

JAERI-M
7496

連続重合反応装置によるテトラフルオルエチレン-
プロピレンの放射線乳化共重合(Ⅱ)

(装置の安全性)

1978年1月

岡本 次郎・渡辺 博正・松田 修・町 末男

この報告書は、日本原子力研究所が JAERI-M レポートとして、不定期に刊行している研究報告書です。入手、複製などのお問い合わせは、日本原子力研究所技術情報部（茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしてください。

JAERI-M reports, issued irregularly, describe the results of research works carried out in JAERI. Inquiries about the availability of reports and their reproduction should be addressed to Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken, Japan.

連続重合反応装置によるテトラフルオルエチレン-
プロピレンの放射線乳化共重合(Ⅱ)
(装置の安全性)

日本原子力研究所高崎研究所開発試験場
岡本 次郎・渡辺 博正・松田 修・町 末男

(1977年12月27日受理)

テトラフルオルエチレンとプロピレンの放射線重合反応の工学的研究を行うため連続重合装置の設計製作を行なった。

この報告では、装置の安全性、緊急時における対策について詳しく述べるとともに、事故時に漏洩する気体の毒性、モノマー気体の物理、化学的性質についても調査検討した。

なお、この資料に基づき審査の結果、本装置および運転上の安全が確保できることが確認された。

JAERI-M 7496

Radiation-Induced Emulsion Copolymerization of
Tetrafluoroethylene with Propylene in Flow System 11
Apparatus Safety

Jiro OKAMOTO, Hiromasa WATANABE, Osamu MATSUDA
and Sueo MACHI

Pilot Scale Research Division,
Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment,
JAERI

(Received December 27, 1977)

In study of the emulsion copolymerization of tetrafluoroethylene with propylene, flow apparatus was designed.

Described are safety of the apparatus and emergency countermeasures, and also toxicity of the gas in an accident and chemical and physical properties of the monomer gases.

Safety of the operation is confirmed on the basis of data.

Keywords: Radiation Effects, Tetrafluoroethylene, Propylene, Emulsion Copolymerization, Monomer, Flow System, Safety, Toxicity

目 次

1. はじめに	1
2. 研究目的	1
3. 研究内容	1
4. 反応装置の概要	2
4.1 装置の概要	2
4.2 実験条件	5
5. 実験の概要	8
5.1 モノマーの調整	8
5.1.1 初期仕込み用モノマーの調整	8
5.1.2 追加仕込み用モノマーの調整	8
5.1.3 組成制御用モノマーの調整	8
5.2 乳化水溶液の調整	8
5.3 反応器の接続	8
5.4 モノマー気体の送入	9
5.5 乳化水溶液の送入	9
5.6 気液の混合と循環	9
5.7 諸条件の設定	9
5.8 反応	9
5.9 監視	9
5.10 途中抜き出し	10
5.11 反応終了	10
6. 安全対策	10
6.1 一般安全対策	10
6.2 高圧装置としての安全対策	10
6.3 電気関係・安全対策	11
6.4 放射線に対する安全対策	11
6.5 組成制御の安全対策	11
6.6 ガスもれの安全対策	12
6.7 取り扱い上の安全対策	12
6.8 緊急時の措置	12
7. モノマーの性質	18
7.1 テトラフルオールエチレン	18
7.1.1 物理的性質	18
7.1.2 化学的性質	18

7.2	プロピレン	19
7.2.1	物理的性質	19
7.2.2	化学的性質	19
7.3	テトラフルオールエチレン-プロピレン混合物	19
7.3.1	物理的性質	19
7.3.2	化学的性質	20
8.	排出能力の算出	33
8.1	実験状況	33
8.1.1	バネ式安全弁の排出能力	34
8.1.2	破裂板式安全弁の排出能力	34
8.1.3	パージラインの背圧の計算	34
9.	乳化剤の性質	36
10.	引用文献	37

CONTENTS

1. INTRODUCTION	1
2. PURPOSE	1
3. PLANNING	1
4. OUTLINE OF APPARATUS	2
4.1 Apparatus	2
5. OUTLINE OF EXPERIMENT	5
5.1 Monomer preparation	8
5.1.1 Monomer preparation for make up	8
5.1.2 Monomer preparation for supply	8
5.1.3 Monomer preparation for control	8
5.2 Preparation of emulsifier-water solution	8
5.3 Line connection to reactor	8
5.4 Supply of gaseous monomer	8
5.5 Supply of emulsifier-water solution	9
5.6 Mixing and recycling of gas-liquid	9
5.7 Setting of reaction conditions	9
5.8 Reaction	9
5.9 Pannel watch	9
5.10 Sampling	9
5.11 Shutdown	10
6. SAFETY COUNTERPLAN	10
6.1 General	10
6.2 High pressure	10
6.3 Electricity	10
6.4 Radiation	11
6.5 Monomer composition control	11
6.6 Gas leakage	11
6.7 Operation	12
6.8 Emergency	12
7. PROPERTY OF MONOMER	12
7.1 Tetrafluoroethylene	18
7.1.1 Physical	18
7.1.2 Chemical	18
7.2 Propylene	18
7.2.1 Physical	19
7.2.2 Chemical	19

7.3 Mixture of tetrafluoroethylene and propylene	19
7.3.1 Physical	19
7.3.2 Chemical	20
8. DEFLATION CAPACITY	33
8.1 Emergency condition	33
8.1.1 Capacity of safety valve	34
8.1.2 Capacity of rupture disk	34
8.1.3 Back pressure of purge line	34
9. PROPERTY OF EMULSIFIER	36
10. REFERENCES	37

1. はじめに

この報告は、研究部エラストマーグループで行なった基礎的研究を第二開発室のテーマとして、さらに発展させ、化学工学的研究を行なうために設計したテトラフルオルエチレン-プロピレン共重合連続反応装置についての安全性について検討したものである。

なお、この資料は高崎研究所安全審査専門部会に提出され、安全性のチェックを受け承認を得た。

2. 研究目的

気液相放射線重合に関する研究において、これまでテトラフルオルエチレン-プロピレンの放射線乳化共重合を小型装置及び30ℓ重合反応槽により、反応解析とサンプルの製造を行い種々の知見を得てきた。^{1~11)}

これらの研究の結果、この系の反応を支配する重要な因子は線量率⁴⁾、粒子数⁴⁾及びラテックス中のモノマーガスの溶解量とその組成であることが明確になった。

本研究は従来の研究で得られた基礎的成果、技術的成果を基にし、更に高重合反応速度領域におけるテトラフルオルエチレン-プロピレン乳化共重合を行い、回分式では行い得なかった工学的研究を主体とし、重合収率、分子量などで残されている問題を解決することを目的とする。

3. 研究内容

本装置による具体的研究は高重合速度領域での実験が主体となるため、i) 高テトラフルオルエチレン組成域における反応、ii) 高圧下における反応、iii) 高線量率下における反応等を取り上げモノマー組成、反応圧力、反応温度、等と重合速度、分子量、ポリマー組成との関係、及び各種条件下における反応機構の解明を行う。

また、工学的研究としてモノマー組成制御、圧力制御、気液接触方法、気体、液体循環方法、更に、ラテックス連続取り出しにかかわるラテックスの安定性に関する技術的問題点の解決等をも行う。

1. はじめに

この報告は、研究部エラストマーグループで行なった基礎的研究を第二開発室のテーマとして、さらに発展させ、化学工学的研究を行なうために設計したテトラフルオルエチレン-プロピレン共重合連続反応装置についての安全性について検討したものである。

なお、この資料は高崎研究所安全審査専門部会に提出され、安全性のチェックを受け承認を得た。

2. 研究目的

気液相放射線重合に関する研究において、これまでテトラフルオルエチレン-プロピレンの放射線乳化共重合を小型装置及び30ℓ重合反応槽により、反応解析とサンプルの製造を行い種々の知見を得てきた。^{1~11)}

これらの研究の結果、この系の反応を支配する重要な因子は線量率⁴⁾、粒子数⁴⁾及びラテックス中のモノマーガスの溶解量とその組成であることが明確になった。

本研究は従来の研究で得られた基礎的成果、技術的成果を基にし、更に高重合反応速度領域におけるテトラフルオルエチレン-プロピレン乳化共重合を行い、回分式では行い得なかった工学的研究を主体とし、重合収率、分子量などで残されている問題を解決することを目的とする。

3. 研究内容

本装置による具体的研究は高重合速度領域での実験が主体となるため、i) 高テトラフルオルエチレン組成域における反応、ii) 高圧下における反応、iii) 高線量率下における反応等を取り上げモノマー組成、反応圧力、反応温度、等と重合速度、分子量、ポリマー組成との関係、及び各種条件下における反応機構の解明を行う。

また、工学的研究としてモノマー組成制御、圧力制御、気液接触方法、気体、液体循環方法、更に、ラテックス連続取り出しにかかわるラテックスの安定性に関する技術的問題点の解決等をも行う。

1. はじめに

この報告は、研究部エラストマーグループで行なった基礎的研究を第二開発室のテーマとして、さらに発展させ、化学工学的研究を行なうために設計したテトラフルオルエチレン-プロピレン共重合連続反応装置についての安全性について検討したものである。

なお、この資料は高崎研究所安全審査専門部会に提出され、安全性のチェックを受け承認を得た。

2. 研究目的

気液相放射線重合に関する研究において、これまでテトラフルオルエチレン-プロピレンの放射線乳化共重合を小型装置及び30ℓ重合反応槽により、反応解析とサンプルの製造を行い種々の知見を得てきた。^{1~11)}

これらの研究の結果、この系の反応を支配する重要な因子は線量率⁴⁾、粒子数⁴⁾及びラテックス中のモノマーガスの溶解量とその組成であることが明確になった。

本研究は従来の研究で得られた基礎的成果、技術的成果を基にし、更に高重合反応速度領域におけるテトラフルオルエチレン-プロピレン乳化共重合を行い、回分式では行い得なかった工学的研究を主体とし、重合収率、分子量などで残されている問題を解決することを目的とする。

3. 研究内容

本装置による具体的研究は高重合速度領域での実験が主体となるため、i) 高テトラフルオルエチレン組成域における反応、ii) 高圧下における反応、iii) 高線量率下における反応等を取り上げモノマー組成、反応圧力、反応温度、等と重合速度、分子量、ポリマー組成との関係、及び各種条件下における反応機構の解明を行う。

また、工学的研究としてモノマー組成制御、圧力制御、気液接触方法、気体、液体循環方法、更に、ラテックス連続取り出しにかかわるラテックスの安定性に関する技術的問題点の解決等をも行う。

4. 反応装置の概要

図1, 2に示すように ^{60}Co 開発試験棟第7ケープに設置する。

本装置は反応ユニット, モノマー供給ユニット, ガス循環液循環ユニット, ラテックス抜き出し水送入ユニット, 組成制御ユニットからなる。反応ユニットはケープ内に設置され, モノマー及び, 液等はケープ外から反応装置へ配管によって送られ, 重合反応の状態は, 各検出器から記録用パネル上の各種記録計に伝達され, 圧力, 温度, 組成制御を行う。

4.1 装置の概要

○線源及び照射方式

核種 : ^{60}Co

使用量 : 14万 ci \sim 10^6 R/h

照射方式: 板状密閉線源による外部照射方式

○仕込用ポンペー1

最高使用圧力 150 kg/cm²

使用温度範囲 $-198^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$

主要材質 SUS304又はSUS316

構造

容量 6ℓ

○組成制御用ポンベ

最高使用圧力 100 kg/cm² G

使用温度範囲 $-198^{\circ}\text{C} \sim 100^{\circ}\text{C}$

主要材質 SUS316又はSUS304

容量 1ℓ

○ガス混合槽(攪拌機付, ジャケット付)

最高使用圧力 100 kg/cm² G

使用温度範囲 $0 \sim 100^{\circ}\text{C}$

主要材質 SUS304又はSUS316

容量 1ℓ

○気液接触槽(ジャケット付)

最高使用圧力 100 kg/cm² G

使用温度範囲 $0 \sim 100^{\circ}\text{C}$

主要材質 SUS304又はSUS316

容量 1ℓ

○気液分離槽（ジャケット付）

最高使用圧力	100 kg/cm ² G
使用温度範囲	0~100°C
主要材質	SUS304又はSUS316
容 量	1ℓ

○ラテックス貯槽（レベルゲージ，ジャケット付）

最高使用圧力	10 kg/cm ² G
使用温度範囲	0~100°C
主要材質	SUS304
容 量	10ℓ

○水貯槽（レベルゲージ，ジャケット付）

最高使用圧力	10 kg/cm ² G
使用温度範囲	0~100°C
主要材質	SUS304
容 量	10ℓ

○反応器

最高使用圧力	100 kg/cm ²
使用温度範囲	0~100°C
主要材質	SUS304
容 量	0.25~0.5ℓ

○モノマー供給ポンプ

吸入圧力	5~80 kg/cm ² G
吐出圧力	20~100 kg/cm ² G
使用温度	20~80°C
送入速度	1~10 ℓ/h
主要材質	SUS304
モーター	安 増

○ガス循環ポンプ

吸入圧力	30~100 kg/cm ² G
吐出圧力	30~100 kg/cm ² G
使用温度	20~80°C
送入速度	100~500 ℓ/h
主要材質	SUS304
モーター	安 増

○液循環ポンプ

吸入圧力	30~100 kg/cm ² G
吐出圧力	30~100 kg/cm ² G
使用温度	20~80°C

- | | |
|-----------------|----------------------------|
| 送入速度 | 30~300ℓ/h |
| 主要材質 | SUS304 |
| モーター | 安増 |
| ○水送入ポンプ | |
| 吸入圧力 | 0~5kg/cm ² G |
| 吐出圧力 | 30~100kg/cm ² G |
| 使用温度 | 20~80°C |
| 主要材質 | SUS304 |
| モーター | 安増 |
| ○組成制御用ポンプ 2機 | |
| 吸入圧力 | 5~40kg/cm ² G |
| 吐出圧力 | 30~100kg/cm ² G |
| 使用温度 | 20~80°C |
| 送入速度 | 0.1~1ℓ/h |
| 主要材質 | SUS304 |
| モーター | 安増 |
| ○温水ポンプ(ギヤポンプ) | |
| 吸入圧力 | 0kg/cm ² G |
| 吐出圧力 | 0~1.0kg/cm ² G |
| 使用温度 | 20~90°C |
| 送入速度 | 300~500ℓ/h |
| モーター | 安増 |
| ○加熱冷却槽 | |
| 使用温度 | -198~100°C |
| 主要材質 | ステンレス内張木材 |
| ○組成制御用ガスクロマトグラフ | |
| 使用温度 | 室温~250°C |
| 検出器 | TCD |
| キャリアーガス | He |
| ○ガスサンプラー | |
| 使用温度 | 室温 |
| 使用圧力 | 0~5kg/cm ² G |
| 主要材質 | SUS304 |
| 電磁切替コック付採取管 | ~数本 |
| ○GC用インテグレーター | |
| 型式 | |
| ○温水タンク | |
| 使用温度 | 20~100°C |

