

# 高速度・高効率のバッチ重合プラント

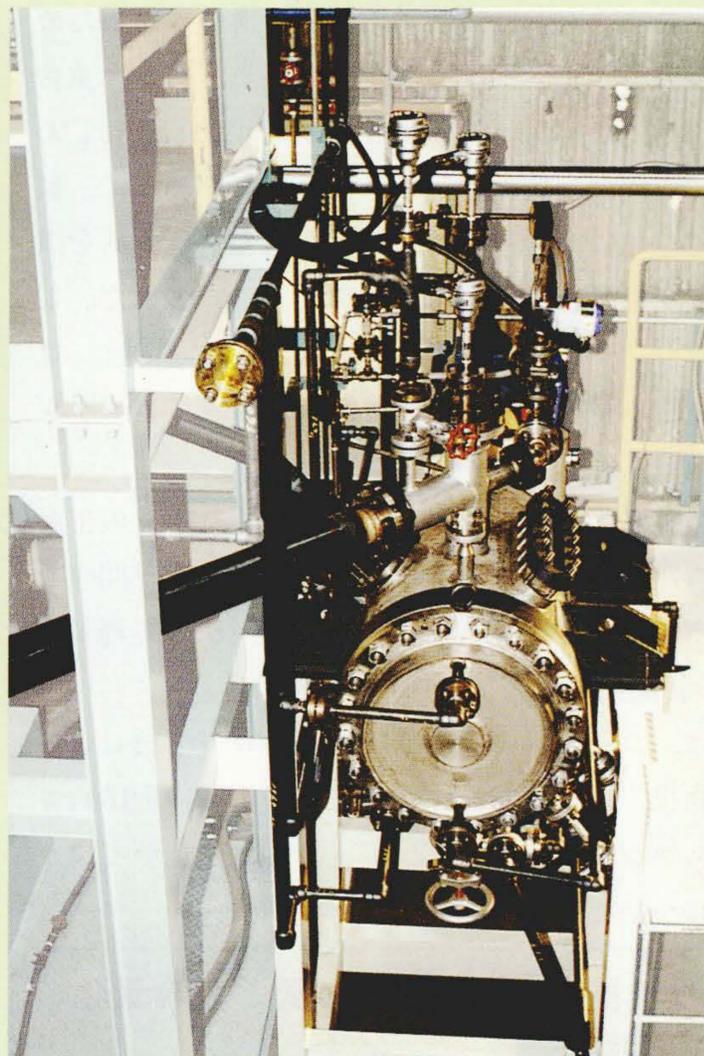
—多品種・大量のプラスチック生産を実現—

High-Speed, High-Efficiency Batch Processing Polymerization Plant

本廣誠二 Seiji Motohiro 原田和紀 Kazunori Harada  
原田 進 Susumu Harada 金沢靖夫 Yasuo Kanazawa



(a) 実液実験設備



(b) 新型重合機

## 高速度・高効率のバッチ重合プラントの実液実験設備

実液実験設備(高粘度ポリマー製造用バッチ式プラント)の全景(a)と新型重合機(1バッチ当たりの処理量は60 kg)の外観(b)を示す。重合機を横形構造とすることで、同容量の従来型の立形重合機と比較して、重合反応時間を大幅に短縮した。

PET(Polyethylene Terephthalate)などのプラスチックの製造プロセスには、一般的に少品種の生産には連続式が、多品種の生産にはバッチ式プロセスがそれぞれ用いられている。

近年、機械部品の樹脂化や新規用途の開発により、プラスチックの需要は堅調な伸びを示している。このような需要の伸びの中で、最近の新しい需要動向として、特殊グレード製品の需要が伸びてきていることがあげられる。この一例として、フィルムやボトル製品用の高付加価値PET製品があげられる。年率10%以上の需要の伸びを示しており、そのため大量生産への要求が高まっている。その一方、製品価格下落の状況の中で、生産コスト

の低下も要求されている。また、これらの製品は品種が多く、多品種に、かつ大量生産が行えるプラントが要求されている。

このような顧客のニーズにこたえて日立製作所は、1系列で日産最大100 tの生産能力を持つ高速度・高効率のバッチ重合プラントを開発した。このバッチ重合プラントでは、同容量の従来型の重合機と比べて反応時間を短縮することが可能な新型重合機を採用している。プラント1系列の生産量を増加させたことにより、従来のバッチプラントを複数建設するよりも設備コストを大幅に削減することができる。

## 1. はじめに

近年のプラスチック需要の堅調な伸びの中で、フィルムやボトル用などの高付加価値PET (Polyethylene Terephthalate) 製品の需要は著しい伸びを示しており、そのため多品種・大量生産への要求が高まってきている。

