

JAERI-M

8 1 8 3

放射線乳化重合による水性塗料の開発(I)
(改質水性塗料製造試験装置の建設)

1979年3月

幕内 恵三・伊藤 洋・笠原 佑徳

片貝 秋雄・萩原 幸・荒木 邦夫

日本原子力研究所
Japan Atomic Energy Research Institute

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、複製などのお問合せは、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.

放射線乳化重合による水性塗料の開発 (I)
(改質水性塗料製造試験装置の建設)

日本原子力研究所高崎研究所開発試験場

幕内 恵三・伊藤 洋・笠原 佑作

片貝 秋雄・萩原 幸・荒木 邦夫

(1979年2月22日受理)

放射線乳化共重合による水性塗料の実用性を明らかにする目的で、改質水性塗料製造試験装置を設計、製作した。本報告は本装置設計の基本的考え方、装置の概要および運転操作手順についてまとめたものである。

本装置は、プロセスの化学工学的研究と塗料性能試験用サンプル作りのために使われ、容量70ℓの反応器とモノマー供給系、反応温度制御系、サンプリング系から構成されている。モノマーの接触する部分には全てステンレス鋼SUS 316が使われている。照射線源はCo-60であり、外部線源と内部線源による二照射方式が可能となっている。反応温度は20℃から80℃の範囲となっている。

JAERI-M 8183

Research and Development of Water-borne Paints by

Radiation-induced Emulsion Polymerization(1)

Design and Construction of the Pilot Plant

Keizo MAKUCHI, Hiroshi ITO, Yuko KASAHARA

Akio KATAKAI, Miyuki HAGIWARA and Kunio ARAKI

Pilot Scale Research Station

Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment, JAERI

(Received February 22, 1979)

To study feasibility of the radiation-induced emulsion polymerization process for preparation of water-borne paints, a pilot plant for the purpose has been designed and constructed. Described are basic ideas of the plant and its construction and operation.

The pilot plant is for chemical engineering study of the process and properties acertainment of the paints prepared with radiation polymerized emulsion. The plant consists of a reactor of capacity 70 dm^3 and three systems respectively of monomer feed, temperature control and emulsion sampling. Stainless steel 316 is used where in contact with the monomer. Irradiation with CO-60 sources can be in two alternative ways; i.e. inside and outside of the reactor. The polymerization temperature is between 20°C and 80°C .

Keywords: Water-borne Paints, Radiation Effects, Emulsion Polymerization, Pilot Plant, Design, Construction, Chemical Engineering

目 次

1.はじめに	1
2.装置製作上の前提条件	10
2.1 装置の製作目的	10
2.2 設計の基本方針	10
2.3 実験条件範囲の設定	11
3.概念設計	14
3.1 設計条件	14
3.2 反応器型式と反応方式の検討	14
3.3 照射方式の検討	15
3.4 反応器の容積についての検討	15
3.5 反応器材質の検討	15
3.6 反応器攪拌機の所要動力の計算	16
3.7 反応熱の除熱能力計算	17
3.8 暴走反応の緊急停止対策	18
3.9 単体機器の概念設計	20
3.9.1 反応器本体	20
3.9.2 モノマー混合槽	21
3.9.3 反応温度調節系	21
3.9.4 サンプリング装置	21
3.9.5 緊急反応停止系	21
3.10. 操作の概要	22
4.装置の概要	32
4.1 装置の構成	32
4.2 フローシートおよび配置図	32
4.3 配管・配線図	32
5.装置の運転操作手順	70
5.1 装置運転上的一般的注意事項	70
5.2 運転準備	70
5.3 運転	73
5.4 運転停止	79
5.5 異常時対策	80
様式第1 運転計画書	82
様式第2 チェックリスト	84
引用文献	87

CONTENTS

1.	Introduction	1
2.	Requisite for Construction of Pilot Plant	10
2.1	Purpose of construction	10
2.2	Fundamental idea for design	10
2.3	Determination of experimental conditions	11
3.	Conceptional Design	14
3.1	Design basis	14
3.2	Type of reactor and polymerization method	14
3.3	Type of irradiation method	15
3.4	Capacity of reactor	15
3.5	Materials for reactor	15
3.6	Power for reactor stirrer	16
3.7	Removal of heat of reaction	17
3.8	Stopping method of abrupt reaction	18
3.9	Conceptional design of units	20
3.9.1	Reactor	20
3.9.2	Mixing tank of monomers	21
3.9.3	Reaction temperature control	21
3.9.4	Sampling	21
3.9.5	Counterplan against emergency	21
3.10	Outline of operation	22
4.	Outline of pilot Plant	32
4.1	Component of Pilot Plant	32
4.2	Process flow sheet and assembly layout	32
4.3	Utility flow sheet	32
5.	Operation Manual	70
5.1	General	70
5.2	Arrangements	70
5.3	Reaction	73
5.4	Shutdown	79
5.5	Emergency	80
Supplement 1	Operation programme	80
Supplement 2	Checking list	84
References	87

1. はじめに

日本塗料工業会の塗料需要見通し¹⁾によると、昭和53年度の塗料総生産量は表1および表2に示したように139万トンを推定されている。この大部分は有機溶剤を使った塗料であり、表3の所要原料数から明らかなように約60万トンの有機溶剤が大気中に放出されることになる。表4に溶剤の内訳を示した。このため大気汚染防止および石油資源の節約という社会的要請から、有機溶剤を使わない無公害・省資源型塗料の開発が進められている。原研はこの一環として、すでに放射線を用いた電子線キュアリング塗料（EBC）の開発を行ったが、EBCは電子線加速器のない場所に塗装できないという欠点があるため、広く普及するまでには至っていない。

水系塗料のうちエマルションペイント（以下、水性塗料と称する）は有機溶剤の含有量が比較的少なく、また使いやすいため無公害・省資源塗料として最も有望視されている塗料である。しかし、従来の熱触媒法による水性塗料は有機溶剤を溶媒とした従来の塗料に比較すると、耐水性、光沢、耐薬品性、堅牢性などの塗膜性能が著しく劣り、その改善が塗料業界の重要な研究課題となっている。このような動向に対応して、原研では溶剤型塗料と置き換える高性能水性塗料の開発にあたっている。これまでの研究成果をまとめると次のようになる。

水性塗料は数千Åのポリマー粒子が水に分散したエマルションに顔料およびその他の添加剤を混合して作られる。したがって、水性塗料の塗膜性能はポリマー粒子の性質に依存するが、ポリマー粒子の性質は放射線によって改質することができる。例えば、エマルションに放射線を照射すると、エマルションの粘度や造膜性などの性質は変らず、乾燥後は均一透明な皮膜を形成するが、この皮膜は照射前に比較して耐溶剤性や機械的強度などがすぐれていることが見出された。特に、図1に示したように、皮膜の耐水性をあらわす吸水率は放射線照射によって向上した。このような皮膜物性の改善は、エマルション粒子内のポリマーが放射線で橋かけしたことによるものである。また、この粒子内橋かけは、加熱乾燥時に粒子間が化学結合する熱硬化性の水性塗料の塗装工程の省エネルギー化に有効であることも見出された。表5にはこの効果を皮膜の耐溶剤性の変化から示した。エマルションに3 Mrad以上照射して粒子内をあらかじめ橋かけすることによって、乾燥温度を160°Cから130°Cまで30°Cも低くできることが明らかである。

しかし、水性塗料で問題となる皮膜耐水性は、エマルション中の電解質濃度に強く依存するため、従来の熱触媒エマルションでは、放射線による改質にも限界があり、吸水率を5%以下にするのは困難であった。これは、過硫酸塩触媒を用いる通常の乳化重合では、触媒の未分解物や副分解生成物あるいは高温重合中に生成するモノマーおよびポリマーの加水分解物によって、エマルション中の電解質濃度が高くなるためである。これに対し、無触媒・低温重合である放射線乳化重合では、エマルション中の電解質濃度を低く抑えることができ、図2に示すように、皮膜吸水率の低いエマルションが得られる。