主要材質	SUS304
容 量	~300ℓ
ヒーター	200V 2KW×2

4.2 実 験 条 件

反応圧力	10~100kg/cm ²
反応温度	20~80°C
モノマー組成	C ₂ F ₄ = 75~99mole %
乳化剤濃度	0.01~3%
線量率	~10 ⁶ R/h
ラテックス濃度	~30%

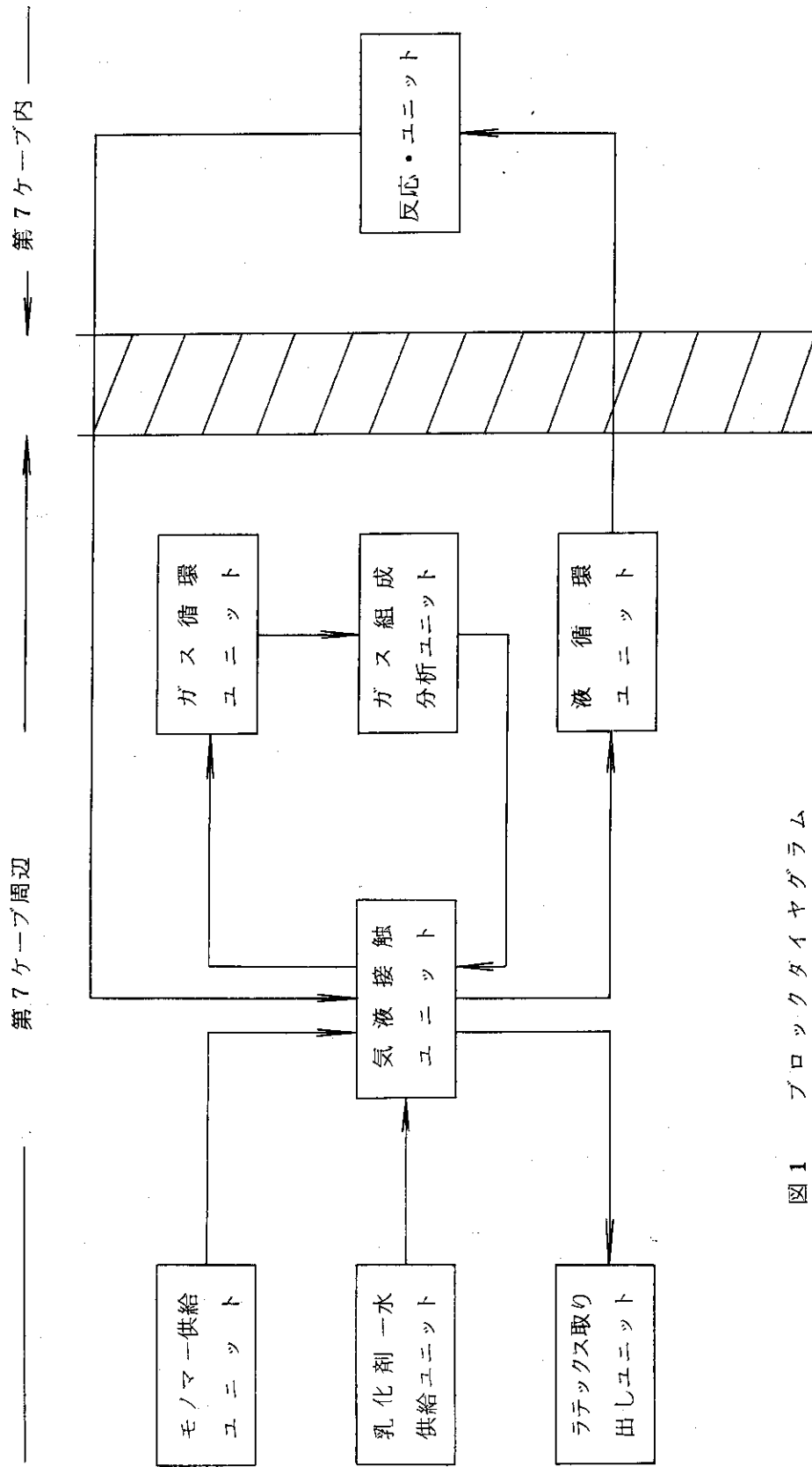
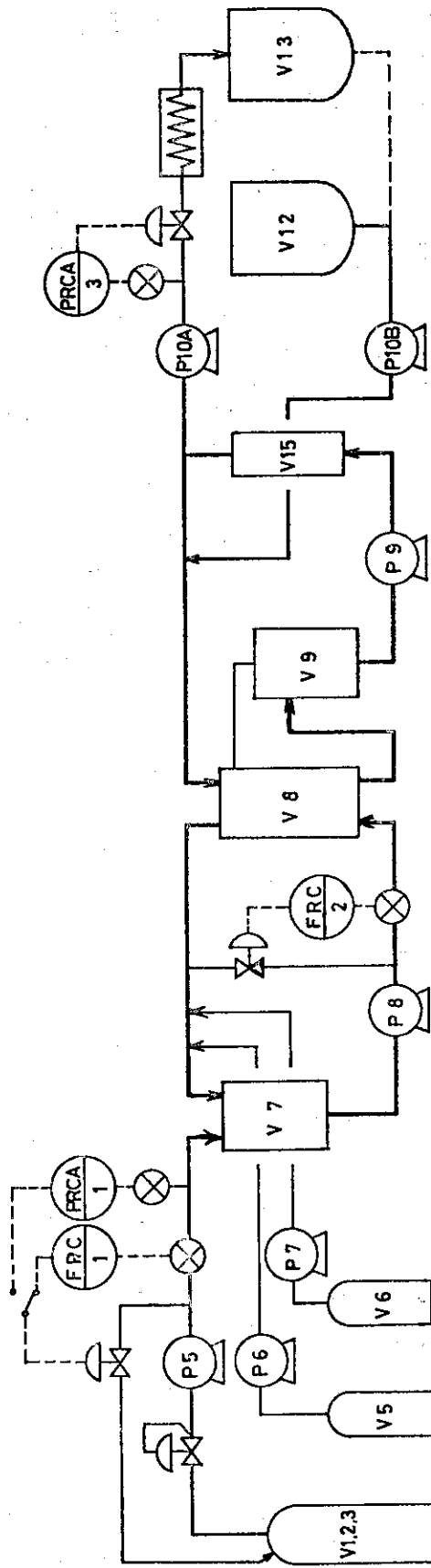


図1 ブロックダイヤグラム

モリマ供給ユニット ——— ガス循環・液循環ユニット ——— 反応ユニット ——— ラジエータ抽出・水送入ユニット ———



V-1, 2, 3 モリマボズ V-5, 6 組成制御ボズ V-7 ガス混合槽 V-8 気液接触槽 V-9 気液分離槽 V-15 反応器 V-12 水貯槽 V-13 ラジエータ槽

P-5 モリマ供給ポンプ P-6, 7 組成制御ポンプ P-8 ガス循環ポンプ P-9 液循環ポンプ P-10A ラジエータ抽出ポンプ P-10B 水送入ポンプ

図2 装置のフローダイアグラム

5. 実験の概要

5.1 モノマーの調整

5.1.1 初期仕込み用モノマーの調整

- i) T F E貯蔵ボンベより，重合禁止剤除去用シリカゲル塔を通し，液体N₂にて所定量をトラップする。
- ii) 希望反応組成になるよう別の受器にプロピレンを液体N₂にて所定量トラップする。
- iii) 両者を液体N₂にて初期仕込み用ボンベ（V-1）に移す。
- iv) 両者を混合し固化脱気を行い酸素を除去する。
- v) iv)の後，ガス組成をチェックし，ラインに接続。

5.1.2 追加仕込み用モノマーの調整

- i) 初期仕込み用モノマーの調整と同様の手順で一定組成のモノマーを調整し追加仕込用ボンベ（V-2，V-3）に移し固化脱気を行う。後，ガス組成をチェックし，ラインに接続。

5.1.3 組成制御用モノマーの調整

- i) 前二者と同様の方法で調整し，V-11，V-12に移す。後ガス組成をチェックし，ラインに接続。

5.2 乳化水溶液の調整

- i) 所定量の乳化剤を水貯槽（V-10，A，B）に入れた後，精製水を所定量導入する。
- ii) i)の後，N₂づバブルし，酸素の除去を充分に行う。

5.3 反応器の接続

- i) 十分に洗浄した反応器（V-14，A，B）を反応に応じてケープ内の配管に1～数個接続。
- ii) 反応装置の系内を真空に引く。（-1 kg/cm² G）
- iii) 水送込ポンプ（P-5），ラテックス貯槽（V-9，A，B）及びその配管系を除く全系をN₂にて気密テスト（~110 kg/cm² G）を行う。
- iv) ポンプ，熱源，記録計等のスイッチON，加熱源，動力源等については，電流計の指しをチェック。この状態で各部所よりのモレ点検を行う。
- v) N₂ パージ後，真空ポンプ（P-1）で減圧とし，モレのないことを確認する。

5.4 モノマー気体の送込

- i) 1-1で調製したモノマーをモノマー供給ポンプ(P-2)でガス混合槽(V-5)に送込し、十分に気化混合を行う。
- ii) ガス組成チェック。

この時点で温水ラインから各ジャケットに温水を送り、所定の温度とする。

5.5 乳化水溶液の導入

- i) 十分に脱気された乳化水溶液を水送込ポンプ(P-5)にて気液接触槽(V-6)及び気液分離槽(V-7)に送込する。

5.6 気液の混合と循環

- i) ガス循環ポンプ(P-3)にてモノマーガスを気液接触槽(V-6)に送り気液の混合を充分に行う。
- ii) 気体循環ポンプ(P-3)及び液循環ポンプ(P-4)を用いて気液混合槽(V-6)気液分離槽(V-7)で十分に気液を混合し、その液を反応器内に導入し、液の循環を充分に行う。

5.7 諸条件の設定

圧力、温度、流量、流速検出端からの信号を、各記録計、現場指示計で検出し、所定の条件に設定する。またスプリング式放圧弁等は所定圧+5 kg/cm²に設定する。

5.8 反応

VIII項で条件が定常になったら機器が正常に作動していることを確認し、所定の線量率で照射を開始する。

5.9 監視

- i) 反応中、圧力、温度、流量、流速はそれぞれ記録計、及び現場指示計で監視する。
- ii) モノマーの混合比はオンライン化したガスクロマトグラフ装置(M-6)で常時監視する。もし、モノマー組成に変化があった時は、組成制御用モノマーポンプ(P-6, 7)を作動させ組成制御用モノマーポンプから所定量のモノマーをフィードし、組成をコントロールする。(注、O₂, F₄には少量のC₃H₈を添加して貯蔵しておく。)

反応中に異常現象がみられた場合は、Ⅷ 緊急時の措置に従って、動力源の停止、緊急放圧弁による放圧などの緊急措置をとり、反応を停止する。施設課へ連絡し、線源を降下する。

5.10 途中抜き出し

- i) 反応が進行し、所定のラテックス濃度になったとき水送入ポンプ（P-5）を作動させ、所定量のエマルジョンをラテックス貯槽（V-9, A, B）に抜き出し、これに見合う分の乳化水溶液を同一ポンプで水貯槽から反応系へ送入する。

5.11 反応終了

- i) ラテックス貯槽へのラテックスの回収を確認するとともに、全ての機器を停止し、各ユニット、パネル上の電源をOFFにする。
- ii) ポンベ、各ラインのバルブを閉じるとともに、エア作動用の空気を止め、空気を放圧する。
- iii) ポンベの元弁を閉じること、電源元スイッチがOFFであることを確認する。
- iv) 系内のガスをパーズラインから放圧、ラテックスをとり出す。
- v) 気液接触槽、気液分離槽、液循環ライン、反応器等を洗浄し終了する。

6. 安全対策

6.1 一般安全対策

- i) 本装置は反応器以外はコバルト第二棟第7ケープ周辺に設置することから、装置の配置等については十分に安全を確保するよう照射施設課と打合せを行う。案としてユニットは裏面からの操作及び安全確保のため、少なくともケープ壁面より離して設置する。（プロットプラン図3参照）
- ii) 騒音防止のため、計装用エアコンプレッサーは機械室に設置し、配管で接続する。
- iii) ケープ内に設置する反応器は他の実験をも考慮し移動可能とし、照射に際しては固定できるようにする。原則として運転時は必ず2人が参加し、その内1人が待機、緊急時に出勤できる体勢をとる。関連課室と密な連絡を取りながら実験を行う。

6.2 高圧装置としての安全対策

- i) 使用する圧力機器等は強度計算上十分なものとする。

反応中に異常現象がみられた場合は、Ⅷ 緊急時の措置に従って、動力源の停止、緊急放圧弁による放圧などの緊急措置をとり、反応を停止する。施設課へ連絡し、線源を降下する。

5.10 途中抜き出し

- i) 反応が進行し、所定のラテックス濃度になったとき水送入ポンプ（P-5）を作動させ、所定量のエマルジョンをラテックス貯槽（V-9, A, B）に抜き出し、これに見合う分の乳化水溶液を同一ポンプで水貯槽から反応系へ送入する。

5.11 反応終了

- i) ラテックス貯槽へのラテックスの回収を確認するとともに、全ての機器を停止し、各ユニット、パネル上の電源をOFFにする。
- ii) ボンベ、各ラインのバルブを閉じるとともに、エア作動用の空気を止め、空気を放圧する。
- iii) ボンベの元弁を閉じること、電源元スイッチがOFFであることを確認する。
- iv) 系内のガスをパーズラインから放圧、ラテックスをとり出す。
- v) 気液接触槽、気液分離槽、液循環ライン、反応器等を洗浄し終了する。

6. 安全対策

6.1 一般安全対策

- i) 本装置は反応器以外はコバルト第二棟第7ケープ周辺に設置することから、装置の配置等については十分に安全を確保するよう照射施設課と打合せを行う。案としてユニットは裏面からの操作及び安全確保のため、少なくともケープ壁面より離して設置する。（プロットプラン図3参照）
- ii) 騒音防止のため、計装用エアコンプレッサーは機械室に設置し、配管で接続する。
- iii) ケープ内に設置する反応器は他の実験をも考慮し移動可能とし、照射に際しては固定できるようにする。原則として運転時は必ず2人が参加し、その内1人が待機、緊急時に出勤できる体勢をとる。関連課室と密な連絡を取りながら実験を行う。