バッチ重合プラントは、製品の品種切替が容易なために多品種の製品の生産に適している。従来、バッチ重合プラント 1 系列当たりの処理能力は日産20 t程度であり、少量生産向けのプラントであった。したがって、製品の大量生産化にあたっては、複数系列のプラントを設置する必要があり、設備コストは割高となっていた。このバッチ重合プラントの生産能力を決定づけるのは、重合機の張り込み量と 1 バッチ当たりの運転タイムスケジュールである。

このたび日立製作所は、1 系列で日産最大100 tの生産能力を持つ高速度・高効率バッチ重合プラントを開発した。このバッチ重合プラントでは、1 バッチの処理量が最大25 tの新開発の重合機を採用している。

ここでは、コールドモデルや実液パイロット機によるテストの結果、およびこれらのテストを基に日産100 tでのタイムスケジュールのシミュレーションを用いて実証した結果について述べる。

## 2. バッチ重合プラントの概要と大容量化の技術課題

### 2.1 バッチ重合プラントの概要

バッチ重合プラントでのPET製造工程を図1に示す。原料であるEG(エチレングリコール)とPTA(テレフタル酸)は、エステル化工程での反応によってオリゴマー

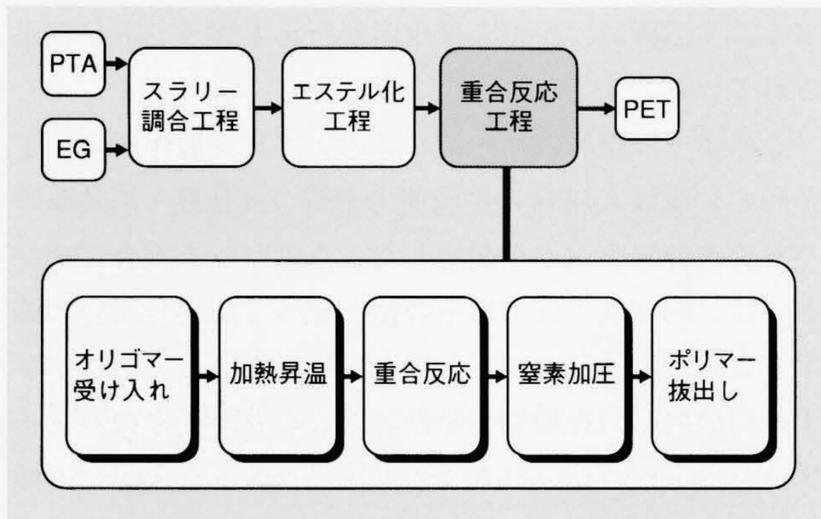


図1 PETの製造工程  
PETを塊状重合法で製造する場合の工程を示す。

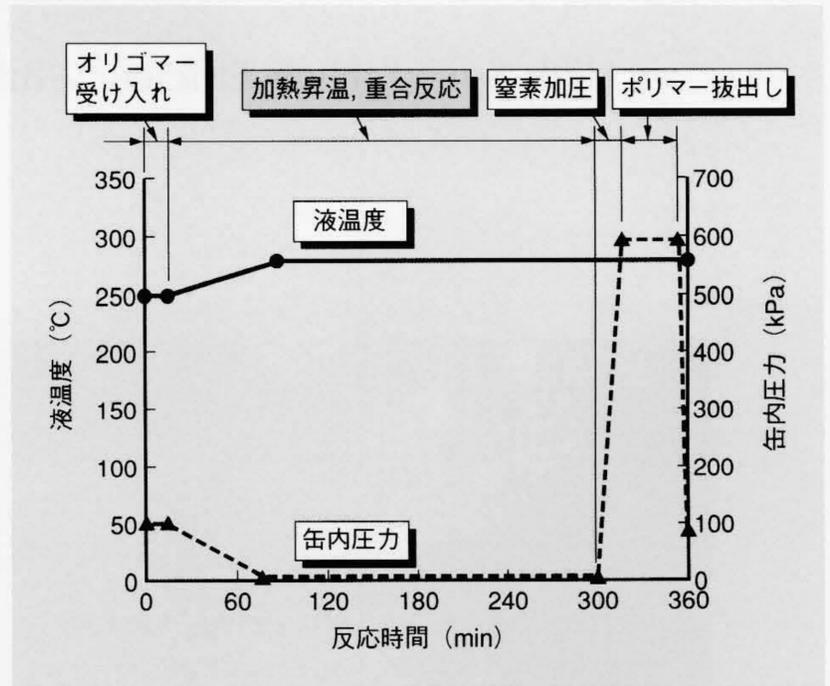


図2 1バッチサイクルが6時間で行われる重合機の運転スケジュール  
内溶液の加熱昇温と重合反応工程が時間的に大きな割合を占めている。

(2~3量体)となる。生成したオリゴマーを重合工程へ移し、加熱昇温しながら減圧条件下で重縮合反応を行い、反応副生物であるEGを系外へ排出しながら反応が進行し、ポリマーとなる。反応終了後、ポリマーは重合機から抜き出され、冷却、固化、切断されてチップ形状の製品となる。