また、放射線乳化重合では内部が高度に橋かけした微小粒子が生成し、水溶性ポリマーの生成量が少ないなどの特徴が見出されている。現在、これらの特徴が効果的にあらわれる水性塗料として、熱硬化性水性塗料の開発を進めている。この場合、放射線重合エマルションに適した各種添加剤の選択が重要な研究課題であり、顔料混和性などについて今後詳細な検討を行う必要があるが、

塗膜の機械的強度などのすぐれた塗料が得られつつある。

放射線化学プロセスの実用性については、従来より熱触媒法との競合が問題となっており、放射線を用いた有機合成反応あるいは重合反応の実施例は少ない。放射線プロセスが企業化される条件として次の二つがあるといわれている²⁾。

- (1) 放射線法以外の方法では不可能もしくは非常に困難なプロセスであること。
- (2) 最終製品が高い機能と性能をもつ付加価値の高いものであること。

先に述べたように放射線乳化重合による水性塗料の製造プロセスは、これらの2つの条件を満足するものであり、有望なプロセスであると思われる。このような判断のもとに、放射線法水性塗料の実用性を試験するため、改質水性塗料製造試験装置（以下、装置と略記する）を設計・製作することになった。改質水性塗料製造試験装置の改質という文字は、第4開発室のテーマ名であるプラスチックの放射線改質技術の開発にちなんで付けたものであり、装置の実体は放射線乳化重合反応装置である。この装置の設置目的は次の二つである。

- (1) 放射線乳化重合はスケールアップが可能であること、すなわち工場規模での生産が可能であることの実証。

(2) 放射線法水性塗料性能試験用サンプルの大量生産

放射線乳化重合による水性塗料の実用性試験は、すでに1967年から1968年にかけて米国のニュートロン・プロダクツ社が実施している³⁾。ニュートロン・プロダクツ社の放射線乳化重合装置はパイプリアクター型であり、回分式と半回分式、連続式の三重合様式が可能となっている。装置の大部分は照射室外にあり、反応液のみが照射室のパイプを循環するシステムである。装置のフローシートを図3に示す。このプラントは商業プラントへのスケールアップが容易に行える規模である。用いてる材料は現行の商業プラントと同一である。また、モノマー類も市販品を用い、特に精製したり、特別の配合処方を工夫することはない。

このパイロットプラントを用いてニュートロン・プロダクツ社は塗料性能試験とコスト計算を行なっている。まず、塗料性能については、表6に示すような配合により、回分式乳化重合を行うと、表7に示す性能の塗料が得られている。比較品に選ばれたのは触媒法の市販品の最高品質のものである。また、連続式乳化重合では3日間の連続運転を行なっており、表8に示したような塗料が得られている。いずれの場合も、塗料性能は市販品と大差ないが、放射線法で特にすぐれているのはエナメルホールドアウトである。この性能がすぐれていると、塗料中へ多量の顔料を加えられるし、高価な顔料の代替品を增量することもでき、1ポンドあたり2セントに相当する経済性が期待できる。

一方、放射線法と触媒法のコスト比較では、年産6750, 11250, 22500および45000トンのプラントを想定し試算している。その結果を表9に示した。これは放射線法も触媒法も工業規模では差がないという重要な結論を示している。

以上の結果からニュートロン・プロダクツ社は、放射線乳化重合によって商品価値の高いエマルションを工業的に生産することは実現可能であるとしている。しかし、プロセス的には二つの大きな問題が残されており、このため放射線乳化重合プロセスが今なお米国において実用化されていないと考えられる。この二つの問題というのは、末反応モノマーの残存と配管内へのポリマ

の凝固付着である。この二つの問題は、いずれもパイプライアクターを用いているところに原因があると思われる。現在実施されている触媒法乳化重合は、すべて槽型反応器を用いており、管型反応器の使用は技術的に多くの問題があるといわれている。放射線乳化重合の場合、照射室をコンパクトにし遮蔽のコストを低くするためには、管型反応器が有効であろうが、そのためには装置に関する検討が不可欠である。しかし、ニュートロン プロダクツ社は、これらの基礎的な検討を行なわず、パイロットプラントを製作している。また、同社の基礎研究不足は、乳化剤の選定とモノマー配合にも見られる。これまでの第四開発室の経験によれば、触媒法と放射線法は重合中の安定性や生成物の機械的安定性が異なるため放射線乳化重合に適した乳化剤の選定とモノマー配合に関する研究が必要である。ところが、同社は触媒法の処方をそのまま放射線法に適用しているのであり、これでは放射線法の特徴を塗料性能の面で十分に發揮することは困難であるばかりか、先に紹介した放射線プロセスが成功する二つの条件も満たすことにはならないのである。

第四開発室では、以上の議論を十分に踏まえ放射線乳化重合装置を設計製作することになった。この報告は、設計製作の概要と、装置の運転指針をまとめたものである。

表1 53年度塗料需要見通し

(単位トン)

需要区分	塗料需要量	構成比
建築物	273,000	9.7
構造物	108,500	7.8
船舶	100,000	7.2
鉄道車両	19,000	1.4
道路車両	288,000	0.7
電気機械	77,000	5.5
機械	59,000	4.2
金属製品	128,000	9.2
木工製品	92,000	6.6
家庭用	69,000	5.0
輸出	20,500	1.5
その他	156,000	11.2
	1,390,000	100.0

表2 53年度塗料品種別需要見通し

(単位千トン)

品種		数量
油性塗料	調合ペイント さび止ペイント 船底料 その他 計	7 29 10 11 57
ラッカー	クリヤー エナメル 計	16 38 54
	電気絶縁塗料	25
合成樹脂塗料	アルキド } ワニス・エナメル 樹脂系 調合ペイント アミノ・アルキド樹脂系 ビニル樹脂系 アクリル樹脂系 エポキシ樹脂系 ポリウレタン系 ポリエステル樹脂系 さび止ペイント 水系 } エマルションペイント 骨材入エマルションペイント 塗料 水溶性樹脂系 粉体塗料 塩化ゴム系 その他 計	63 83 113 40 84 59 45 20 81 89 41 61 8 30 87 904
	酒精塗料	4
	その他塗料	61
	シンナー	253
	関連製品	32
	合計	1,390

表3 塗料直接原料所要数量集計

(単位トン)

	所要数量	比率
油脂	28,620	2.0
天然樹脂	43,830	3.1
合成樹脂	292,790	20.6
その他の主要素	30,120	2.1
顔料	388,540	27.4
溶剤	587,220	41.3
水	49,490	3.5
計	1,420,610	100

表4. 塗料溶剤内訳

ミネラルスピリット	77,360
メチルアルコール	2,500
エチルアルコール	1,460
I P A	14,130
ブチルアルコール	28,610
酢酸エチル	44,070
酢酸ブチル	18,170
メトキシ酢酸ブチル	1,780
アセトン	920
M E K	10,500
M I B K	19,830
M I B C	700
アノン	220
セロソルブ	37,860
セロソルブアセテート	2,560
オルソジクロールベンゾール	1,120
トルオール	157,410
キシロール	66,160
ソルベントナフサ	6,020
J P I A - 1 (S B P 級)	17,380
2 (H A W S 級)	39,820
4 (100番150)	19,010
16(低芳香族ミネラル)	8,350
電絶縁溶剤	9,240
塩化メチレン	2,100

表5. 放射線照射による熱硬化性エマルション
の耐溶剤性の変化

線量 (Mrad)	硬化温度 (℃)	キシレン5回振試	キシレン20回振試
0	160	溶解	溶解
1	130	溶解	溶解
3	130	不溶(白化)	不溶(白化)
6	130	不溶(透明)	不溶(ヤヤ白化)

硬化温度160℃30分、ポリマー粒子の組成 アクリル酸エチル/メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル=90/10の共重合体、硬化剤 ヘキサメトキシメチロールメラミン

表6. 重合处方

Deionized Water	43.6
Vinyl Acetate	43.6
Butyl Acrylate	7.8
Igepal CO 977	2.5
Igepal CO 630	1.2
Tergital NP 14	0.4
Cellosize WPO 9	0.8
NaHCO ₃	0.08
	100.0