6.2 高圧装置としての安全対策

- i) 使用する圧力機器等は強度計算上十分なものとする。

- ii) これらの機器は個々に寸法，気密（加圧，減圧）水圧試験に合格したものとする。
 - iii) 高圧機器で溶接するものについてはカラーチェックを行なったもの，また非破壊検査の必要と思われるものは，これを実施して使用に供する。
 - iv) 装置の総合検査，（減圧気密，加圧気密）に合格したものを使用する。
 - v) なんらかの原因で圧力が異常に上昇した場合には，
 - イ) 放出弁を用いてパーズラインを通して屋外へガスを放出する。
 - ロ) P R-2 又はプレッシャースイッチの設定を超えた場合，モノマー供給ポンプ，水導入ポンプ，および，液循環ポンプは自動的に停止する。
 - ハ) 十分な吹出し能力を有するスプリング式安全弁又はラプチュアードディスクが作動する。以上のいずれかの措置により，装置の破損を防止するようになっている。
- 万一，上記の異常事態に対する保護機能が十分に作動しない場合があったとしても，ケープ内の反応器の破損から線源を保護するため，鉄板を線源と反応器の間に設置し，被害をできるだけ小さくするようにしてある。

6.3 電気関係・安全対策

- i) 既設配電盤より各ユニットには 3 E（過負荷漏電，短絡）ブレーカーを使用したメイン電源に配線し，感電，漏電等に対する安全措置をとる（図 4-a，4-b）。
- ii) 本装置の電源は，各ユニットの操作盤にあり，電圧計，表示燈，電流計を設けパネル監視により異常が発見できるようにする。
負荷側にはそれぞれサーマルリレー付電磁開閉器をもうける。
- iii) 本装置には，すべて第三種接地工事をほどこす。
- iv) 配線は十分な容量を有する被覆線を用い，ユニット裏面のメタルコネクターにより動力源と接続する。
- v) 計装制御部は密閉構造（防塵クラス）のボックスに収納する。
- vi) 熱源ヒーターは全てシースヒーターを用い，間接加熱方式をとる。
- vii) ポンプ用モーターは安増とする。

6.4 放射線に対する安全対策

- i) 反応器は耐放射線性の材質（SUS）を使用しているので安全である。線源と反応容器との位置関係を図 5 に示す。
- ii) ケープ内外の接続に用いる配管は図 2 に示したようにケープ側面から図 6 に示すような特別のスリーブを用い十分な遮蔽効果をもたせてあるので安全である。

6.5 組成制御の安全対策

- i) 組成制御はガスクロマトグラフにて常時行い，応答速度を 5 分以内にするが，数チャン

ネルのサンプラーを設置することにより更に短縮するよう配慮する。

ii) 測定精度を 0.5 % 以内におさえる。

6.6 ガスもれの安全対策

i) ケーブ内に可燃性ガス検知器を設置し、警報装置に接続する。

ii) 検知器はガスの比重を考慮して設置する。

6.7 取り扱い上の安全対策

i) 実験開始前に室内安全基準に従って、日常点検を行う。

ii) 安全点検に従い、1年1回定期点検を行う。

iii) 反応を開始する前に装置特性の把握、操作の習熟のため N_2 -水による実験を行う。

iv) 反応条件は従来のデータを基にし緩やかな条件から始める。

6.8 緊急時の措置

i) 反応中に圧力が異常に上昇した場合は、直ちにモノマー供給を停止した後、マニュアルパーズを行い照射施設課に線源の下降を依頼し反応を終了する。

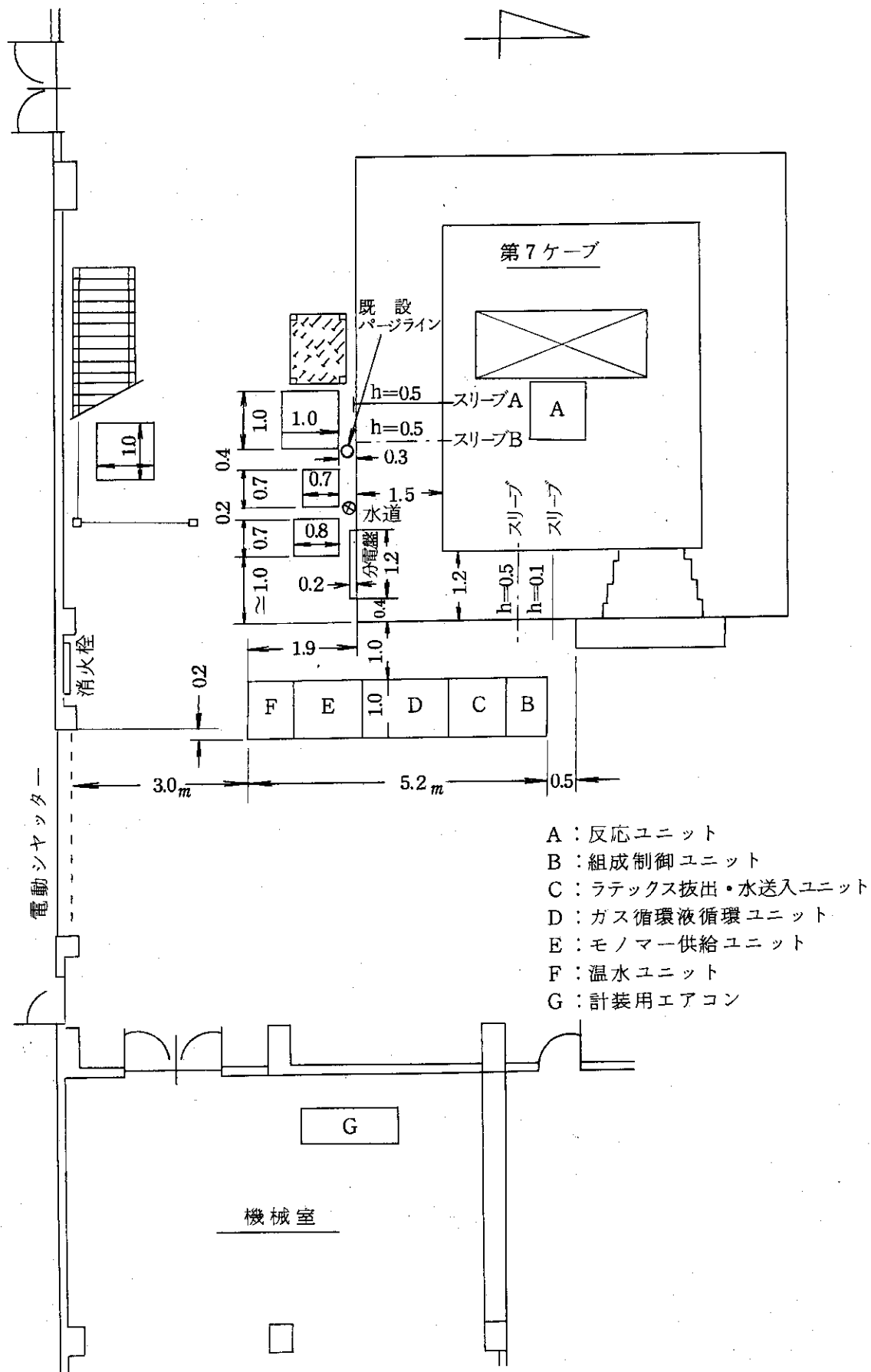
ii) 反応中温度が異常に上昇した場合はモノマー供給を停止し冷却水を反応器ジャケットに送り温度を下げると同時に(線源状態を確認し線源をおろす)そしてマニュアルパーズを行う。

iii) 反応中にガスもれを生じた場合(ガス検知器による)はモノマーの供給を停止してマニュアルパーズを行うと同時に線源を降下させる。(もしラプチャーが破損してケーブ内に充満した場合は参考資料に示してある。)

iv) 反応中組成制御が困難となった場合は直ちに実験を中止する。

v) 停電の場合は直ちに実験を中止する、手動で線源を降下させ反応を終了する。

vi) 安全弁作動時は直ちに実験を中止し、放圧する。



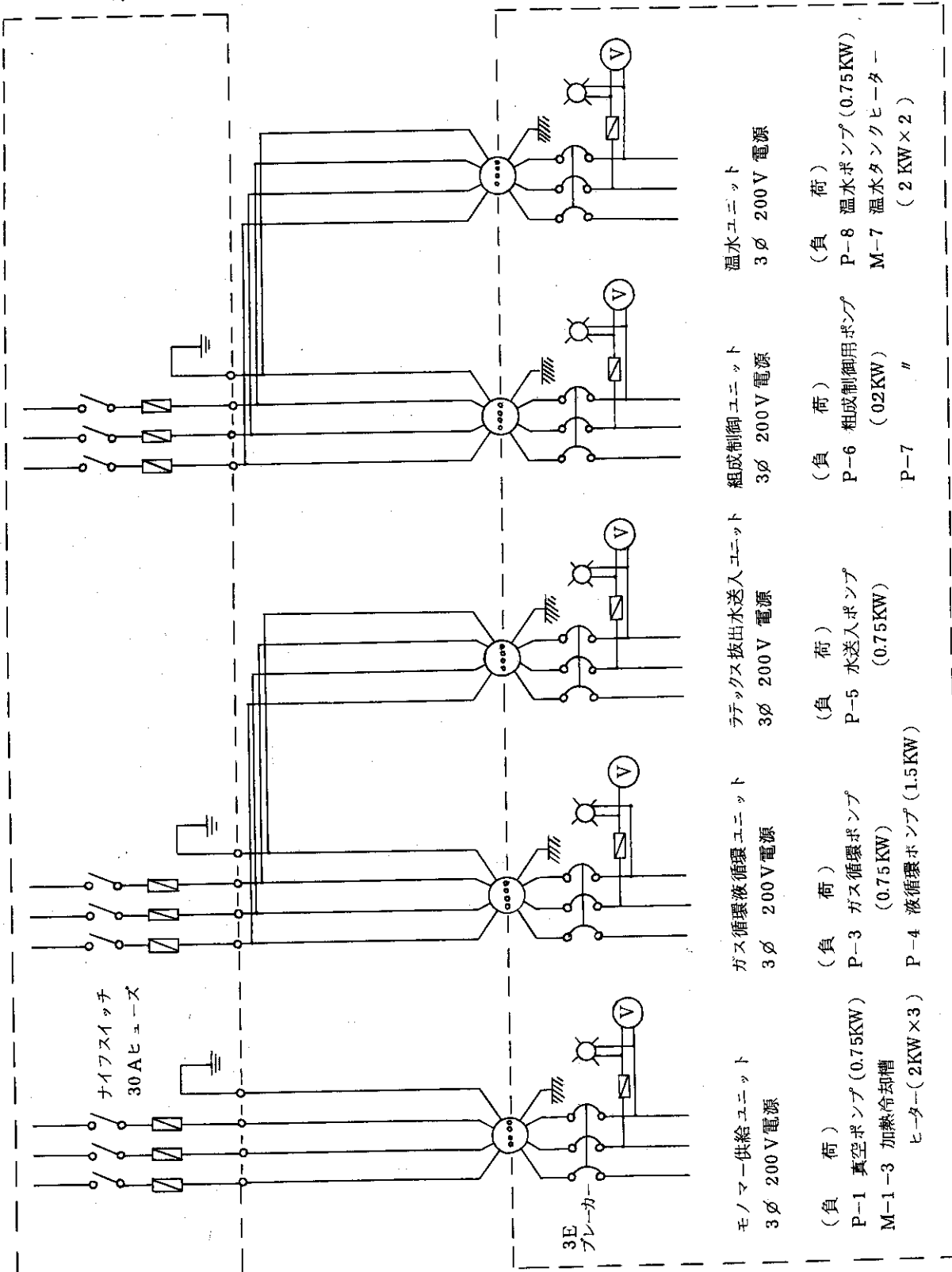
- A : 反応ユニット
- B : 組成制御ユニット
- C : ラテックス拔出・水送入ユニット
- D : ガス循環液循環ユニット
- E : モノマー供給ユニット
- F : 温水ユニット
- G : 計装用エアコン

図3 プロットプラン

既設分電盤

接続
キャブタイヤコード
(端末メタルコネクタ)

各ユニット
計装・電源パネル



- モノマ-供給ユニット
3φ 200V電源
(負荷)
P-1 真空ポンプ (0.75KW)
M-1-3 加熱冷却槽
ヒーター-(2KW×3)
- ガス循環液循環ユニット
3φ 200V電源
(負荷)
P-3 ガス循環ポンプ
(0.75KW)
P-4 液循環ポンプ (1.5KW)
- ラックス抽出水送込ユニット
3φ 200V電源
(負荷)
P-5 水送込ポンプ
(0.75KW)
- 組成制御ユニット
3φ 200V電源
(負荷)
P-6 組成制御用ポンプ
(0.2KW)
P-7 "
- 温水ユニット
3φ 200V電源
(負荷)
P-8 温水ポンプ (0.75KW)
M-7 温水タンクヒーター
(2KW×2)

図 4-a 電気配線計画図 (2)

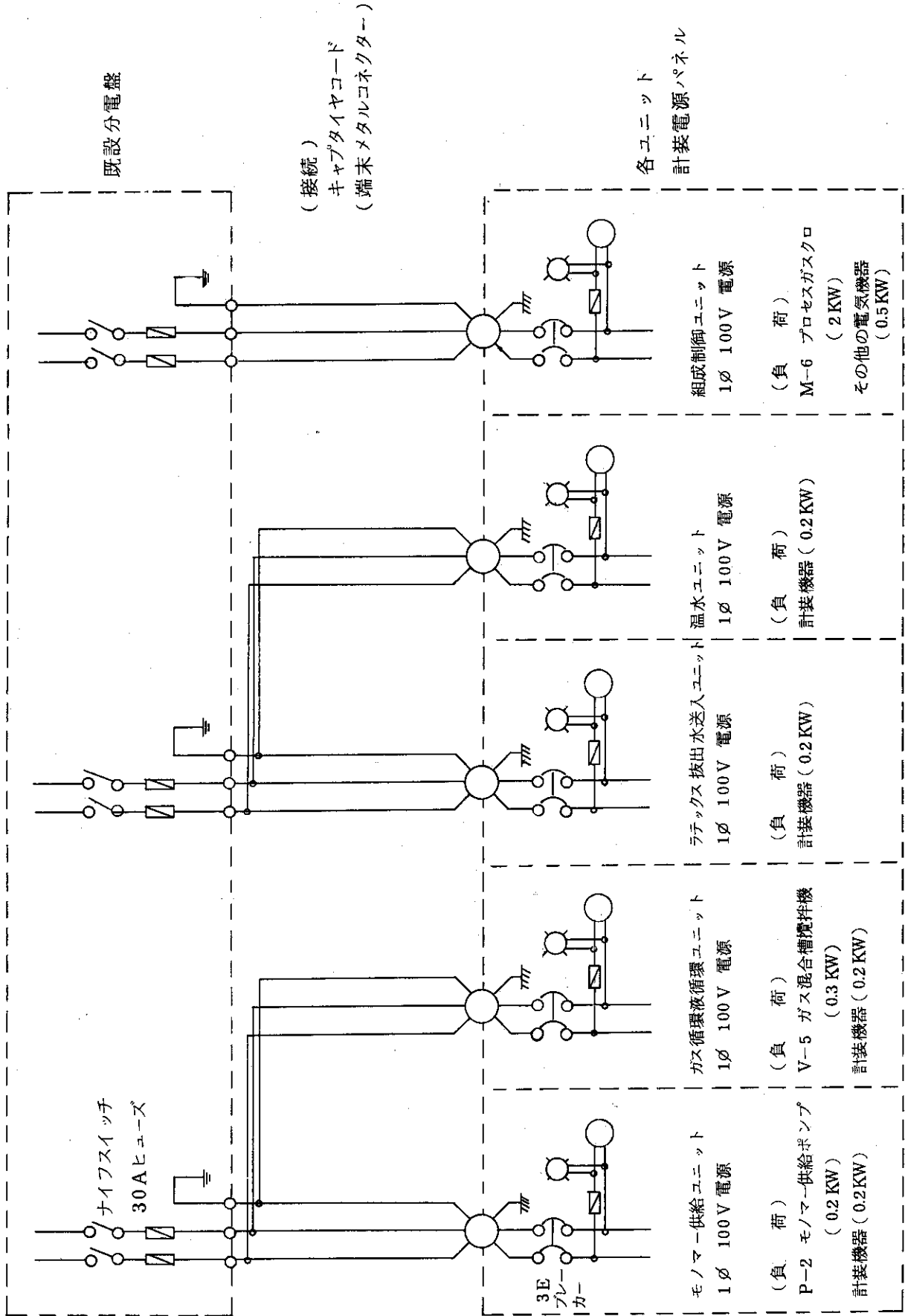


図 4 - b 電気配線計画図 (1)