### 2.2 大容量化の技術課題

1バッチサイクルが6時間で行われる重合機の運転スケジュールを図2に示す。このスケジュールのうち、時間的に大きな割合を占めるのは、内溶液の加熱昇温と重合反応工程である。したがって、重合機の伝熱能力と、反応副生物であるEGの排気能力が、時間に大きく影響を及ぼす。ダブルヘリカルリボン翼を持つ従来の立形

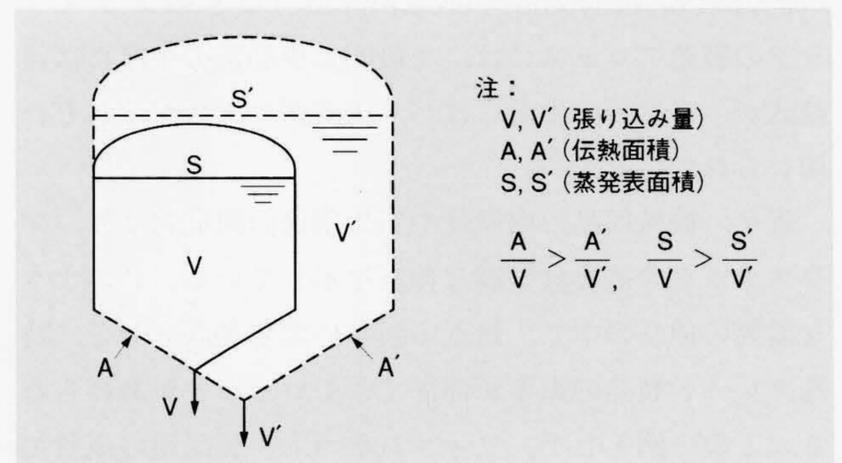


図3 従来の立形重合機をスケールアップした場合の伝熱面積と蒸発表面積の比較  
スケールアップするに従って、張り込み量当たりの伝熱面積と蒸発表面積は減少する。

重合機の場合、伝熱面はジャケット面だけである(図3参照)。また、EGが排気されるための蒸発表面領域は、静止液面とほぼ同じ程度である。製品を重合機の外へ排出するための抜き出しノズルは、容器下部に一つ設けられる。従来の立形重合機をスケールアップした場合には、次の技術的課題が生じる。

- (1) 張り込み量当たりの伝熱面積が減少するため、加熱昇温時間が長くなる。
- (2) 張り込み量当たりの蒸発表面積が減少するため、重合反応時間が長くなり、品質の低下を招く。
- (3) 張り込み量の増加に伴い、製品抜き出し時間が長くなる。

このたび、上記の技術的課題を解決する重合機を開発したので以下に述べる。

### 3. 高速度・高効率のバッチ式重合機

今回開発した高速度・高効率のバッチ式重合機(以下、新型重合機と略す。)の概略構造とかくはん動作の概略を図4に示す。新型重合機は、横形一軸のかくはん機である。円筒状の容器内に配されるかくはん翼は、中央で互いに逆巻となる中空コイル部材と、コイル外周に設けられた板状部材で構成している。また、中空コイル部材の内部は回転継手を介して加熱熱媒を流すことが可能な構造となっており、伝熱面積が増えている。装置下部には処理液の抜き出しノズルが複数個取り付けられており、短時間に処理液を排出することができる。なお、新型重合機の適用粘度範囲は、500 Pa・s以下である。

新型重合機のかくはん動作の概略について以下に述べる。

- (1) 重合機全容量に対して、約40%の処理液が張り込まれる。

表1 立形重合機と新型重合機の各種性能比較

立形重合機の各性能を1としたときの新型重合機の性能を示す。伝熱性能と排気性能が大幅に向上している。

項目	立形重合機	新型重合機
混合性能(300 Pa・s)	1	1
伝熱性能	1	4.7
排気性能	1	3

- (2) かくはん翼の回転に伴い、中央で互いに逆方向に巻かれた板状部材の送り作用により、処理液は槽中央方向に集められながらかくはん混合される。
- (3) ジャケット面に加えてかくはん翼内部にも加熱熱媒を流し、処理液を加熱することができる。
- (4) かくはん翼の回転に伴い、中空コイル部材に付着して持ち上げられた処理液が垂れ落ちる際に、薄膜の蒸発表面が形成され、蒸発表面積が増大される。
- (5) 反応終了後、処理液は装置下部に取り付けられた複数個の抜き出しノズルから排出される。