表 7. 塗料性能評価（回分式重合）

	Commercial	Reference	By Radiation Catalysis
Viscosity -Initial KU	99	96	
1 week @ 120 °F	112	100	
Freeze Thaw 5 cycles	115	98	
Tumbled 24 hours	104		
Application-Score-Rolled			
Spattering	6	4	
Cratering	9	9	
Leveling	6	8	
Reflectance %	93.5	94	
Opacity %	97.5	97.5	
Enamel Holdout			
Gloss Sealed	32	37	
Gloss unsealed	22	27	
Change	10	10	
Water spotting Score			
Blistering	10	10	
Hardness	3	3	
Discoloration	9	9	
Recovery	10	10	
Scrubability			
Erosion-Score	7	8	
Burnishing-Score	8	8	
ASTM Cycles	150	125	
Stain Removal Score			
Pencil	35	40	
Crayon	55	50	
Grease	75	70	

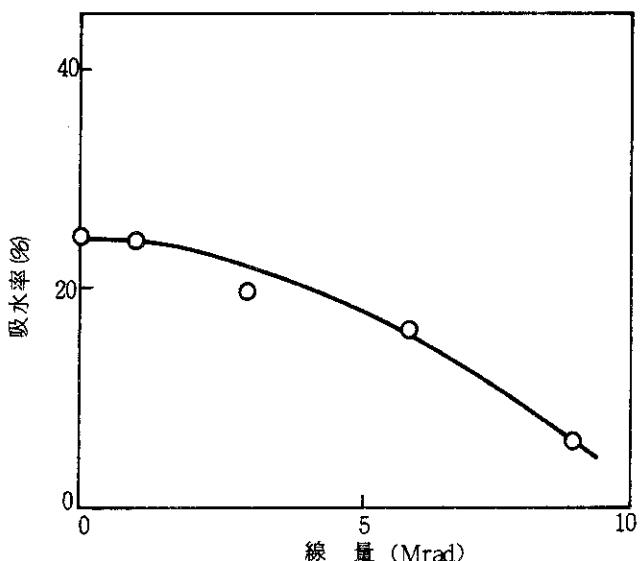
表 8. 塗料性能評価（連続式重合）

<u>Test Data</u>		<u>By Radiation Catalysis</u>	<u>Commercial Reference</u>
Viscosity	KU		
Initial		85	85
Tumbled 24 hrs		Coagulated	84
Freeze Thaw- 5 cycles		Coag- 1 cycle	92
2 Wks@120 °F		91	90
Package Stability-2 Weeks @ 120 °F			
Syneresis	Score*	9 ⁺	10
Settling	"	10	10
Ease of redispersion	"	9 ⁺	10
Spatter-Rolled	Score	8	9 ⁺
Leveling-Rolled	Score	7	7
Reflectance (Brightness)	%	92.0	92.5
Opacity			
Wet	Score	6	8
Dry	%	96.5	97.5
Enamel holdout			
Gloss-sealed		39	32
" -unscaled		24	22
Change		15	10
Stain Removal	cycles		
Pencil		37	20
Crayon		45	40
Grease		37	55
Scrubability	(ASTM D2486-66T)		
Film break			
1st test		225	150
2nd test		240	145

* Score on the basis of 10 being the highest possible

表 9. 放射線法と触媒法の経済性比較

Plant Capacity (Wet pounds/year)	15×10^6	25×10^6	50×10^6	100×10^6
Estimated Capital Cost-US \$				
Radiation	815,000	995,000	1,443,000	2,680,000
Conventional	800,000	975,000	1,520,000	2,800,000
Estimated Annual Operating Costs-US \$				
Radiation	1,510,000	2,425,000	4,575,000	8,935,000
Conventional	1,525,000	2,450,000	4,640,000	9,070,000
Estimated Recovery of Capital on Cash Flow Discounted at 13%/yr				
Radiation	15.6	13.9	7.9	6.6
Conventional	17.4	14.8	8.9	7.5

図 1 エマルジョン皮膜の吸水率におよぼす
放射線照射の影響

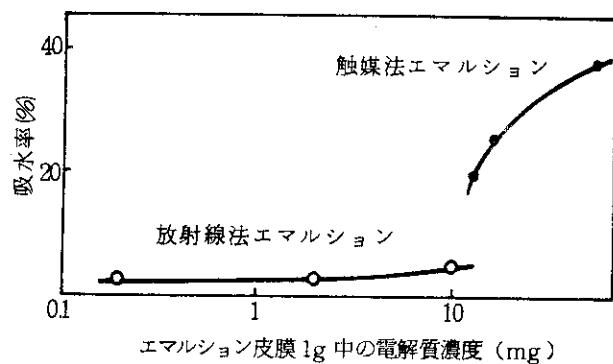


図2 エマルション皮膜中の電解質濃度と
皮膜吸水率との関係

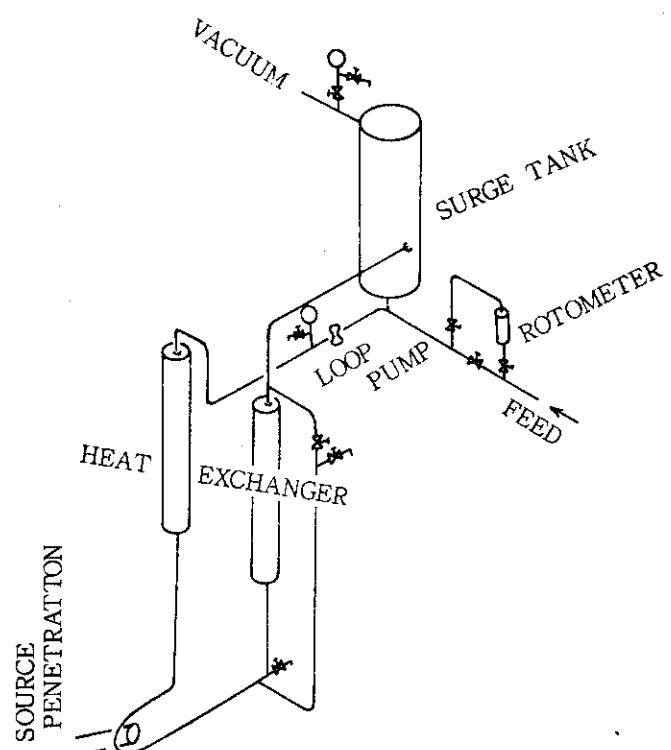


図3 ニュートロンプロダクツ社の放射線
乳化重合プロセスフローシート

2. 装置製作上の前提条件

2.1 装置の製作目的

放射線乳化重合による水性塗料については、これまでガラス製のフラスコを用いてアクリル系エマルションの合成を行なってきた。フラスコの最大のものは5ℓであり、通常は1ℓフラスコを使用した。この小スケールの照射実験によって、放射線法水性塗料のさまざまな特徴が明らかにされている。放射線化学プロセスの実用化を目的とする研究としては、本プロセスのスケールアップが可能であることを実証する必要がある。次に、この試験を早急に実施する必要性について述べる。

現在、環境庁大気保全局の大気規制課を中心とした「炭化水素類排出源対策検討会」は、有機溶剤の規制案を検討しており、近い将来有機溶剤を使用した塗料の製造および使用が大巾に制限されることになろう。したがって、放射線法水性塗料については、タイミングを失うことなく早急にプロセスを確立し、工業化の可能性を一般にアピールすることが必要である。この場合、フラスコ程度の実験では、プロセスに対する信頼性を得ることは困難であり、一定規模での試験を必要とする。

したがって本装置は、放射線乳化重合による水性塗料の製造に関するエンジニアリングの確立を目的として製作されるものであり、本装置による試験内容は次のようにまとめることができる。すなわち、「放射線乳化重合のスケールアップが可能であることを実証するに足る化学工学的データーの集積」であり、具体的には主として次の項目についての研究を行う。

- (1) 反応槽のスケールアップにともなう伝熱および混合特性の変化に対する対策および反応制御法の確立。
- (2) 生成エマルションの粒径分布および反応性官能基の分布に対する線量率分布の影響を評価することにより、許容線量率分布範囲を明らかにし、放射線乳化重合反応槽の設計に必要な基本データを取得する。