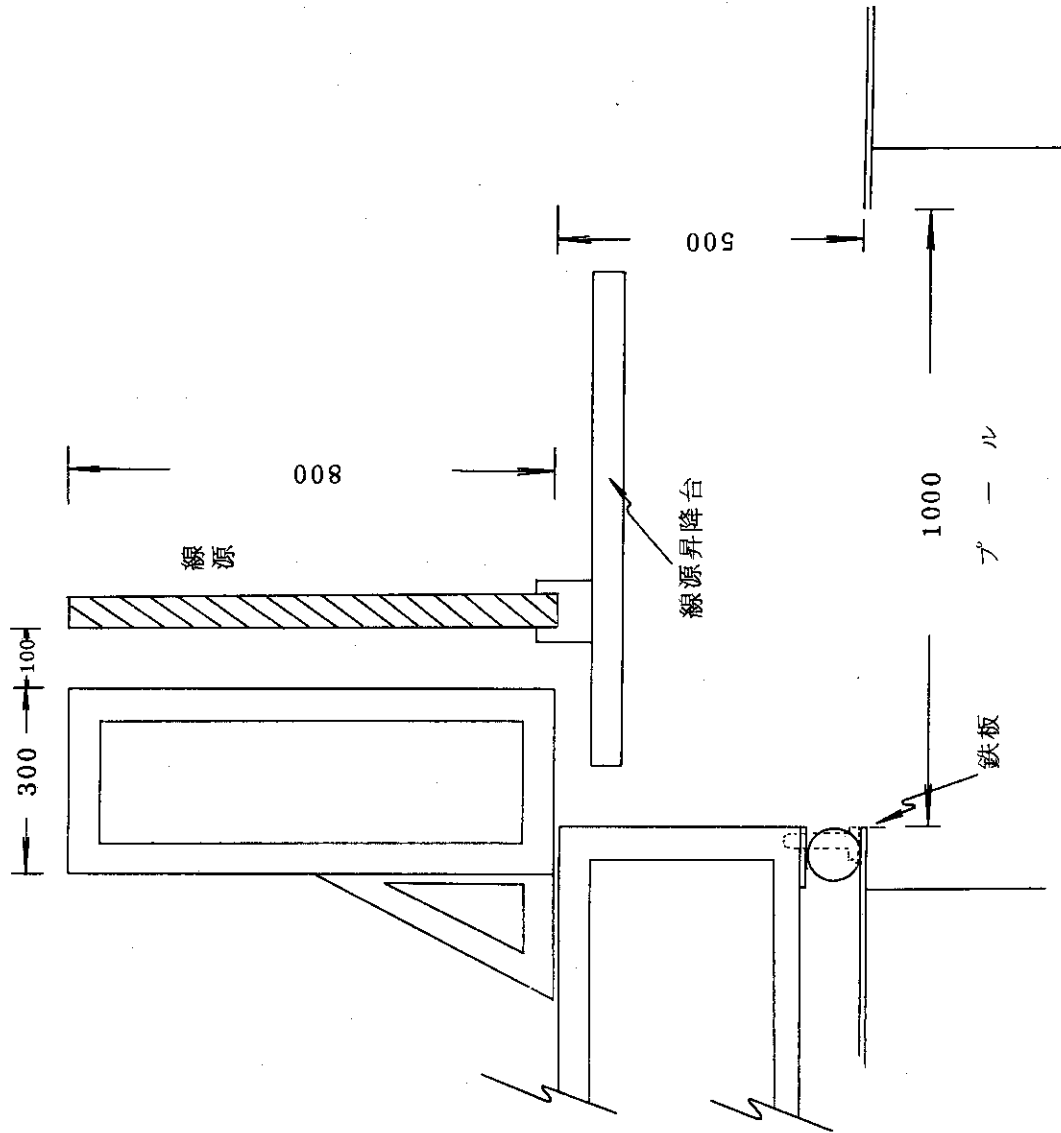


図5 反応器架台と線源昇降台との位置関係

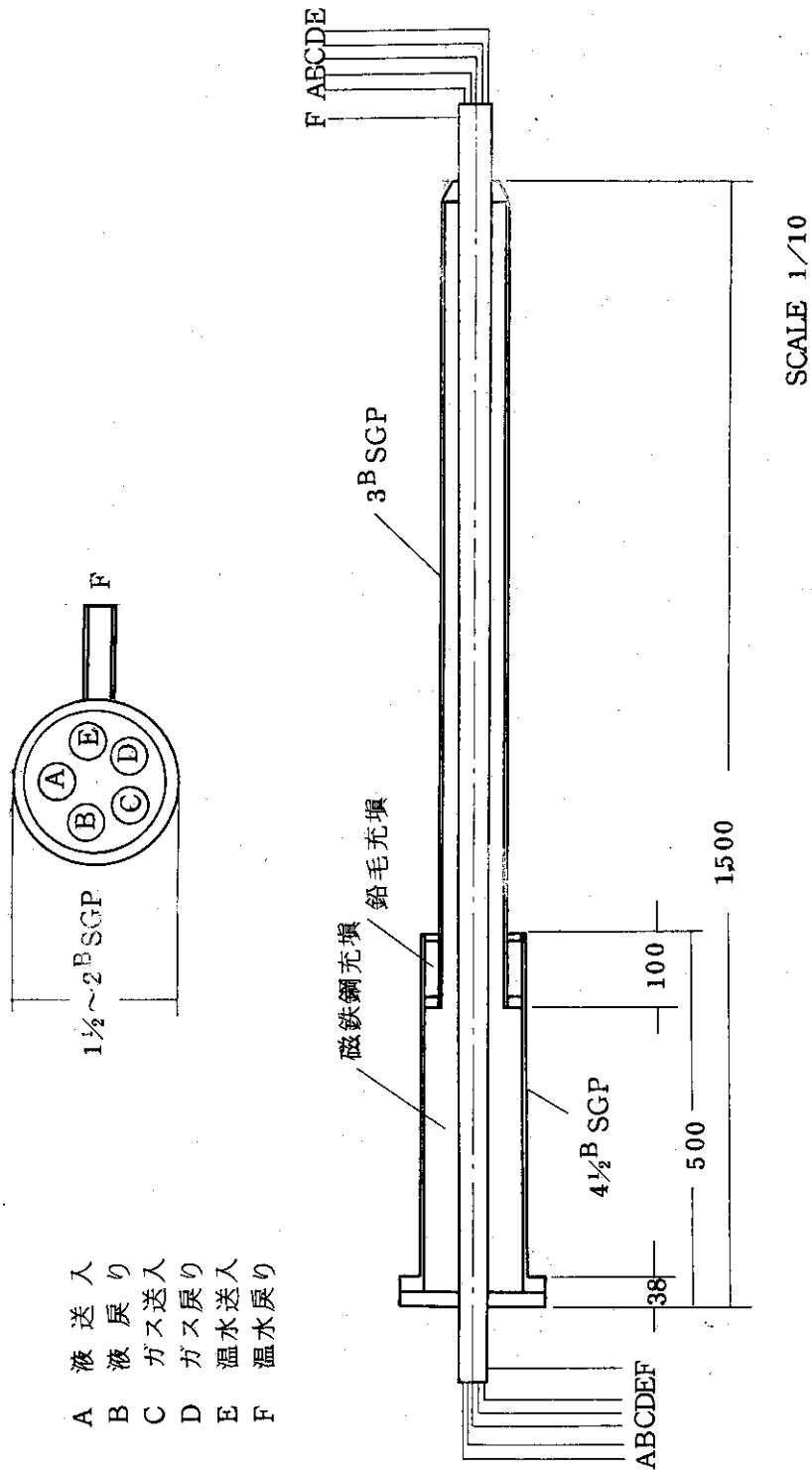


図6 スリープ内配管計画図

7. モノマーの性質

7.1 テトラフルオロエチレン (C_2F_4 : TFE)

7.1.1 物理的性質

TFEの物理的性質を表1に示す。

TFEの温度-蒸気圧の関係を図7に示す。

TFEの温度-液体密度の関係を図8に示す。

7.1.2 化学的性質(主として爆発性, 毒性を中心にして)

TFEとアルケンの化学的性質の比較を表2に示す。¹¹⁾

TFEは空气中で燃焼して CF_4 , CO_2 それに若干の COF_2 を生成し酸素と共重合して爆発性のポリパーオキサイドを生成する。¹²⁾ また, 光あるいはX線により, TFEは酸素と反応して緩やかにテトラフルオロエチレンエポキサイド $\begin{array}{c} CF_2 - CF_2 \\ \diagdown \quad / \\ O \end{array}$ を生成する。TFEは室温ではゆっくりと $500^\circ C$ では急速に重合してパーフルオロシクロブタン $CF_2 - CF_2 - CF_2 - CF_2$ を生成する。 $600 \sim 700^\circ C$ に加熱すると一連の発熱反応が起り, パーフルオロシクロブタン, ヘキサフルオロプロピレン, およびパーフルオロイソブチレンを生成する。

TFEは, 適当な条件下では(例えば, セリウム/マグネシウム導火線で熱的に開始させると), 空気がなくても爆発し, 高発熱反応でCと CF_4 を生成する($\Delta H_{298} = -65.9 \text{ kcal/mole}$, あるいは -65.9 cal/g)。この値は気体のTFEと CF_4 の生成熱(それぞれ, $\Delta H_{298} = -151.9, -217.8 \text{ kcal/mole}$)から計算したものである。TFEは大気圧では爆発しないが, 容器の負荷密度(容器の ml 当りのTFEの g 数)が増すにしたがい激しく爆発する。測定例を表3, 4に示す。¹²⁾

TFE爆発の原因には"hot-spot"(局部発熱)が挙げられる。これは重合発熱反応(-41 kcal/mole)をコントロールできなくなったときに起る。これがさらにCと CF_4 への分解発熱反応(-65.9 kcal/mole)を爆発的に引き起す。もしも, 暴走重合反応がポリマーの大きな塊りの中で起ると爆発する。これはPTFEの熱伝導度が小さいためである。TFEの爆発開始温度はおよそ $600 \sim 800^\circ C$ である。

液体TFEの爆発事故を防止する方法は酸素を除去することと低温で重合反応を進めることの2つである。

TFEの安定剤としてはジペンテン, テルピノレン, α -ピネン, α -テルペンが用いられる。^{12, 13)}

TFEはエチレンよりも毒性が強い。TFE 4mole %ガス中では4hrでハツカネズミは100%死亡する(ALC 40,000 ppm)。^{12, 14)} $450^\circ C$ 以上の熱分解で生ずるヘキサフルオロプロピレンはさらに毒性が強いから注意を要する。毒性の一覧表を表5に示す。実際状況下ではラテックス中のモノマーの溶解量はラテックス濃度の増大によって増大する。その関係

を図9に示す。

今、ラテックス濃度が30%まで増大し、何らかの原因で1ℓ反応器中のモノマーガスがケーブル内に放出されたとするとモノマーガスは約60gになる。従って放出されたガスの体積は、

$$\frac{60}{90} \times 2.24 \times 10^3 = 1.49 \times 10^4 \text{ cm}^3$$

一方、ケーブルの容積は

$$450 \times 550 \times 430 = 1.064 \times 10^8 \text{ cm}^3$$

である。

この値から計算したvol%は 1.4×10^{-2} であり、TFEの燃焼限界の10~50%に比べれば殆んど問題とならない。

また濃度の点では

$$\frac{60 \times 2.24 \times 10^3}{450 \times 550 \times 430 \times 28} \times 10^2 = 0.045\%$$

$$= 450 \text{ ppm}$$

(但し空気1mole = 28gとした)

この値はALCの約1/100となり、毒性の点からも安全と思われる。特にケーブル内は換気が十分に行なわれていることから問題にならないと考えられる。

7.2 プロピレン (C₃H₆)

7.2.1 物理的性質

プロピレンの物理的性質を表6に示す。

プロピレンの温度-蒸気圧の関係を図10に示す。

プロピレンの温度-液体密度の関係を図11に示す。

7.2.2 化学的性質

プロピレンは極めて可燃性、かつ爆発性のガスである。可燃範囲は空气中2~11vol%である。プロピレンの着火温度は497°Cである。327°C, 9.95kg/cm²で爆発することが知られている。¹⁵⁾

プロピレンは毒性はほとんどないが、窒息性かつ摩酔性のガスである。¹⁵⁾

その他のプロピレンの化学的性質は多くの解説書があるので省略する。

7.3 テトラフルオルエチレン・プロピレン混合物

7.3.1 物理的性質

TFE・プロピレン混合物の温度-蒸気圧の関係を図12に示す。図12は-30~30°Cにおける飽和蒸気圧を示す。

TFE・プロピレン混合物の温度-液体密度を図13, TFE・プロピレン混合物の種々の負荷密度における温度-圧力の関係を図14~18に示す。

7.3.2 化学的性質

TFE・プロピレン混合物は放射線あるいは触媒によって共重合する。種々のモノマー組成下で生成する共重合体の組成を図19に示す。^{16,17)} TFE 10~90mole%のモノマー組成範囲ではほぼTFE単位/プロピレン単位=1の共重合体が生成する。重合速度はTFE濃度が大になるにしたがい大きくなる。プロピレンが存在する限り、TFEの単独重合は起らない。(図20-a~図20-b参照) しかし、何らかの理由から反応系のプロピレンが消費され、TFEの単独重合が起ったとすると、その重合熱は41kcal/moleであることから温度の上昇がみられる。今、ラテックス濃度が30%, $C_2F_4/C_3H_6 = 90/10$ であるとき、1ℓの反応器を使用したとすればTFEは約1/2モル(50g)存在することになる。従ってTFEの単独重合により放出される熱量は約20kcal, 現実には乳化重合にあつては水を媒体としていることからこの熱量は全て水に吸収され、約20°Cの温度上昇を伴い80°Cで反応を行っていたとしても最高100°Cになるだけで、モノマーガスは完全に消費されるため圧力の急激な増大はみられないと思われる。又安全弁が作動したとしてもパージラインが完全に閉塞されるとは考えられない。