コールドモデルのテスト結果から、混合、伝熱および排気性能を、従来の立形重合機と比較した結果を表1に示す。

### 4. 実液実験設備と実験結果

#### 4.1 実液実験設備

新型重合機の反応特性を把握するため、実液実験装置を製作してPETの重合反応テストを行った。設備内容とテスト結果について以下に述べる。

実液実験設備のフローを図5に示す。この設備では、エステル化反応機と重合機とをシリーズに設けている。エステル化反応機に原料であるPTAとEGを仕込み、エステル化反応をさせてオリゴマーを生成させる。かくは

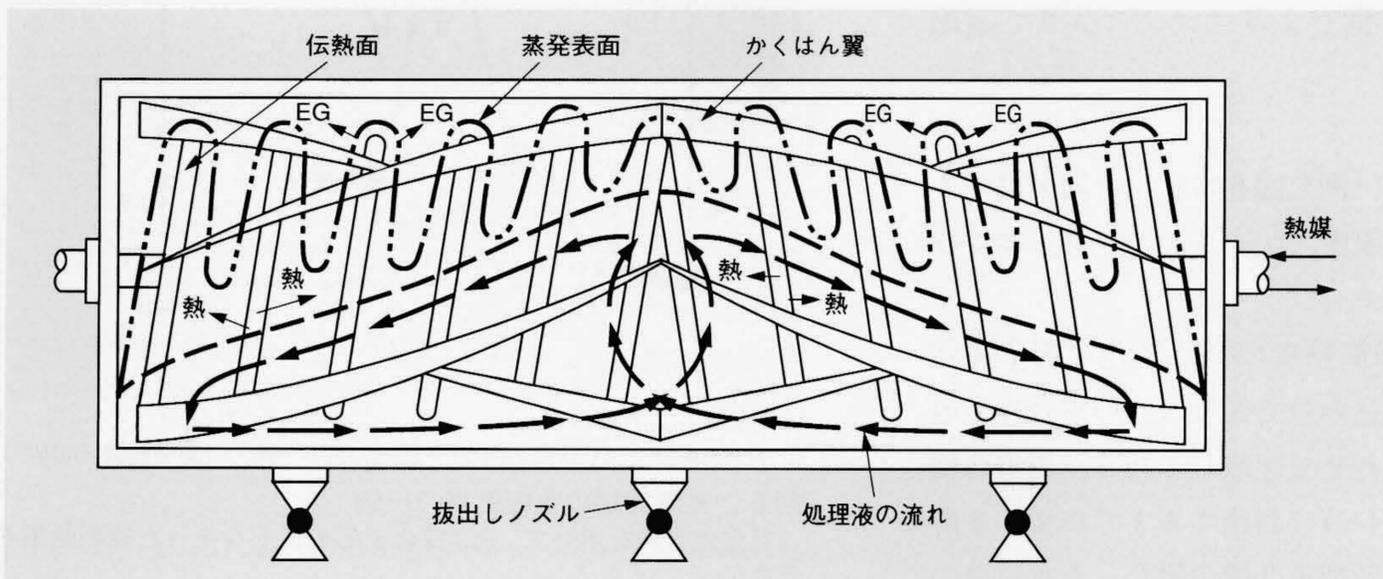
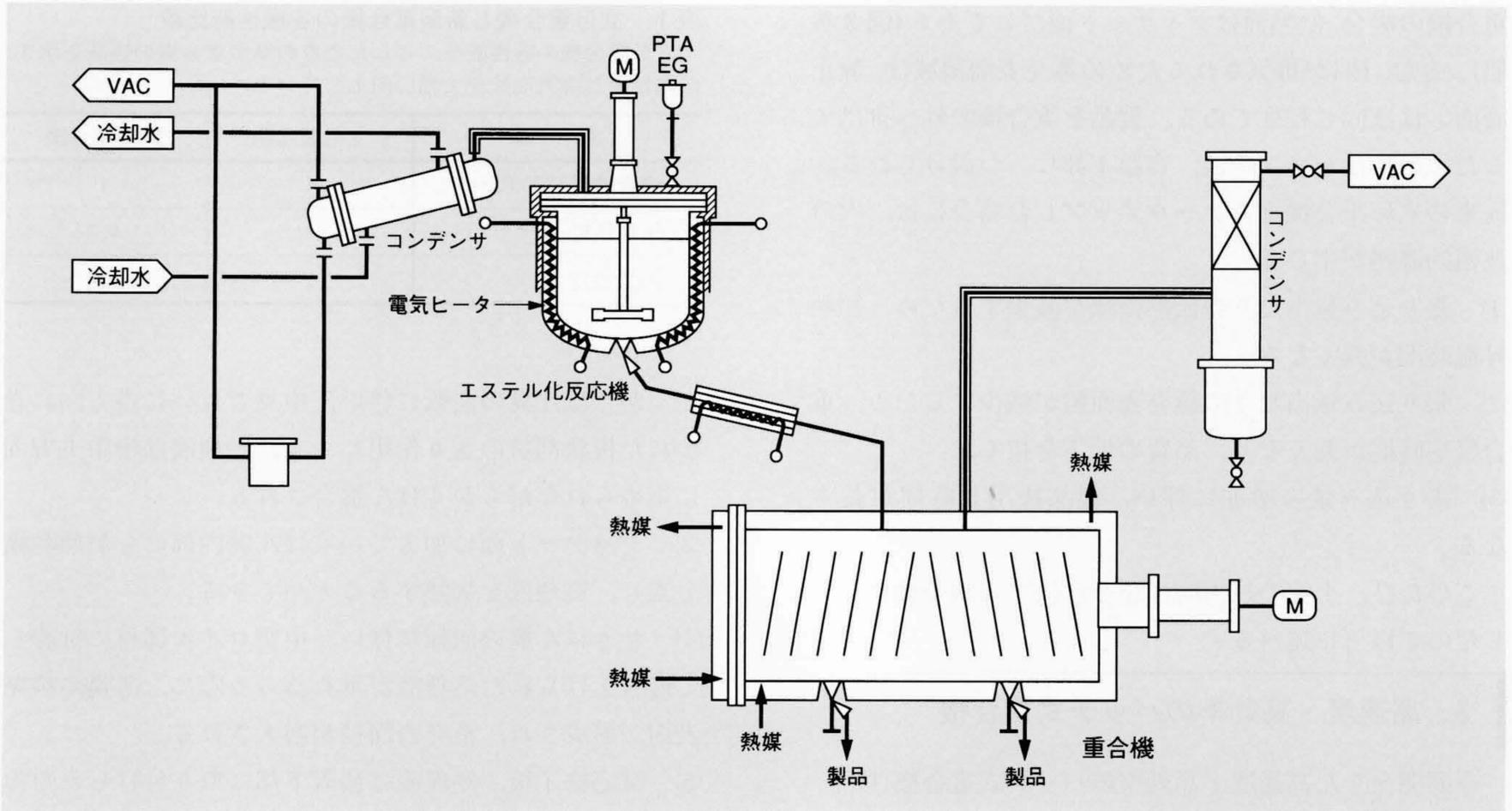