なお、放射線乳化重合の大スケール実験としては、先に紹介したニュートロン プロダクツ社の他に、第二開発室における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^④がある。第二開発室における実験の特徴は、モノマーが気体の加圧気液重合であり、生成エマルションのポリマー濃度は最高で30%である点にあるが、水性塗料の場合は、常温常圧で液体のモノマーによる常圧反応であり、かつポリマー濃度は最低で30%である点に大きな差があることを付記しておく。

2.2 設計の基本方針

本装置の設計にあたっては、前述の製作目的に合致し、かつ研究計画が円滑に遂行されるよう下記の項目を基本方針とした。

(1) 反応系

常温常圧において液状であるアクリル系モノマーを反応系とする。

(2) 重合様式

水を分散媒とする水系乳化重合とする。

(3) 反応装置の形式

反応器は攪拌機およびジャケットの付いた槽型反応器とする。

(4) 反応操作方式

反応装置の操作形式は回分式とするが、将来において半回分式操作も行なえるように考慮する。

(5) 放射線照射方式

放射線源にはCo-60を用い、反応槽内部および外部より照射できる構造とする。

(6) 装置規模

2名の運転員によって運転できるよう省力化に努め、運転および保守管理の容易な装置とする。

(7) 安全性

各種法令および安全基準を満足するのみならず、暴走反応を確実に防止できる装置であること。

2.3 実験条件範囲の設定

水性塗料に使用できるエマルションは多種あるが、本装置では性能の高い塗料が期待できるアクリル系エマルションに限定し、実験条件を設定する。

(1) 使用モノマー

本装置において使用が予定されるモノマーの物性を表10に示した。

(2) 反応圧力

常温常圧において液状のモノマーを使用し、反応槽には開放型の冷却管を付けるため、反応槽内の圧力は常圧とみなすことができる。

(3) 反応温度

反応温度の上昇とともに反応速度は大となる。一方、モノマーの加水分解も無視できなくなり、また、生成するポリマー粒子の粒径も大となって水性塗料の性能に影響を与える。しかし、現在の実験結果から最適温度を決定するのは困難であり、かつ試験装置としての性格上、反応温度は任意に変化できることが望ましい。このことから、反応温度は20~80°Cの範囲が適当と思われる。

(4) 反応系組成

水性塗料への応用を目的とした本装置の実験では、最終生成エマルション中のポリマー濃度は、最低限40%は必要である。したがってモノマー類を一括仕込むならば、モノマーと水の比率は4対6であり、場合によっては5対5もありうる。また、必要に応じてモノマー濃度の低い実験も行う。

乳化剤濃度は通常モノマー100部に対して1部である。乳化剤濃度には、重合速度や粒子径、粘度などが依存するばかりでなく塗膜の耐水性にも影響を与えるので、実用的濃度を決定するために本装置での実験を必要とする。ここでは、乳化剤濃度は0.5~3%の範囲で変えるものとする。

(5) 線量率

メタクリル酸メチルの乳化重合速度は、線量率の0.5乗に比例している。一般に線量率が高いほど重合速度が大となるが生成エマルションの粒径は小となり粘度が上昇する。また、重合安定性にも問題が出てくる。平均線量率としては $10^4 \sim 10^5 \text{ r/hr}^{-1}$ が適当である。一方、平均線量率と同様に線量率分布も反応速度およびエマルションの物性に影響を与えると考えられ、許容される線量率分布の範囲を明確にするのが、本装置による実験の目的の一つである。したがって、反応装置内の線量率分布も可変であることが望ましい。この目的のため、本装置では内部線源および外部線源の照射方式を用いる。反応槽内径を40cm、反応槽液面の高さを50cmとして槽内の線量率分布を概算した結果を以下に示す。結果は、反応槽液面中心部(25cm)における最小および最大線量率の比で示してある。

- (イ) 内部線源1本使用: 9/100
- (ロ) 内部線源2本使用: 20/100
- (ハ) 外部板状線源 : 50/100

表10 各種モノマーの性質

モノマー	略称	分子量	沸点(℃)	凝固点(℃)	重合熱 kcal/mol	比重	ホモポリマーの Tg(℃)		溶解度 g/100cc	溶解度 モル濃度
							水へのモル濃度	モノマーへの水の モル濃度		
アクリル酸メチル	MA	86	79.9	<-75	19~20	0.952	3	5.2	2.7	9.38
アクリル酸エチル	EA	100	99.3	<-75	15.6	0.919	-2.5	1.5	1.3	8.81
アクリル酸n-ブチル	nBA	128	148.8	<-64	18.5	0.901	-7.0	0.2	0.6	8.63
アクリル酸n-ヘキシル	nHA	170	106(25mm)	<-90	0.879					
アクリル酸2-エチルヘキシル	EHA	184	218		1.45	0.887	-6.5	0.01	-0.14	7.87
ステレン	st	104	146			1.00				8.70
メタクリル酸メチル	MMA	100	100.8	-45.3	13.0	0.944	1.05	1.35	0.97	9.23
メタクリル酸エチル	EMA	114	118	<-50	14.1	0.914	6.5	0.46	0.64	8.50
メタクリル酸n-ブチル	nBMA	142	163	<-60	13.5	0.896	2.0	0.03	0.31	8.25
メタクリル酸1-ブチル	iBMA	142	155	-33	14.3	0.887	4.8	0.03	0.30	8.15
メタクリル酸t-ブチル	tBMA	142	67(70mm)	<-60	13.0	0.874	1.07		0.31	8.05
メタクリル酸2-エチルヘキシル	2EHMA	198	229	<-60		0.884	-1.0	0.00	0.15	7.85
メタクリル酸ラバリル	LMA	254	160(7mm)	-5.5		0.872	-6.5	0.00	0.10	
メタクリル酸シクロヘキシル	CHMA	168	210	<-60	1.27	0.965	6.6	0.00	0.27	
酢酸ビニル	VAC	86	186			2.9				9.05
アクリル酸	AAC	72	141	13		1.047	1.06	∞	∞	
メタクリル酸	MAC	86	163	15	1.58	1.015	1.85	∞	∞	
メタクリル酸3-クロロ-2-ヒドロキシプロピル	TM	178	106(5mm)			1.192				
メタクリル酸2-ヒドロキシエチル	HEMA	130	9.5(10mm)	<-60	11.9	1.074	5.5	∞	∞	9.90
メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル	HMPA	144	9.6(10mm)	-55	12.1	1.033	2.6	∞	∞	9.70
メタクリル酸メチルアミノエチル	DMAEMA	157	18.6	<-60		0.934	1.8	∞	∞	10.60
メタクリル酸ジエチルアミノエチル	DEAEMA	185	11.4(30mm)	<-60		0.921	2.0	0.01	1.51	10.50
メタクリル酸グリシンジル	GMA	142	18.9	<-60		1.07	4.6	2.45	2.05	
アクリルアミド	AM	71	12.5(25mm)	85		1.122		2.04		
N-n-ブトキシメチルアクリルアミド	NMAMBE		12.5(0.5mm)	-9~-6		0.979	0			9.50
イソブトキシメチルアクリルアミド	IBMAM	157				0.965				
4-ビニルビリジン	4VP	105	80(30mm)			0.988		2.9	4.23	
2-ビニルビリジン	2VP	105	158			0.974		2.8	1.88	
1,6-ヘキサンジカルボン酸アクリレート	16HD	226	11.3(0.1mm)			1.023				

3. 概念設計

3.1 設計条件

設計条件を以下に示す。

- (1) 重合様式 放射線乳化共重合
- (2) 反応系 アクリル系モノマー
- (3) 反応温度 20~80°C
- (4) 操作形式 回分式
- (5) 反応圧力 大気圧
- (6) ポリマー生成量 10~20 kg
- (7) 照射方式 Co-60による内部および外部照射
- (8) 材質 モノマー接液部はSUS316またはポリテトラフルオロエチレン、他の主要部はSUS304