7.4 モノマー混合ガスの圧力

20ℓのボンベにTFE及びプロピレンの等モル混合物を入れ、70°C, 100°Cにおける圧力を各々算出し、混合モノマー量と圧力の関係を図21に示す。

20ℓの反応器に80モルづつ入れた場合について計算式を示す。

$$\bar{T}_c = 63^\circ\text{C} (336\text{K})$$

$$\bar{P}_c = 43 \text{ kg/cm}^2$$

$$V = \frac{60}{160} = 0.125 \text{ (C/mol)}$$

$$V_{ci} = R \frac{\bar{T}_c}{\bar{P}_c} = 0.0821 \times \frac{336}{43} = 0.641$$

$$V_{ri} = \frac{V}{V_{ci}} = 0.195$$

$$70^\circ\text{Cの場合} \quad T_r = \frac{T}{T_c} = 1.03$$

$$V_{ri} \text{ 線図より} \quad P_r = 1.5,$$

よって求める圧力は $P = \bar{P}_c \times P_r = 66.7 \text{ (kg/cm}^2)$ 100°Cの場合、同様にして $P = 107 \text{ (kg/cm}^2)$ 。

表1 テトラフルオロエチレンの物理的性質
 $\text{CF}_2=\text{CF}_2$ (分子量 100.02)

		文 献
色	なし	(1)
臭	なし	(1)
沸点 (1 atm)	-76.3°C	(1), (3)
融点	-142.5°C	(1), (2), (3)
臨界温度	33.3°C	
臨界圧力	39 atm	(1), (3)
蒸気圧	-76.3~0°C $5.6210-875.14/T$ (=logp) p, s, i, a.	(1), (4)
	0~33.3°C $5.5906-866.84/T$ (=logp) p, s, i, a.	
液体密度	-100~-40°C $1.202-0.00414 t$	(1), (4)
	-40~8°C $1.1507-0.006935 t-0.0000376 t^2$	
	8~30°C $1.1325-0.002904 t-0.0002556 t^2$	
臨界密度	0.58 g/ml	(1), (3), (4)
熱伝導度 (30°C)	$0.000037 \text{ cal}/(\text{sec})(^\circ\text{C}/\text{Cu})(\text{cm}^2)$	(1), (3), (4)
透電率 (28°C)	15 psia *1 1.0017	(1), (4)
	125 psia 1.015	
298.15 °Kにおける理想気体生成熱	$\Delta H=-15.19 \text{ kcal}/\text{mole}$	(4)
298.15 °Kにおける重合熱	$\Delta H=-41.12 \text{ kcal}/\text{mole}$	(4)
1 atmの大気下における着火限界	14~43 vol%	(3), (4)

*1 p, s, i, a, =pounds per square inch absolute

表 2 Comparison of Chemistry of Alkenes and perfluoroalkenes

Reagents and conditions	Typical reaction of alkene	Typical reaction of fluoroalkene
Hydrogen catalyst	Hydrogenation $R_2C=CR_2 \longrightarrow R_2\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{C}}-CR_2$	Hydrogenation $F_2C=CF_2 \longrightarrow F_2\overset{\text{H}}{\underset{\text{H}}{C}}-CF_2$
Bromine low temp	Addition $R_2C=CR_2 \longrightarrow R_2\overset{\text{Br}}{\underset{\text{Br}}{C}}-CR_2$	Addition $R_fCF=CF_2 \longrightarrow R_f\overset{\text{Br}}{\underset{\text{Br}}{C}}-CF_2$
Hydrogen halide low temp	Addition $R_2C=CR_2 \xrightarrow{HX} R_2\overset{\text{H}}{\underset{\text{X}}{C}}-CR_2$	Reluctant Addition $CF_2=CF_2 \xrightarrow{HX} F_2\overset{\text{H}}{\underset{\text{X}}{C}}-CF_2$
Alcohol sodium alcoholate low temp	No reaction	Addition $F_2C=CF_2 \xrightarrow[NaOC_2H_5]{C_2H_5OH} C_2H_5O-CF_2-CF_2-H$
Primary or secondary amine	No reaction	Addition $F_5C=CF_2 \xrightarrow{R_2NH} R_2N-CF_2-CF_2-H$
Nucleophile X ⁻ aprotic medium	No reaction	Substitution $F_2C=CF_2 \longrightarrow F_2C=CFX$
Heat alone	May dimerize polymerize or other reaction No cyclobutane formation	Cycloaddition to form cyclobutane $2CF_2=CF_2 \xrightarrow{200^\circ} \begin{matrix} F_2 & F_2 \\ & \\ \square \\ & \\ F_2 & F_2 \end{matrix}$ (or polymerize)
Heat with diene	Diels-Alder adduct $R_2C=CR_2 + \text{diene} \longrightarrow \text{cyclohexene derivative}$	Cycloadduct and possibly Diels-Alder adduct depending on fluorocolef $CF_2=CF_2 + \text{diene} \longrightarrow \begin{matrix} F_2 & & F_2 \\ & \square & \\ F_2 & & F_2 \end{matrix}$ no $\begin{matrix} F_2 & & F_2 \\ & \square & \\ F_2 & & F_2 \end{matrix}$
Alkene treated with appropriate polymerization catalyst	Anionic or free radical polymerization	Usually free radical polymerization
Lewis acid	Ready complexing with electrons	Much more difficult to form complex with electrons
Lewis base	No ready reaction	Easy attack on CF ₂ of double bond

表3 TFEの爆発測定例 I ³⁾

反応容器の容量 240ml
 温度(初期) 0~15°C

負荷密度 (g/ml)	爆発圧力 (psia)	(kg/cm ²)	備 考
0.07	1800	127	初期圧 約14kg/cm ²
0.6	24000	1687	液相存在 容器破壊
0.8	44000	3094	
1.1	>70,000	>4922	

表4 TFEの爆発測定例 II ³⁾

反応容器の容量 38.8ℓ
 破裂板 穴径 0.087 ft² (80.8 cm²)
 圧力 550 psia (38.7 kg/cm²)
 時間 0.3~0.7 sec

負荷密度 (g/ml)	爆発圧力 (psia)	(kg/cm ²)	反撥力 (ton)
0.07	800	56	6
0.6	8,000	560	27
0.8	>20,000	>1406	55 容器破壊

表5 フッ素化合物の毒性 ⁽¹⁾

化 合 物	吸 入 毒 性
テトラフルオルエチレン CF ₂ CF ₂	ALC 40,000 ppm
ヘキサフルオルプロピレン CF ₃ CF=CF ₂	LC ₅₀ 3,000 ppm
パーフルオルイソブチレン (CF ₃) ₂ C=CF ₂	ALC 0.5 ppm
	LCT ₅₀ 3 ppm/hr
	L(ct) ₅₀ 180 ppm/min

ALC 4hr暴露時の概算到死濃度

LC₅₀ 4hr暴露時の動物の50%到死濃度

LCT 単位時間当りの動物の50%到死濃度

L(ct)₅₀ 致死毒性指数, 動物の50%到死の時間(分)で濃度(ppm)を除いたもの

表6 プロピレンの物理的性質
C₃H₆ (分子量 42.08)

		文献
色	なし	
臭	麻醉性臭	(7)
沸点 (1 atm)	-47.7°C	(3), (4)
融点	-185.25°C	(3), (4)
臨界温度	91.8°C ⁽³⁾ or 91.9°C ⁽⁴⁾	(3), (4)
臨界圧力	45.6 atm ⁽³⁾ or 45.4 atm ⁽⁴⁾	(3), (4)
蒸気圧 (70°C)	136.6 p. s. i. a. *1	(3)
液体密度 -47°C	0.6095	(4)
20°C	0.5139	(3), (4)
25°C	0.5053	(4)
気体密度 (Air=1)	60 °F, 1 atm 1.4765	(3)
比容	70 °F, 1 atm 9.06 cu. ft./lb*2	(3)
臨界密度	0.233 g/cc	(3), (4)
蒸気潜熱 (沸点)	104.62 cal/g	(3), (4)
融解潜熱 (融点)	17.05 cal/g	(3)
25°Cにおける生成熱	4,879 cal/mole	(4)
" 生成自由エネルギー	14,990 cal/mole	(4)
燃焼熱	4,949 cal/mole	(7)
発火点	410°C	(2)
蒸気比熱 (60 °F)	C _p =0.3541 BTU/lb °F*3 C _u =0.3069 BTU/lb °F C _p /C _u =1.1541	(3)
1 atmの大気下における着火限界	2.4~10.3001% ⁽³⁾ or 2.0~11.1001% ⁽⁴⁾	(3), (4)
粘度 -185°C	15	(4)
-110°C	0.44	(4)
0°C	0.0078	(3)
40°C	0.00819	(3)
表面張力 (20°C)	16.70 dynes/cm	(3)
屈折率 (-40°C)	1.3567	(3)
Van der Waals 定数	(P+a/v ²)(v-b)=RT (atm, liter, mole 単位) a=8.379 b=0.08272	
溶解度 (20°C, 大気圧, ml gas/100ml solvent)		(4)

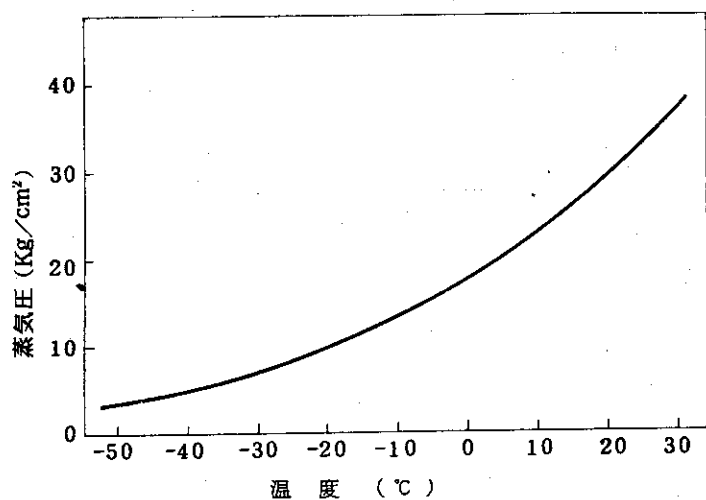


図7 TFEの温度-蒸気圧の関係(1), (4)

液体密度 ; Encyclopedia of Chemical Technology, 9, 807 (1968)
 蒸気密度 ; Vri 線図より推算

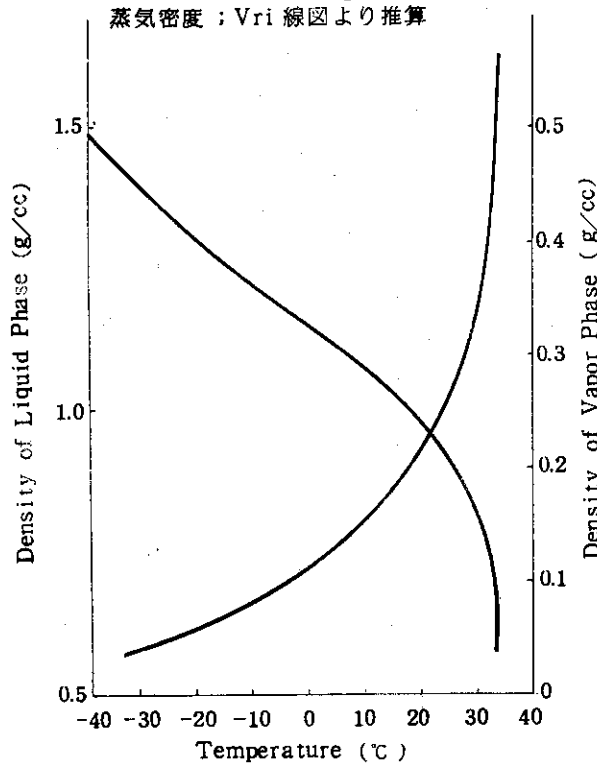


図8 四フッ化エチレンの密度

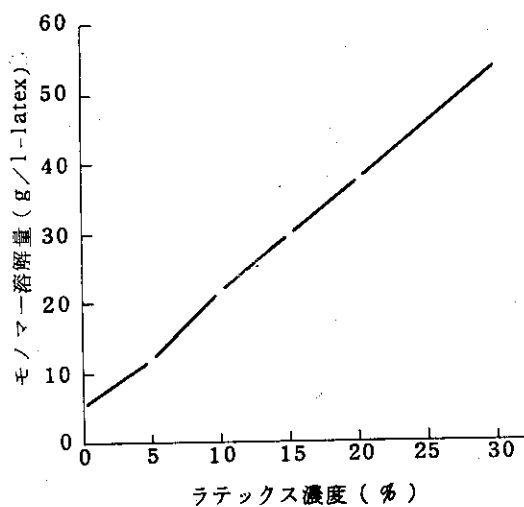


図9 ラテックス中のモノマー溶解量
 (C₂F₄/C₃H₆=90/10 P=30kg/cm² Av. M.W=90)