図4 高速度・高効率バッチ式重合機の概略構造とかくはん動作

二重らせん構造のかくはん翼により、従来の立形重合機と比べて大きな伝熱面積と蒸発面積が確保できる。



注：略語説明 VAC (Vacuum Pump), M (Motor)

図5 実液実験設備のフロー

新型重合機の実液実験設備のフローを示す。1バッチ当たりの処理量は最大約60 kgである。

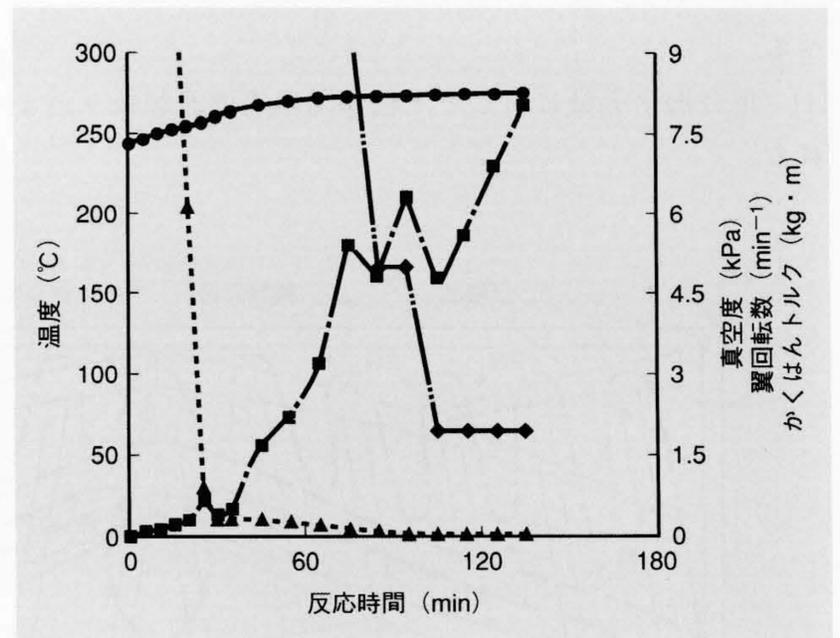
ん翼には、低粘度域でよく使われるパドル翼を用いている。反応副生物である水は反応機から蒸気として排出され、コンデンサで凝縮される。生成したオリゴマーは重合機に移送され、加熱昇温されながら減圧条件下でかくはん処理される。重合反応が進行するに従って、処理液は高分子量化するとともに液粘度が高くなる。重合機では、処理液の粘度変化に応じて適切な蒸発表面が形成されるように、翼回転数を変化させて運転する。処理液が規定の重合度になったところでかくはんを止め、拔出しノズルから重合機外へ排出する。反応副生物であるEGは、エステル化反応機と同じようにコンデンサで凝縮する。