3.2 反応器型式と反応方式の検討

本装置は放射線乳化重合による水性塗料製造のデモンストレーションに製作目的の一つがあり、いたずらに複雑な反応器を用いる必要は認められない。むしろ、操作の簡単なわかり易い装置が好ましいといえる。一般に触媒を用いた乳化重合は、攪拌槽型反応器を用いており、回分操作が主流を占めている。触媒法乳化重合においても管型反応器による連続操作の実施例は少ない。一方、放射線乳化重合では、いまだ工業化された例はなく、パイロットプラントとしてニュートロン・プロダクツ社と第二開発室の例があるのみである。このパイロットプラントはいずれも連続操作で運転されたが、水性塗料に必要なポリマー濃度40%以上での運転は、残存モノマーおよびポリマー折出などの問題があり、かなり困難と思われる。

本装置の反応器型式の選定に際しては、これらの点を考慮し、攪拌槽型反応器をとりあげた。この反応器型式はこれまでの基礎研究で用いてきたガラス製フラスコと同型であり、運転および保守管理が容易という特徴がある。

操作形式としては回分式操作とし、この経験を蓄積した後連続操作を検討することにした。

回分式もモノマーの仕込方式によって、一括仕込方式とモノマー分割仕込、連続滴下仕込の3操作法があり、同一モノマーを使ってもモノマー仕込方式によって物性の異なるエマルションが得られることは、すでに小スケールの実験で明らかとなっている。これまでの実験結果によると、塗料性能のすぐれたエマルションは、モノマー連続滴下仕込方式で得られたが、この理由は不明な点が多い。このため、本装置では各種のモノマー仕込方式が可能な反応器を製作し、それぞれの特徴を明確にすることにした。

3.3 照射方式の検討

これまでの基礎研究はすべて外部線源による照射方式をとってきた。工業的規模での生産においては、線源利用効率の点から内部線源照射方式が当然考えられる。しかし、線源利用効率のみを追求すると、反応器内における線量率の分布、すなわち最大および最小線量の比が大となり、製品の均一性に問題が出てくると考えられる。したがって、反応器の設計および照射方式の決定には、製品の均一性に対して許容される最大線量率分布が示されなければならない。本装置はこの種の必要データを取るために製作するのであるから、反応器内の線量率分布は大なるほど試験装置として合目的である。しかし、反応器内線量率分布を大にするには、反応器内径を大にしなければならず、これによって当然製作費の上昇と操作作業性の低下がもたらされる。このような諸点を検討し、本装置は内部および外部線源による照射方式のいずれも採用できる反応器を製作することにした。

3.4 反応器の容積についての検討

反応器容積は、反応器内部の清掃の容易さや内部線源の固定方式、反応器内の線量率分布等を考慮し、内径40 cm、深さ60 cm、内容積70 ℥とした。深さ60 cmは、内部線源としてCo-60線源を二段に積んだ高さによる。

この反応器内の線量率分布は、先に示した値とはほぼ等しいと考えられ、反応器高さ方向25 cmでの最小および最大線量率比は、内部線源1段で9/100、2段では20/100、外部板状線源で55/100と計算される。

3.5 反応器材質の検討

水系の乳化重合では、水中に溶解している金属イオンによって重合速度が大きく変化するため、反応器材質の選択が重要である。反応器にはステンレス鋼が使われることが多いが、ステンレス鋼には組成の異なる数種類がある。一般にはSUS304とSUS316のいずれかが選ばれる。そこで、この2種類のステンレス鋼について検討した。その結果、メタクリル酸メチルのようなエスチル型モノマーの放射線乳化重合では、重合速度に対する反応器材質の影響が認められなかった。ところが、メタクリル酸のような酸モノマーとの共重合では、反応器材質の影響があらわれ、SUS304製反応器中では重合しない場合があった。これに対してSUS316製反応器中では、ガラス製反応器とほぼ同じ速度で重合が進み、重合速度の低下は認められなかった。

一方、ガラスについては、大型反応器としての強度に不安があることや放射線照射による着色などの一般的欠陥があるのみならず、アクリル酸を一成分とする放射線乳化共重合では、ガラスのケイ素とアクリル酸が反応し、塗膜表面光沢の低下をもたらす有機ケイ素化合物が生成するという致命的な欠陥がある。

以上の検討結果から、反応器材質としてはSUS316に決定した。

3.6 反応器攪拌機の所要動力の計算

本反応器は重合中のポリマー凝集を防止するため、邪魔板なしで攪拌することにした。邪魔板なしの反応器所要動力は、2枚羽根の場合次の永田らの式で推算できる⁵⁾。

$$N_p = \frac{P \cdot g_c}{\rho n^3 d^3} = \frac{A}{R_e} + B \left(\frac{10^3 + 1.2 R_e}{10^3 + 3.2 R_e} \right)^{0.66} p \\ \times \left(\frac{z}{D} \right)^{0.35+b/D} \sin(\theta)^{12}$$

ただし $A = 14 + (b/D) \{ 670 (d/D - 0.6)^2 + 185 \}$
 $B = 10 \{ 1.3 - 4 (b/D - 0.5)^2 - 1.14 (d/D) \}$
 $p = 1.1 + 4 (b/D) - 2.5 (d/D - 0.5)^2 - 7 (b/D)^4$

N_p : 動力数

P : 攪拌所要動力 ($\text{kg} \cdot \text{m/sec}$)

g_c : 重力換算係数 ($\text{kg} \cdot \text{m/kg} \cdot \text{sec}$)

ρ : 液密度 (kg/m^3)

μ : 粘性係数 ($\text{kg/m} \cdot \text{sec}$)

n : 攪拌翼回転数

d : 翼径(m)

b : 翼幅(m)

D : 槽径(m)

z : 液深さ(m)

θ : 翼の取付け角度 (deg)

ここで反応器および攪拌翼の寸法を次のように想定する。

$$D = 0.4 \text{m}, z = 0.464 \text{m}, d = 0.36 \text{m},$$

$$\text{翼幅 } 0.05 \text{m の } 4 \text{枚羽根では } b = 0.05 \times 2 = 0.1 \text{m},$$

$$\sin \theta = 1 \text{ (翼は傾斜なし).}$$

$$A = 14 + (10/40) \{ 670 (36/40 - 0.6)^2 + 185 \} \\ = 75.33 \\ B = 10 \{ 1.3 - 4 (10/40 - 0.5)^2 - 1.14 (36/40) \} = 10^{0.024} \\ = 1.06 \\ p = 1.1 + 4 (10/40) - 2.5 (36/40 - 0.5)^2 - 7 (10/40)^4 \\ = 1.67$$

次に反応器内液について、高粘度を想定し、 $\mu = 30 \text{ ポイズ} = 30 \text{ kg/m} \cdot \text{sec}$, $\rho = 1000 \text{ (kg/m}^3\text{)}$ と

する。

$$R_e = \frac{10^3 \times \frac{200}{60} \times (0.36)^2}{3} = 144$$

$$N_p = \frac{75.33}{144} + 1.06 \times \left(\frac{10^3 + 1.2 \times 144 \cdot 0.66}{10^3 + 3.2 \times 144 \cdot 0.66} \right)^{1.67}$$

$$\times \left(\frac{4.64}{40} \right) (0.35 + 10/40) \times 1$$

$$= 0.523 + 1.06 \times 0.9195 \times 1.093 \times 1$$

$$= 1.588$$

$$P = \frac{N_p \rho n^3 \alpha^5}{g_e} = \frac{1.58 \times 1000 \times \left(\frac{200}{60} \right) \times 0.36^5}{9.8}$$

$$= 36.1 \text{ (kg} \cdot \text{m/sec)}$$

$$1 \text{ kW} = 102 \text{ kg} \cdot \text{m/sec} \text{ ゆえ, } P = 0.35 \text{ kW}$$

次にトルク T_M を求める。

$$P = 2\pi n T_M$$

$$T_M = \frac{P}{2\pi n} = \frac{36.1}{2\pi \times \frac{200}{60}}$$

$$= 1.72 \text{ (kg} \cdot \text{m)}$$

以上の計算結果から、系の粘度を 3000 cP という高粘度を想定した場合、攪拌機駆動モーターの動力は 0.35 kW 必要であり、攪拌軸のトルクは 1.72 kg·m となることが判る。実際の粘度は最高値で 1000 cP 以下である。したがって、この程度のモーターとトルク計を設置すればよいことになる。