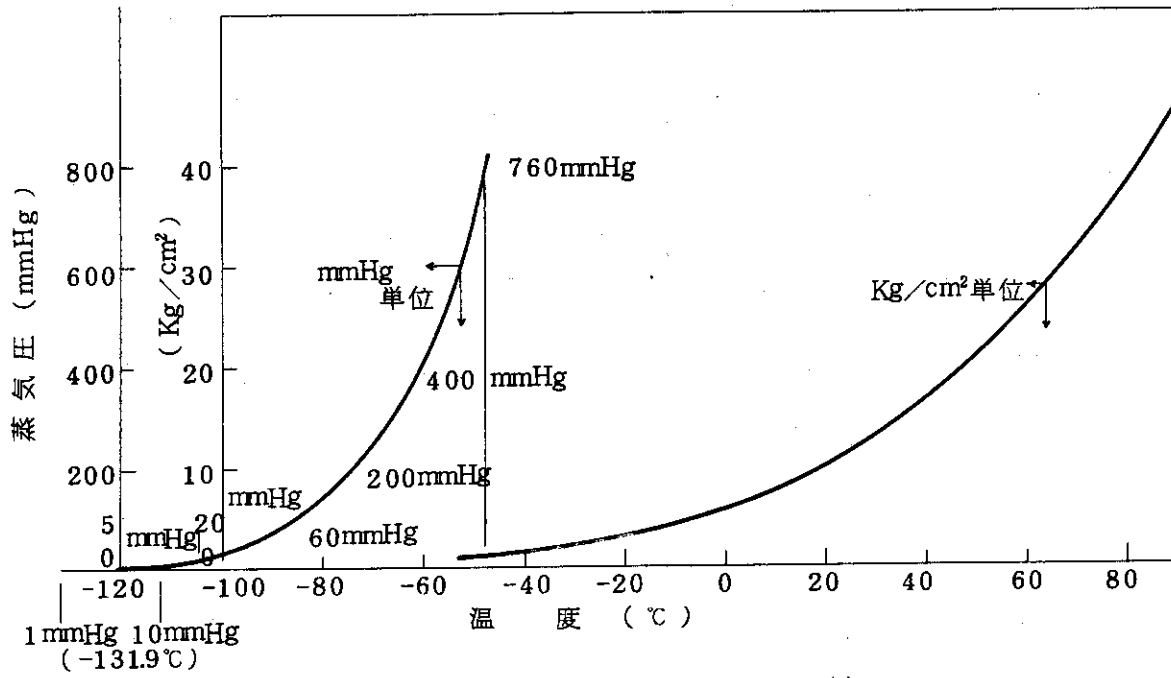


図 10 プロピレンの温度 - 蒸気圧の関係⁽⁷⁾

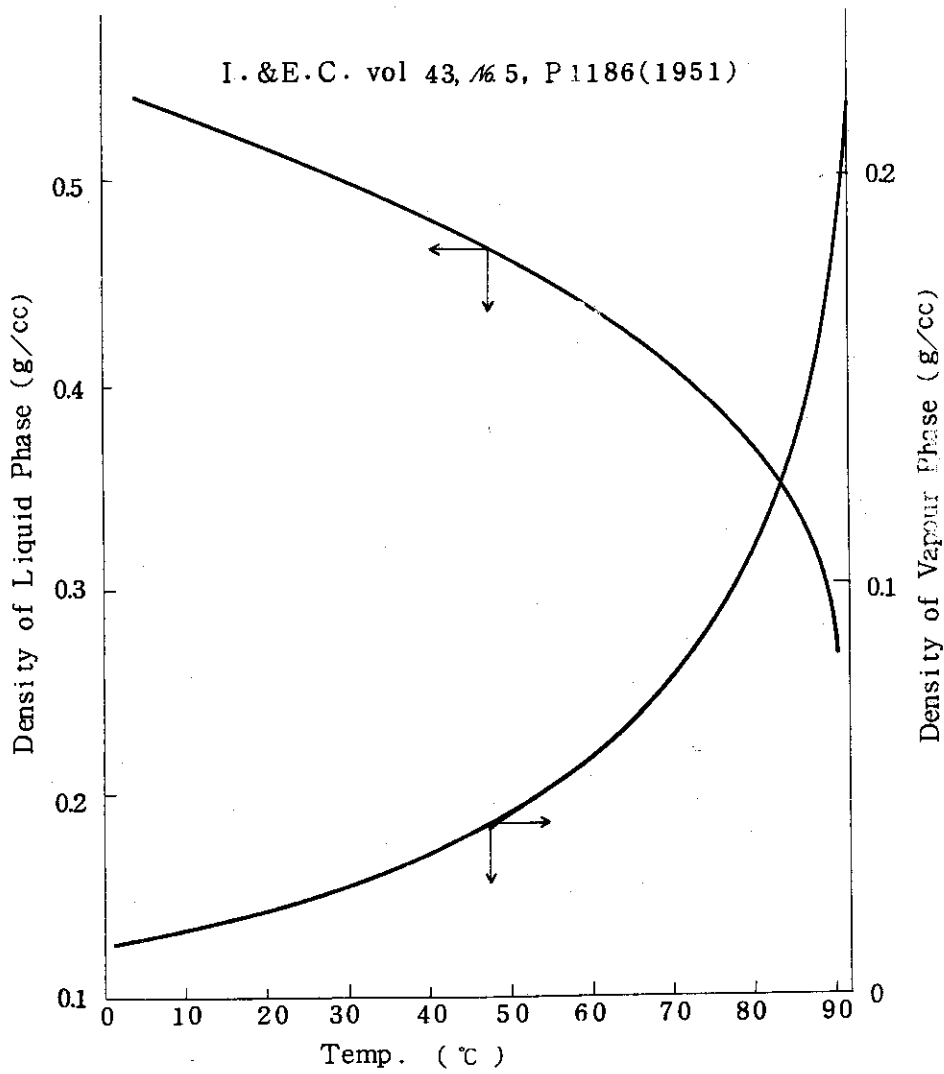


図 11 プロピレンの密度

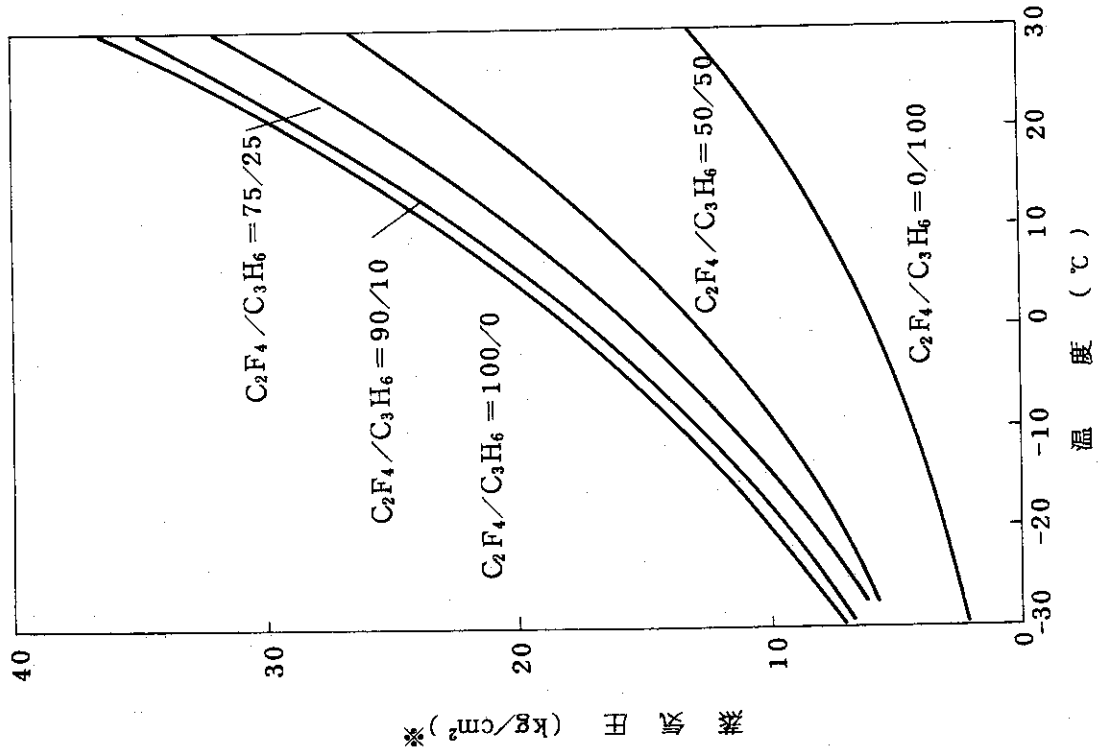


図12 TFE-プロピレン混合モノマ-の蒸気圧

* ゲージ圧, 100ml オートクレーブ

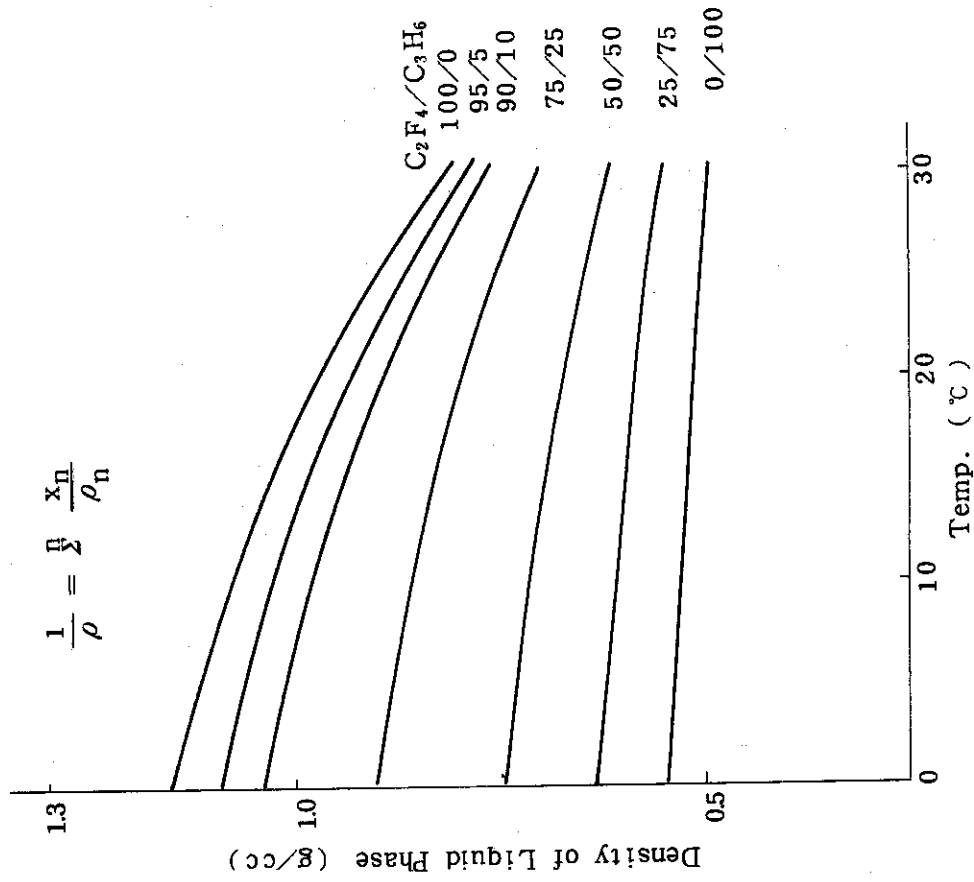


図13 C₂F₄-C₃H₆の液体密度

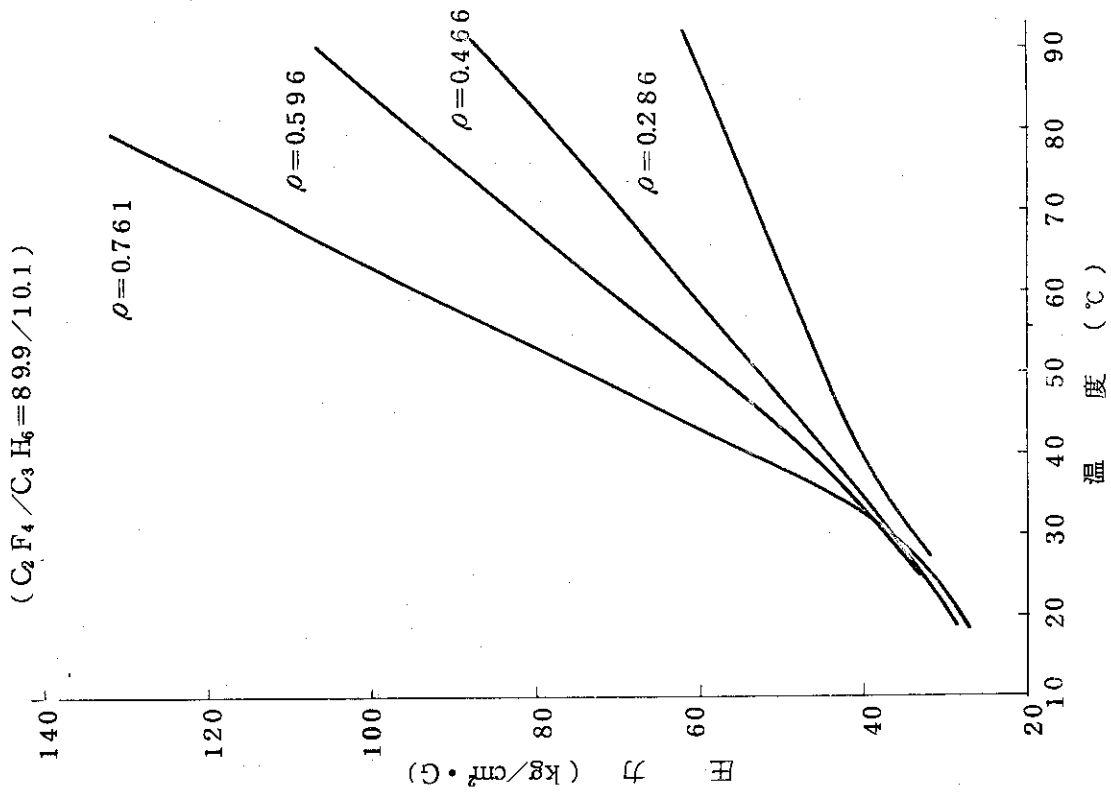


図 15 混合気体の温度-圧力の関係

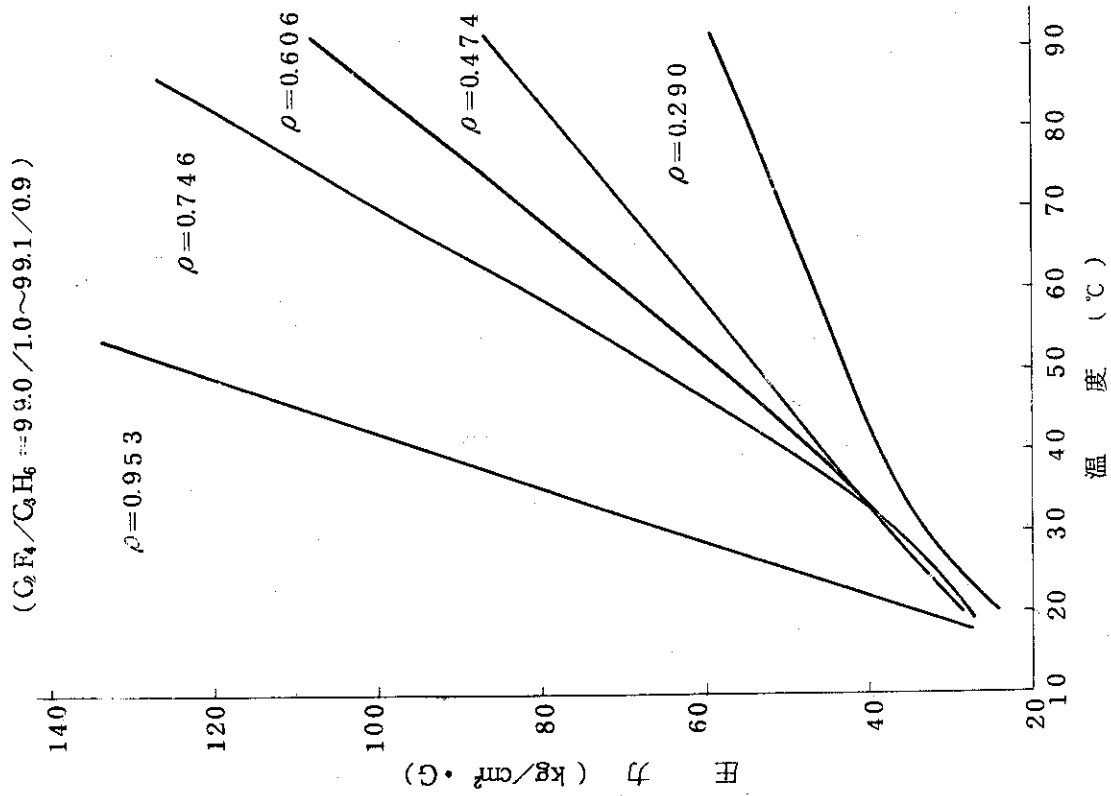