4.2 実液実験結果

実液実験の運転結果の一例を図6に示す。同図は、この重合機での真空度、液温度、かくはんトルク、および翼回転数の経時変化を示す。

重合度の指標を示す極限粘度の経時変化を図7に示す。同図には、同じ張り込み量で従来の立形重合機での極限粘度の経時変化もあわせて記載してある。両重合機とも、極限粘度が約0.35(一)に到達するまでに要する時間はほぼ同じであるが、新型重合機の場合、それ以降の

反応時間が大幅に短くなっていることがわかる。この結果、従来の重合機の反応時間が225分であるのに対して、新型重合機の反応時間は135分であり、40%短くなった。これは、高粘度領域での張り込み量当たりの蒸発表面積



注：—●— [液温度 (°C)], ---▲--- [缶内圧力 (kPa)]  
 ---■--- [かくはんトルク (kg·m)], ---◆--- [翼回転数 (min<sup>-1</sup>)]

図6 実液実験の運転結果の一例

新型重合機を用いて、PET重合反応テストを行った運転結果を示す。

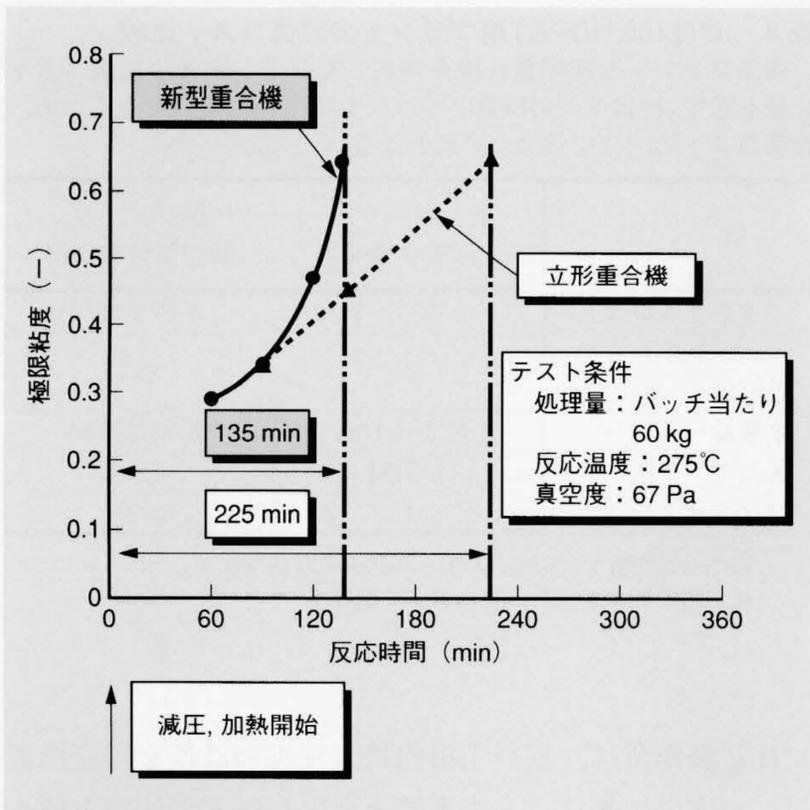
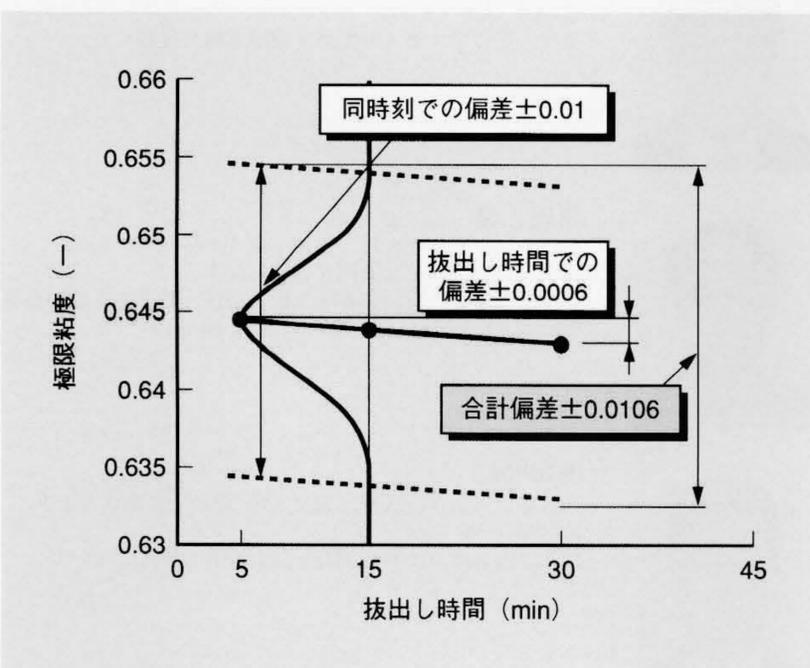