3.7 反応熱の除熱能力計算

反応器の除熱計算にあたっては、以下に示す最大発熱量を想定した。

反応系：アクリル酸メチル 20 kg, 水 30 kg

重合速度：100 %/30 分

アクリル酸メチルは、アクリル系モノマー中最大の重合熱 20 kcal/mol を有し、分子量が 86.09 である。したがって、単位時間あたりの発熱量 Q は

$$Q = \frac{20 \times 10^3 \times 20}{86.09} \times 2 = 7000 \text{ kcal/hr}$$

となり、毎時 7000 kcal の除熱能力を必要とする。

次に、反応温度を設定温度の最低値である20°Cとした場合、7000 kcal/hr除熱するために必要なジャケット水温度を次式から求める。

$$Q = UA\Delta t$$

U : 総括伝熱係数 (kcal/hr・m²・°C)

A : 伝熱面積 (m²)

Δt : 反応槽内とジャケット冷却水の温度差 (°C)

総括伝熱係数 Uについては、予備実験により概略の値を求めた。その結果、20ℓのジャケット付反応器 (SUS304製) で、ジャケット側流体が水の場合、反応器内流体を水および30%酢ビエマルションで、Uはそれぞれ800~1000および300~700 kcal/hr・m²・°Cであった。70ℓ反応器では容量が2.5倍となり、攪拌効率が低下することを考慮すると、 Δt の計算ではUの値としては300程度が妥当と考えられる。また、伝熱面積Aは、反応器内流体が50ℓの時0.61m²となる。したがって、 Δt は

$$\Delta t = \frac{7000}{300 \times 0.61}$$

$$= 38.3 (\text{°C})$$

となる。この値から、反応温度が20°Cの場合、冷却水のジャケット入口、出口の平均温度は-18.3°Cである必要があることを示している。

以上の結果に基づき、反応器ジャケットブライン用に冷凍機を使用することにした。冷凍機は特別の設置許可証などを必要としない小型冷凍機とし、次の機種を選定した。

電動機出力	2.2 kW
冷 媒	フロン12
蒸 発 温 度	-30~-10°C
法定冷凍トン	1.26 トン

この小型冷凍機の冷却能力は3500 kcal/hrであり、最大反応熱7000 kcal/hrは除熱できないことになる。このため、3500 kcalの冷却熱を有するブライン槽を設置することにした。ブライン槽容量は次式から求めた。

$$V = \frac{Q}{C_p \cdot \rho \cdot \Delta t}$$

ここで、Q = 3500 kcal, C_pおよびρはブライン (エチレングリコール) の比熱と比重であり、それぞれ0.85 cal/g・°Cおよび1.05 g/cm³, Δt は反応熱除去によるブライン槽の温度上昇であり、ここでは5°Cと想定した。その結果

$$V = \frac{3500}{0.85 \times 1.05 \times 5} = 784 \ell$$

となり、ブライン槽容量は余裕をみて1 m³とした。

3.8 暴走反応の緊急停止対策

乳化重合は水媒体中の重合であるため、火災等の危険性は少ないが、暴走反応によって反応

槽内温度が100°C以上になると、反応液が沸騰しケーブ内へ飛散する恐れがある。この種の事故は停電あるいはブライン循環ポンプの故障によってジャケット冷却水の循環が停止した場合に起ることがある。この事故に対する対策としては、

- (a) 線源の格納
- (b) 重合禁止剤の反応系への投入

がある。まず、(a)について、停電時は手動によって線源をプール内へ格納する。次に、(b)は(a)が何らかの原因により不可能になった時の対策である。これらの対策の所要時間は約5分である。一方、以下に示すように反応液が70°Cから90°Cに上昇するのは冷却水停止の約10分後であり、十分な時間的余裕がある。

計算例

水30ℓ、メタクリル酸メチル20ℓ、反応温度70°Cで実験中にブライン循環ポンプが停止したとする。反応器内温度が90°Cまで上昇するのに要する時間は、下記のようにして求められる。

メタクリル酸メチルの性質

重合熱	17.1 kcal/mol
比 熱	0.45 kcal/kg°C
密 度	0.94 kg/ℓ
分子量	0.1 kg/mol
重合速度	100% / 30分

$$\begin{aligned} \text{発熱量 } Q &= 17.1 \times \frac{20 \times 0.94}{0.1} \times 1 \\ &= 3214.8 \text{ kcal} / 30 \text{ 分} \end{aligned}$$

したがって、単位時間あたりの発熱量は107.2 kcal/分となる。一方、反応器が70°Cから90°Cまで上昇するのに必要な熱量qは、放熱を無視すると次式となる。

$$q = q_1 + q_2 + q_3$$

ここで、 q_1 は、反応器内流体を70°Cから90°Cまで上昇するに要する熱量であり、

$$\begin{aligned} q_1 &= (30 \times 1 + 20 \times 0.94) \times (1 \times 0.6 + 0.45 \times 0.4) \times 20 \\ &= 761.3 \text{ kcal} \end{aligned}$$

q_2 は、反応器金属が20°C上昇するに要する熱量で、

$$\begin{aligned} q_2 &= 10 (\text{kg}) \times 0.11 (\text{kcal/kg}) \times 20 (\text{C}) \\ &= 22 \text{ kcal} \end{aligned}$$

q_3 は、ジャケット流体(13ℓ)が20°C上昇するに要する熱量で

$$\begin{aligned} q_3 &= 13 \times 20 \times 1 \\ &= 260 \text{ kcal} \end{aligned}$$

したがって、 $q = q_1 + q_2 + q_3 = 1043.3 \text{ kcal}$ となり、毎分107.2 kcalの発熱でqに達する時間t(分)は

$$t = \frac{1043.3}{107.2} = 9.74$$

から約10分と求められる。

3.9 単体機器の概念設計

本装置は γ 線を用いる乳化重合反応の小規模試験装置であり、(1)反応器本体、(2)モノマー仕込系、(3)反応温度調節系、(4)制御系、(5)サンプリング系、(6)緊急反応停止系から構成される。反応器本体は外部線源方式および中心線源方式の2種類とし、図4と図5に示すコバルト棟第1ケーブ（以下ケーブと略す）内に設置される。その他の系はケーブ外東側壁付近に設置する。

反応槽本体は簡単な作業でケーブ外への移行を容易にするため、配管、配線は容易に着脱ができる、かつ移動が可能な構造とする。

また、本装置の設計にあたっては次の点にも留意する必要がある。

- (1) 有機質の材料は放射線により劣化するので、ケーブ内の配線ケーブルは容易に交換が可能であること。
- (2) モノマーに触れる部分の材質はすべてSUS316（ケーブ外はテフロン可）とする。槽類の溶接部分は同一材質を使用する。

3.9.1 反応器本体

反応器は蓋部の交換によって、外部線源照射方式と中心線源照射方式の2つの異なる照射方式が可能なものとする。

(1) 外部線源照射方式

外部線源（板状線源 78,000Ci）から γ 線を照射し反応させる方式の反応槽である。この反応器の設置場所はケーブ内であり、実験終了後はケーブ外に運びだすため移動に容易な構造にする。

反応槽には槽内の温度をコントロールするためのらせん仕切り板のついたジャケット、攪拌機、温度計およびコンデンサーが付き、さらに攪拌軸には回転・トルク計が付く。攪拌機はモノマーが反応した時通常1~10 Pois、最大30 Poisの粘度になるため（図6参照、粘度と回転の関係）それを考慮し、攪拌軸の回転数が30~200 rpm範囲で攪拌できる動力にする。回転数のコントロールは制御盤で行なう。コンデンサーは反応槽架台に固定し冷却のための水道水はケーブ外から供給する。温度計は反応槽の器壁部と中心部の温度を制御盤で表示、記録しジャケット水の温度調節は中心部の温度を検知して行なう。攪拌軸は回転・トルク計下部ではずれる機構にし、また、攪拌翼も攪拌軸から取りはずしができるものにする。回転・トルク計の表示範囲は、回転数30~200 rpm トルクは図7に示す攪拌翼を前記回転数で通常1~10 Pois 最大30 Pois の液を攪拌した時のトルク範囲をカバーできること。これらの回転・トルク計・駆動モーターは蓋が開け易い構造にする。駆動モーターおよび回転・トルク計は安全増防爆型とする。

