}{\text{縮合水} + \text{未反応オリゴマー} + \text{粗ラクチド中の総酸量(mol/L)}}$$

$$\text{ラクチド純度 [mol\%]} = \frac{\text{純ラクチドの総酸量(mol/L)}}{\text{粗ラクチド中の総酸量(mol/L)}}$$

粗ラクチド = ラクチド合成槽から留出した乳酸重縮合物を含むラクチド。

純ラクチド = 純粋なラクチドで、DD-ラクチド、LL-ラクチド、DL-ラクチドの混合物。

ラクチド組成 = DD-ラクチドと LL-ラクチドと DL-ラクチドの存在比