図7 重合反応中の極限粘度の経時変化  
同容量の立形重合機と比べて反応時間は約40%短くなっている。

が新型重合機のほうが大きいいため、反応副生物であるEGの排気速度が速くなったためである。

反応終了後の製品抽出し中の極限粘度偏差を図8に示す。同図で、曲線は抽出し開始5分後時点での製品の極限粘度を正規分布化したものであり、分布の幅は $\pm 0.01$



注：実液テストで得られた製品の品質  
極限粘度； $0.6446 \pm 0.0106$ (一)  
酸価； $< 35 \text{ eq}/10^6 \text{ g}$   
ジエチレングリコール含有率； $\leq 0.8 \text{ wt}\%$   
色相(b値)； $< 2$ (一)  
融点； $253 \sim 256 \text{ }^\circ\text{C}$

図8 製品抽出し中の製品の極限粘度偏差  
製品抽出し中の製品の極限粘度偏差は $0.6446 \pm 0.0106$ であった。

であった。黒丸印は抽出し開始5分、15分、および30分後時点での製品極限粘度の平均値を示す。

## 5. コマーシャル機への展開

### 5.1 コマーシャル機のシミュレーション結果

実液実験結果を基にコマーシャル機の反応時間についてシミュレーションを行った結果を図9に示す。処理量は1バッチ当たり25tとした。したがって、1日の処理量を100tとすると、1日のバッチ処理回数は4バッチとなる。実液テストと比較して、極限粘度の上昇速度は遅くなっている。これは、スケールアップに伴い、張り込み量当たりの蒸発表面積が減少したためである。張り込み量が25tである立形重合機は、機器製作上は可能である。しかし、反応時間は505分(8時間25分)と非常に長くなっており、処理液が長時間高熱下にさらされるようになるため、製品の熱劣化が問題となる。

これに対して、新型重合機での反応時間は295分(4時間55分)であり、実液テスト同様、約40%短くなった。この結果、1バッチの処理量が25tである重合機の運転タイムスケジュールは表2に示すように合計6時間となり、プラント1系列日産100tの生産が可能であることを確認した。