反応器の配管、温度計類はジャケットのない器壁に取り付け、蓋には攪拌軸だけを取り付ける。材質はSUS316とする。

(2) 中心線源照射方式

反応槽中心部に線源ケースに入れた線源を上方から挿入照射し反応させるものである。図8に示す様な構造であり反応槽本体は外部線源照射方式のものを共用し、攪拌機構と蓋の部

分を製作する。その他は(1)と同様であるが回転・トルク計は不用である。回転数はケーブル外からコントロールができる、線源ケースは攪拌軸の中空部分に入れる。

攪拌機構は架台または蓋に固定し、攪拌軸の回転数は(1)と同様にする。攪拌軸は蓋から取りはずしができなくてもよい。また攪拌翼も図8に示すもので攪拌軸に固定でもよい。材質はSUS 316とする。

3.9.2 モノマー混合槽

モノマー混合槽の設置場所は図4、図5に示す場所である。蓋の部分にはノゾキ窓とバルブ(V-1)のついた仕込口を付け攪拌機(モーター60W、減速ギヤー付、150 rpm)、レベルゲージ、窒素置换用配管を設置する。容積40ℓ、内径320φmm、t=2mm、材質SUS 316(図9と図10参照)

3.9.3 反応温度調節系

(1) 温水槽(温水、TNK-2)

反応槽の温度コントロールに使用するものであり図11に示す槽であり、加熱のためのヒーター、熱電対温度計の付いた構造である。

(2) 温水槽(冷水、TNK-3)

水槽は(1)と同じ寸法であり、冷却用蛇管、熱電対を装備する。

(3) 温水槽温度調節装置

本反応は発熱反応であるため、反応の進行と共に反応槽内の著しい温度上昇が予想される。したがって、反応温度を制御する必要があり、本装置はこの目的に使用するものである。

温水槽の水(100~150ℓ)を加熱するためのヒーターと反応槽内の反応熱による温水槽の上昇分を冷却するための冷却用コイルから成る。ヒーターの容量は4.5 kW(3 kW+1.5 kW)にする。冷却用コイルの能力は7000 kcal/hrを除去できるものにする。

ヒーターと冷却用コイルの回路には自動と手動の切換えスイッチを設ける。

自動にした場合には所定の設定温度(設定温度の温度検知は反応槽中心部)t°Cから±3°Cの範囲で反応槽内の温度を制御できる機構にする。

手動にする場合は設定温度の温度検知はジャケットの入口温度で行ない、所定の設定温度t°Cに達したらヒーターは切れ、(t-1)°Cで入る。

3.9.4 サンプリング装置

照射反応中に反応槽からサンプリングを行なうための装置である。概略を図12に示す。試料の取り出しは真空ポンプを用いる。ガラス容器は蓋からはずれるもので容積500ccのもの(耐圧ガラス5 kg/cm²)、ガラス容器蓋部に圧力計をつける。範囲は-760mmHg~3 kg/cm²。

3.9.5 緊急反応停止系

本装置は緊急時に重合禁止剤を反応槽に投入し、反応を停止させるためのものである。

本装置は1ℓ容器(蓋部SUS 304、本体耐圧ガラス5 kg/cm²)がサンプリングラインに繋

がっており、容器内の重合禁止剤水溶液をページ用窒素ガスで反応槽内に圧送する。

3.10 操作の概要

本装置の操作の概要は次の通りである。まず、モノマー混合槽（TNK-1）に所定量のイオン交換水および界面活性剤を仕込みモノマー攪拌機（MIX-1）を用い界面活性剤を水に十分溶解する。反応温度調節系によって所定温度に保たれた反応槽（R-1）にこの界面活性剤水溶液を移送ポンプ（P-2）により充填する。配管内に残った界面活性剤水溶液は窒素ガスで反応槽に移送する。

次に、モノマー混合槽（TNK-1）に所定量のモノマーA（アクリル酸エステルの混合物）を仕込み混合した後、定量ポンプ（P-1）を用いて反応槽に充填する。配管内に残ったモノマーは窒素ガスで反応槽に移送する。ここで反応槽に付属する反応槽攪拌機（MIX-2）により界面活性剤水溶液とモノマーAの混合を行なう。同時に反応槽内に窒素ガスを流し窒素置換する。コンデンサーへの水道水の供給も開始する。これから30分後に照射を開始する。

一方、モノマーB（アクリル酸エステルの混合物）をモノマー混合槽（TNK-1）へ仕込み、窒素バブリングと共に混合する。照射開始1時間後にモノマーBを定量ポンプ（P-1）を用いて所定流量で反応槽へ供給する。終了後、窒素で配管内をページする。次にモノマー混合槽にモノマーC（アクリルモノマーの混合物）を仕込み、モノマーBと同様に反応槽へ供給する。終了後同様に配管内をページする。これから30分後に照射を終了する。

反応槽攪拌機（MIX-2）の運転中は回転数とトルクを記録計に記録する。

照射終了後、ケーブ内で反応槽下部のバルブV-8, V-9を開けて製品を10ℓ容器に分取する。

モノマー混合槽、反応槽、定量ポンプ（P-1）および配管内を洗浄する。洗浄には水道水を用いる。反応槽壁に付着した樹脂はアセトンで溶解する。洗浄水道水はケーブ外の水道よりモノマー混合槽に供給する。洗浄廃液は排液ポンプ（P-4）によって廃液貯槽へ排水する。洗浄用アセトンはアセトン貯槽よりポンプ（P-4）を用いて反応槽に供給する。廃液の移送とアセトンの供給には同一のポンプ（P-4）を使用するが、これはフローシートに示す配管とバルブ操作によって可能ならしめる。