図 14 混合気体の温度-圧力の関係

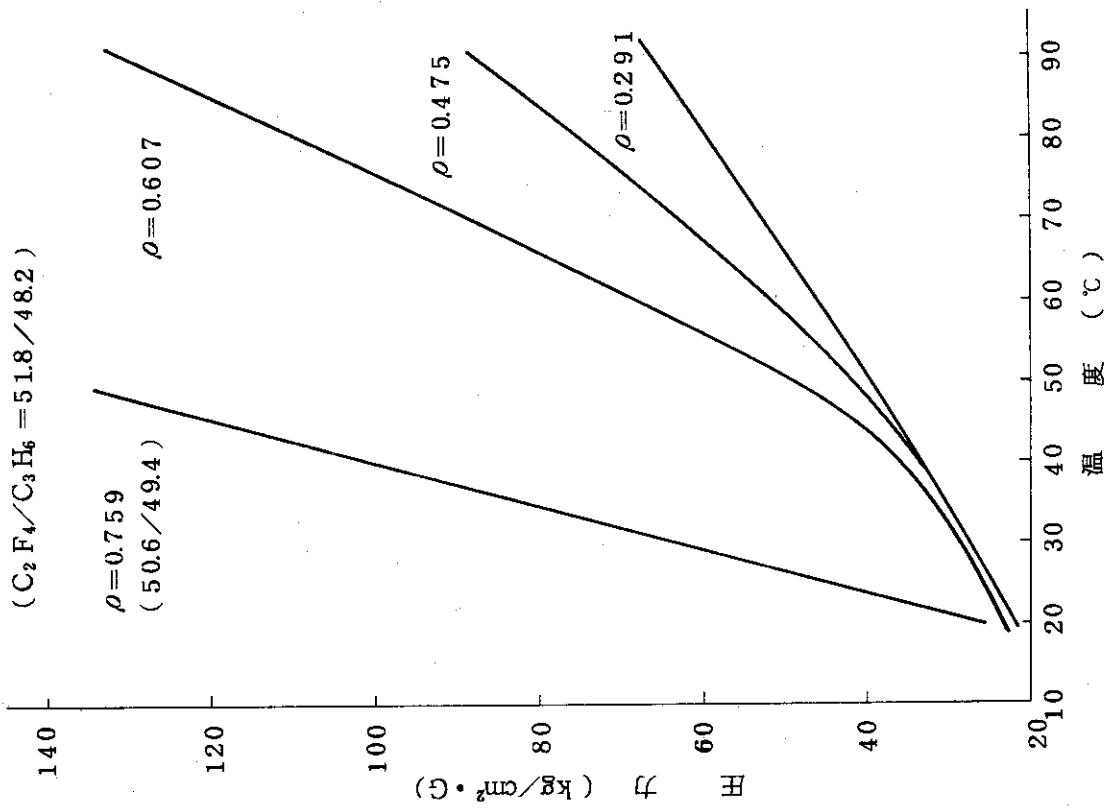


図 17 混合気体の温度—圧力の関係

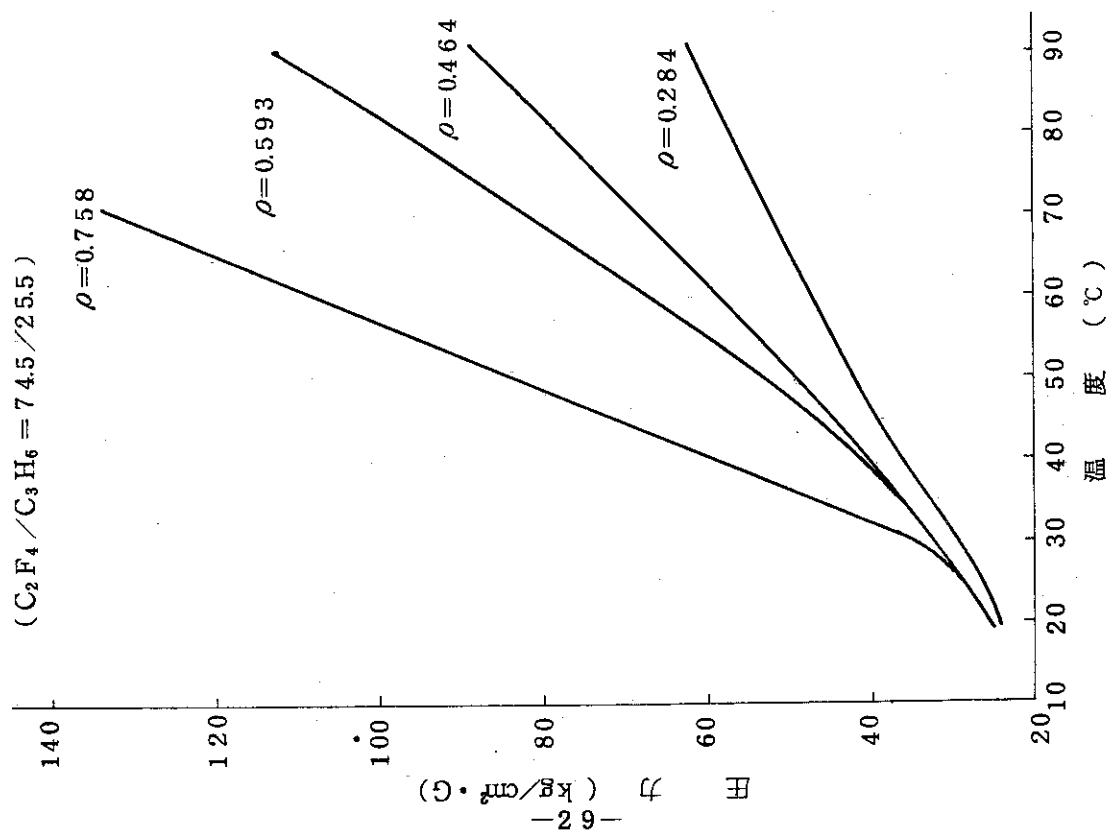


図 16 混合気体の温度—圧力の関係

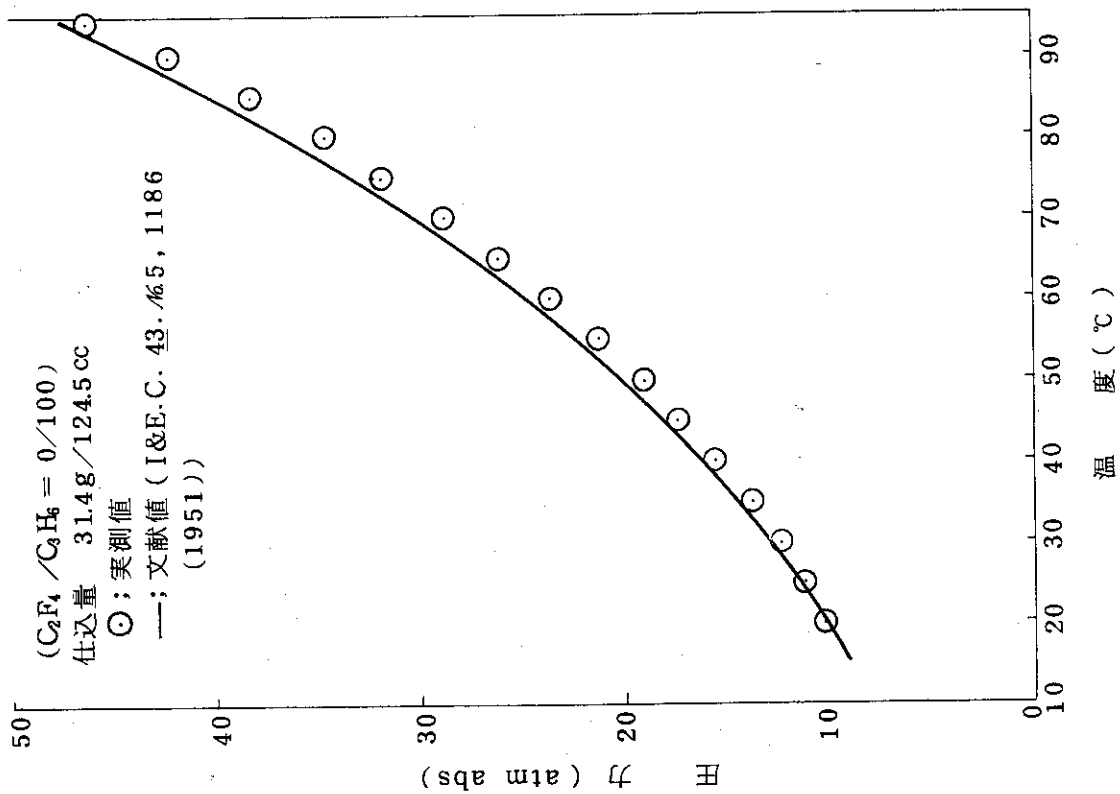


図18 プロピレンの温度と圧力との関係

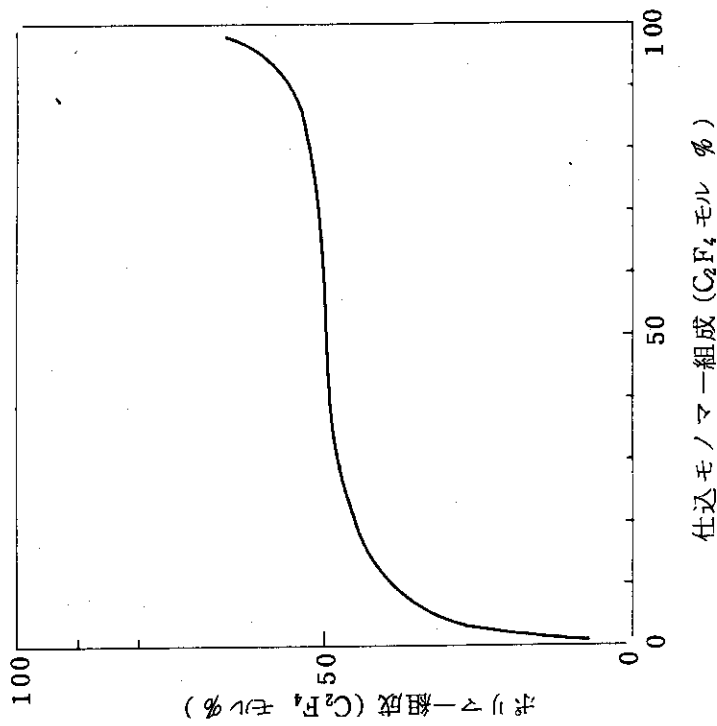


図19 仕込モノマー組成とポリマー組成の関係

H_2O , 100g; FC-143, 3.0% vs H_2O ; モノマー 84g;
 攪拌速度 800 rpm; 照射温度, 室温; 線量率
 5×10^4 R/hr