### 5.2 設備コストの比較

日産100tのPET用プラントの設備コスト比較を表3に示す。従来の立形重合機を用いる場合、同仕様のバッチ重合プラントが最低でも6系列必要となるため、設備

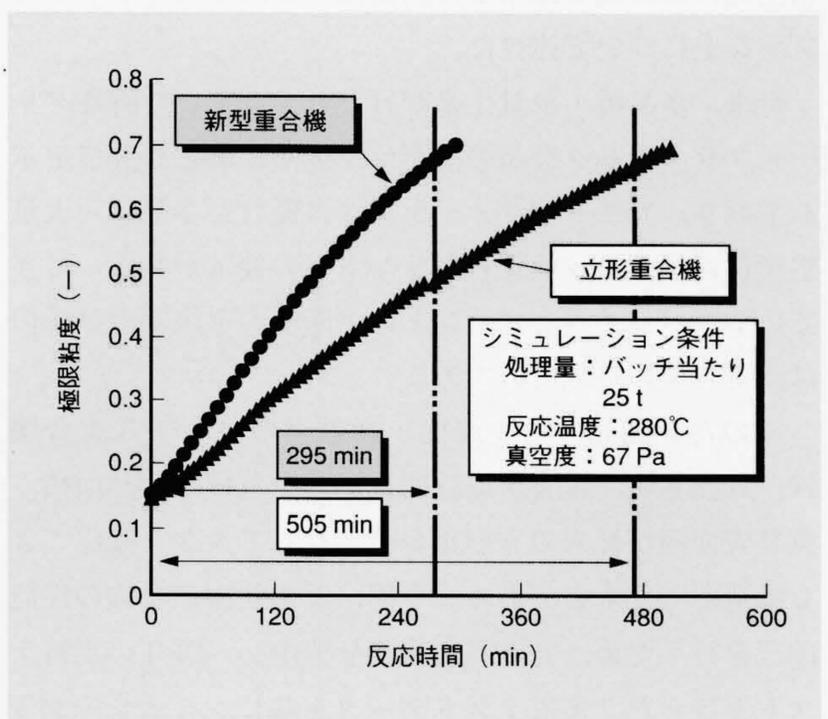


図9 1バッチの処理量が25tである重合機のシミュレーション結果

同容量の立形重合機と比べて、反応時間が約40%短くなっている。

表2 バッチ当たり処理量25tの重合機の運転タイムスケジュール

1バッチの合計運転時間は6時間である。

運転工程	所要時間(min)
オリゴマー受け入れ	15
加熱昇温, 重合反応	295
窒素加圧	15
ポリマー抜出し	30
放 圧	5
合 計	360

コストが割高となる。今回開発した高速度・高効率バッチ式重合機を採用することにより、多品種・大量生産に対応する、コストパフォーマンスに優れたプラントを提供することができる。

この新型重合機では処理液の処理速度が速いため、1日のバッチ数を増やすことが可能となる。したがって、従来の重合機で対応していた小容量の処理量の場合でも、バッチ数が増やせるため、従来よりも容量が小さい機器で同じ処理能力を確保することができる。

今回はPET生産によって重合機の性能確認を行ったが、反応最終処理液粘度が500 Pa・s以下である脱気を必要とする縮重合系ポリマー生産に対しても、この重合機の適用が可能である。

## 6. おわりに

ここでは、1系列で日産最大100tの生産能力を持つ、新開発の重合機を採用した高速度・高効率のバッチ重合プラントについて述べた。

従来、多品種・少量生産が行われてきていた特殊グレードプラスチック製品の需要は、近年、著しい伸びを示しており、コストパフォーマンスに優れた多品種・大量生産化対応のバッチ重合プラントへの要求が高まってきている。バッチ重合プラントの生産能力を決定づけるのは、重合機の処理能力である。

このたび開発した高速度・高効率のバッチ式重合機は、加熱昇温、重合反応時間に影響を及ぼす伝熱面積、蒸発表面積が従来の立形重合機に対して大きく確保できる構造としたものである。今回、この新型重合機の性能確認を行うため、実液実験装置を製作し、PETの実液テストを行った。実液テストデータを基にシミュレーションを行った結果、従来、複数の系列を使って処理していた日産100tという生産量を、1系列で処理が可能であることを確認した。

表3 日産100tのPET用プラントの設備コスト比較

従来プラントと新型重合機を使用したプラントとの設備コスト比較を示す。複数系列の従来プラントを1系列に集約できるため、設備コストの大幅な低減が可能となる。

項 目	従来プラント (立形重合機使用)	新プラント (新型重合機使用)
バッチサイクル	4～8バッチ/d	4バッチ/d
1バッチ当たりの 処理量	2t	25t
生産量	最大16t/d	最大100t/d
系列数	6系列	1系列
コスト比	1	0.35

注：コストの範囲は、原料投入から製品チップ出口まで  
(化工電計工事を含む、東南アジア建設ベース)

日立製作所は、笠戸工場内に実液実験設備を継続設置し、顧客の依頼によって実液テストが行える体制を整えている。

## 参考文献

- 1) 加治屋, 外: 重合プラントにおける高粘度液処理技術と応用, 日立評論, 74, 4, 307~314(平4-4)

## 執筆者紹介



### 本廣誠二

1993年日立製作所入社, 笠戸工場 流通・産業プラント  
設計部 所属  
現在, 重合プロセスの開発・設計業務に従事



### 原田 進

1979年日立製作所入社, 笠戸工場 開発センター 所属  
現在, 重合プロセスの開発業務に従事  
日本機械学会会員, 日本冷凍協会会員, 低温工学協会会員  
E-mail: harada@kasado.hitachi.co.jp



### 原田和紀

1987年日立製作所入社, 笠戸工場 流通・産業プラント  
設計部 所属  
現在, 重合プロセスの開発・設計業務に従事



### 金沢靖夫

1983年日立製作所入社, 笠戸工場 化学システムエンジ  
ニアリングセンター 所属  
現在, 化学プラントの設計業務に従事