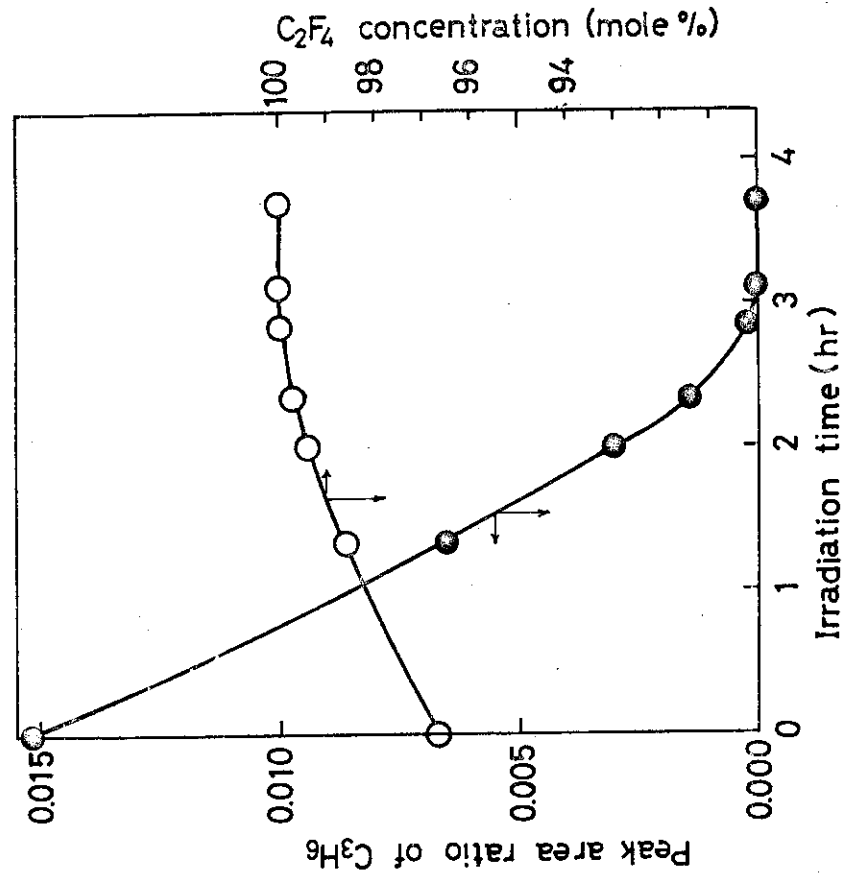


Fig. 20・b 照射時間とモノマー組成の関係

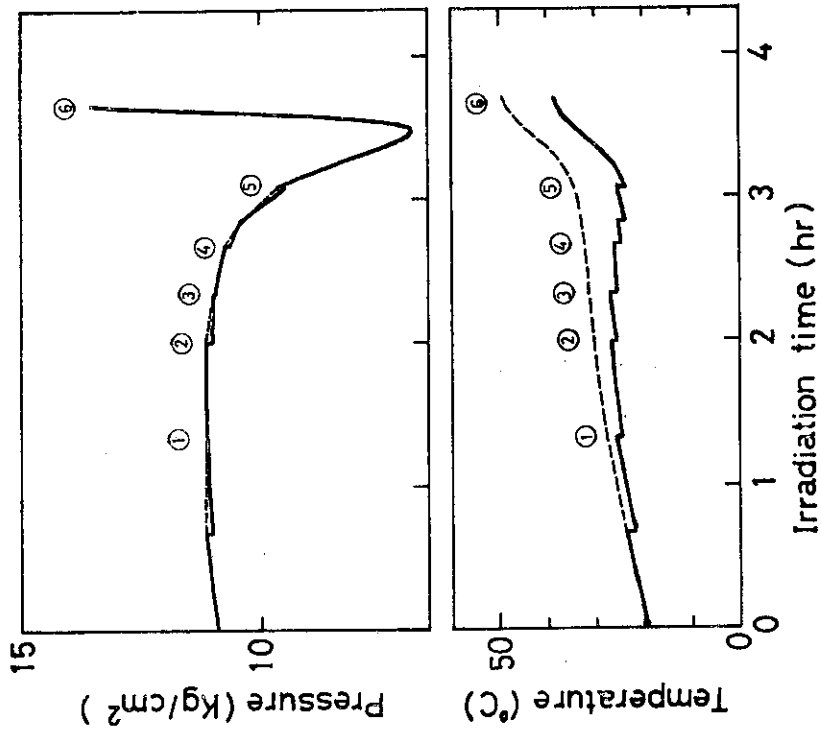


Fig. 20・a オートクレーブ内の温度と圧力の変化

①～⑥はそれぞれ Fig. 5 の①～⑥に対応する。
 ⑥における圧力の急上昇はポリテトラフルオルエチレンの附着による圧迫が原因と考えられる。

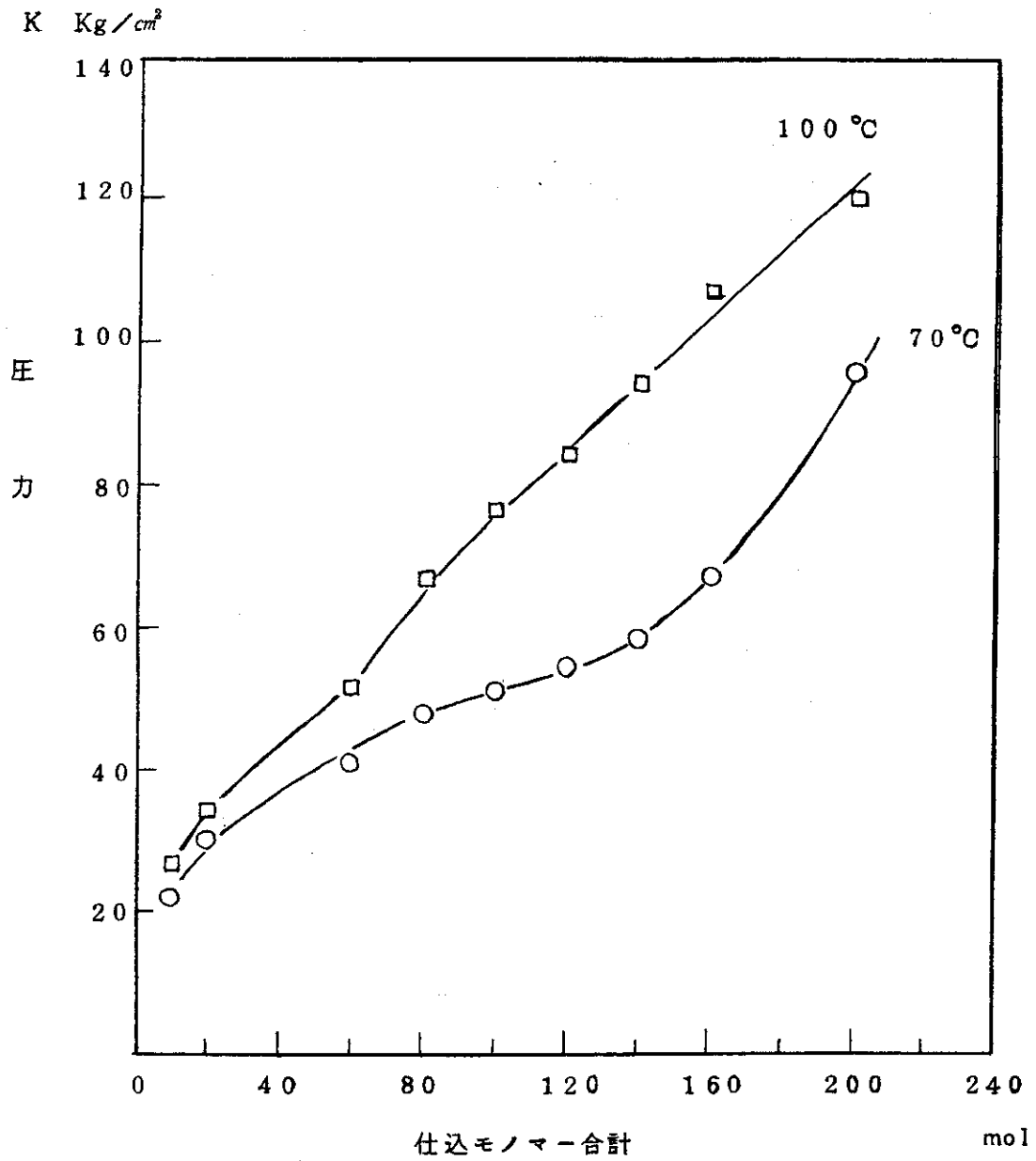


図 21 20ℓポンベに仕込んだモノマー量 (TFE, Prop 等量) と圧力の関係図

8. 排出能力の算出

排気能力は排気ガスの温度により異なるので、まず排気が起る情况进行える。

8.1 実験状況

初期仕込み 水 20ℓ
TFE 150g (15mol)
Prop. 210g (5mol)

定圧仕込み TFE/Prop. =1/1

生成する共重合体はTFE/Prop=1であり、共重合速度は比較的小さく、重合熱による系内の温度上昇も極めて少ないので、Prop. が存在するかぎり、反応系は安全である。所が何らかの理由で反応系のProp. が消費つくされ、TFEの単独重合が生起するとこれはかなり速い速度で進行し、かつ重合熱も大きい(41kcal/mol)そのため温度、圧力が上昇しついに安全弁より吹き出すに至る。

そこで仮想状況として、10ℓの空間に15molのTFEのみが存在して重合熱を他に伝える事なしにTFEの温度、ひいては圧力が上昇し、80kg/cm²で安全弁より排出されると考える。

この時の気体の温度を求める。

$$\begin{aligned}
 T_c &= 33.3^\circ\text{C} & T_c &= 33.3^\circ\text{C} \quad (306^\circ\text{K}) \\
 P_c & & P_c &= 402\text{kg/cm}^2 \\
 V & & V &= 10/15 = 0.667 (\text{ℓ/mol}) \\
 V_{ci} &= R \cdot T_c / P_c \\
 & & &= 0.082 \times 306 / 40.2 \\
 & & &= 0.625 \\
 V_{ri} &= V / V_{ci} \\
 & & &= 1.07 \\
 P_r &= P / P_c \\
 & & &= 80 / 40.2 = 1.99 \\
 V_{ri} \text{ 線図より相当する } T_r & \text{ は} \\
 T_r &= 2.4 \\
 \text{よって } T &= T_r \cdot T_c \\
 & & &= 2.4 \times 306 = 734^\circ\text{K} \\
 & & & \quad (461^\circ\text{C})
 \end{aligned}$$

8.1.1 バネ式安全弁の排出能力

T F Eが461°Cで排出する際の排出能力を計算する。

吹出量W (kg/hr)は

$$W = 230A(P+1)\sqrt{M/T}$$

M:分子量

P:ガスの圧力 (kg/cm²)

T:ガスの温度 (°K)

A:安全弁の有効面積 (cm²)

D:安全弁の口径 (cm)

ℓ:安全弁のリフト (cm)

但し

$$A = 222 \times D \times \ell \text{ である。}$$

$$\begin{aligned} A &= 222 \times 0.5 \times 0.125 \\ &= 0.138 \end{aligned}$$

従ってWは

$$\begin{aligned} W &= 230 \times 0.138 \times (80+1) \times \sqrt{100/734} \\ &= 257 \times 10^3 \times \sqrt{0.145} \\ &= 1190 \text{ (kg/hr)} \\ &= 330 \text{ (g/sec)} \end{aligned}$$

8.1.2 破裂板式安全弁の排出能力

前と同様の条件で破裂板が破裂した状態での排出能力を算出する。なお破裂板の有効径は20mmである。

$$\begin{aligned} W &= 230A(P+1)\sqrt{M/T} \\ W &= 230 \times 3.14 \times 81 \sqrt{100/734} \\ &= 5.85 \times 10^4 \times 0.462 \\ &= 2.70 \times 10^4 \text{ (kg/hr)} \\ &= 7.5 \text{ (kg/sec)} \end{aligned}$$

8.1.3 パージラインの背圧の計算

吹き出し量7.5 kg/secの時, パージライン中の線速は

$$u = W / \rho S$$

$$\rho = 0.58 \text{ g/ml (= } P_c \text{)}$$

$$W = 7.5 \text{ (kg/sec)}$$

$$\begin{aligned} S &= (27)^2 \times 3.14 \\ &= 8.47 \text{ (cm}^2\text{)} \end{aligned}$$

$$u = \frac{7.5 \times 10^3}{0.58 \times 8.47}$$

$$= 1.53 \times 10^3 \text{ cm/sec}$$

$$= 15.3 \text{ m/sec}$$

レイノズル数 Re は

$$Re = \frac{D u_p}{\mu}$$

$$= \frac{5.4 \times 1.53 \times 10^3 \times 0.58}{0.045}$$

$$= 1.06 \times 10^5 \quad (\text{乱流})$$

ここでは次式を用いて算出した。

$$\mu = \mu_0 \frac{T}{T_0}$$

$$1 + \frac{C}{T_0}$$

$$1 + \frac{C}{T}$$

$$C = T_c / 1.12$$

μ_0 は推定値である。

エチレン $\mu_0 = 0.009$

CF_4 $= 0.020$ より

TFE $\mu_0 = 0.015$ と推定を行なった。

$Re = 1.06 \times 10^5$ 故 $f = 0.0030$

管内の圧損失 ΔP は

$$\Delta P = 4f \frac{L}{D} \frac{\bar{u}^2}{2gc} P$$

$$= 4 \times 3.0 \times 10^{-3} \frac{30}{5.4 \times 10^{-2}} \frac{(1.53 \times 10)^2}{2 \times 9.8} \times 5.8 \times 10^2$$

$$= 1.2 \times \frac{3}{5.4} \times \frac{(1.53)^2}{2 \times 9.8} \times 5.8 \times 10^4$$

$$= 4.61 \times 10^4 \text{ (kg/cm}^2\text{)}$$

$$= 4.61 \text{ (kg/cm}^2\text{)}$$

ページライン末端での圧損失 ΔP は

$$\begin{aligned}\Delta P &= \bar{u}^2 \rho / 2gc \\ &= \frac{(1.53 \times 10)^2 \times 5.8 \times 10^2}{2 \times 9.8} \\ &= 6.92 \times 10^3 \text{ (kg/m}^2\text{)} \\ &= 0.691 \text{ (kg/cm}^2\text{)}\end{aligned}$$

従ってページラインにかかる背圧 P_B は

$$\begin{aligned}P_B &= 4.61 + 0.692 \\ &= 5.30 \text{ kg/cm}^2\end{aligned}$$

なおガス管は公称耐圧 15 kg/cm^2 , 水圧テスト 25 kg/cm^2 である。

9. 乳化剤の性質

乳化剤名	パーフルオロオクタン酸アンモニウム $C_7F_{15}COONH_4$ 商品記号 FC-143
性質	含フッ素アニオン乳化剤 分子量 431.0 臨界ミセル濃度 0.68 wt % vs. H_2O (0.157M) 昇華性 良溶媒：水，メチルアルコール，エチルアルコール，アセトン，酢酸， テトラヒドロフラン 毒性 未知

パーズライン末端での圧損失 ΔP は

$$\begin{aligned}\Delta P &= \bar{u}^2 \rho / 2gc \\ &= \frac{(1.53 \times 10)^2 \times 5.8 \times 10^2}{2 \times 9.8} \\ &= 6.92 \times 10^3 \text{ (kg/m}^2\text{)} \\ &= 0.691 \text{ (kg/cm}^2\text{)}\end{aligned}$$

従ってパーズラインにかかる背圧 P_B は

$$\begin{aligned}P_B &= 4.61 + 0.692 \\ &= 5.30 \text{ kg/cm}^2\end{aligned}$$

なおガス管は公称耐圧 15 kg/cm^2 , 水圧テスト 25 kg/cm^2 である。

9. 乳化剤の性質

乳化剤名	パーフルオロオクタン酸アンモニウム $C_7F_{15}COONH_4$ 商品記号 FC-143
性質	含フッ素アニオン乳化剤 分子量 431.0 臨界ミセル濃度 0.68 wt % vs. H_2O (0.157M) 昇華性 良溶媒：水, メチルアルコール, エチルアルコール, アセトン, 酢酸, テトラヒドロフラン 毒性 未知

10. 引用文献

- 1) O.Matsuda , J.Okamoto , N.Suzuki , M.Ito and Y.Tabata J.Macromol Sci. Chem. , A-8 775(1974) .
- 2) N.Suzuki , O.Matsuda and J.Okamoto. , *ibid.* , A-8 793(1974)
- 3) N.Suzuki , O.Matsuda and J.Okamoto. , J.Polym. Sci. , 12 , 2045 (1974)
- 4) O.Matsuda, J.Okamoto, N.Suzuki, M.Ito and A.Danno *ibid.* , 12 , 1871(1974)
- 5) N.Suzuki, O.Matsuda and J.Okamoto, J.Appl. Polym. Sci. , 18 2457 (1974)
- 6) N.Suzuki and J.Okamoto J.Polym. Sci. , 12 , 2693(1974)
- 7) N.Suzuki and J.Okamoto. , J.Macromol Sci. Chem. , A-9 285(1975)
- 8) O.Matsuda, J.Okamoto, Y.Tabata and S.Machi, J.Polym. Sci. , 14 , 2307(1976)
- 9) 松田, 鈴木, 伊藤, 岡本, JAERI-M 5501(1974, 1)
- 10) 松田, 岡本, 鈴木, 伊藤, JAERI-M 5593(1974, 3)
- 11) W.A. Sheppard, C.M. Sharts, "Organic Fluorine Chemistry" (1969)
- 12) Kirk-Othmer, "Encyclopedia of chemical Technology" , 9 , 807~810(1968)
- 13) 日本化学会編, 化学便頼(1966)
- 14) P.Tarrant, "Fluorine Chemistry Reviews"(1967)
- 15) The Matheson Company 編, "Matheson Gas Data Book"(1967)
- 16) O.Matsuda, J.Okamoto et al. J.Macromol. Sci. Chem. , A-8 775 (1974)
- 17) N.Suzuki, O.Matsuda and J.Okamoto *ibid.* , A-8 793(1974)