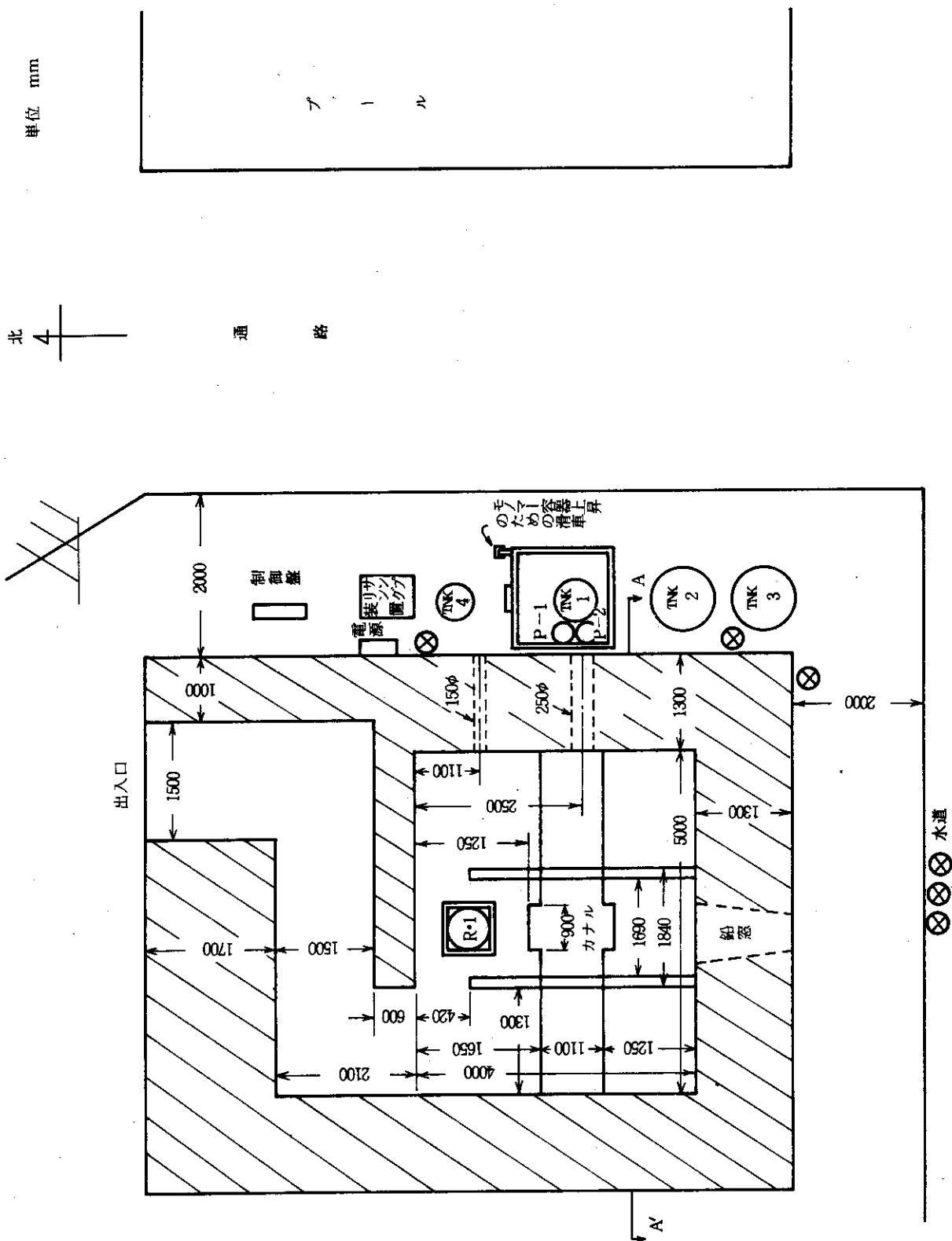


図4 第1ケーブル平面図

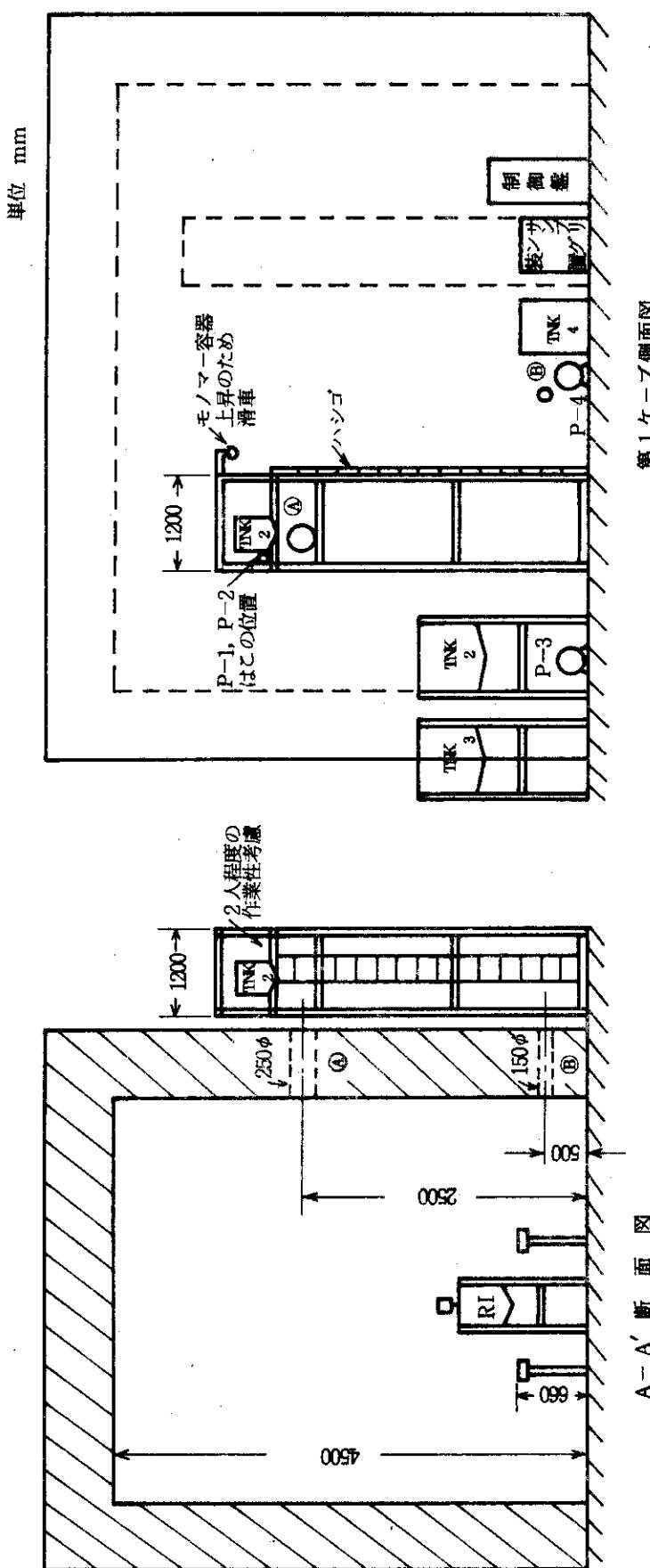


図5 第1ケーブ断面図、東側侧面図

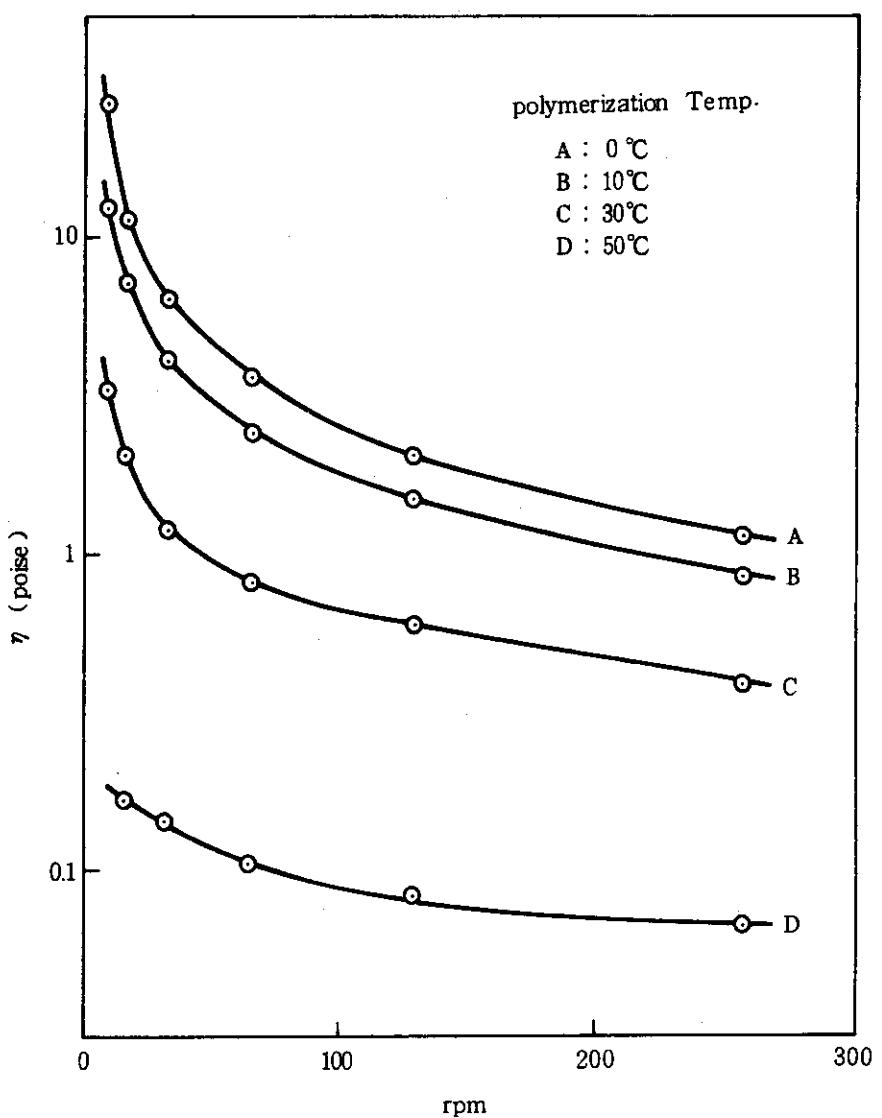
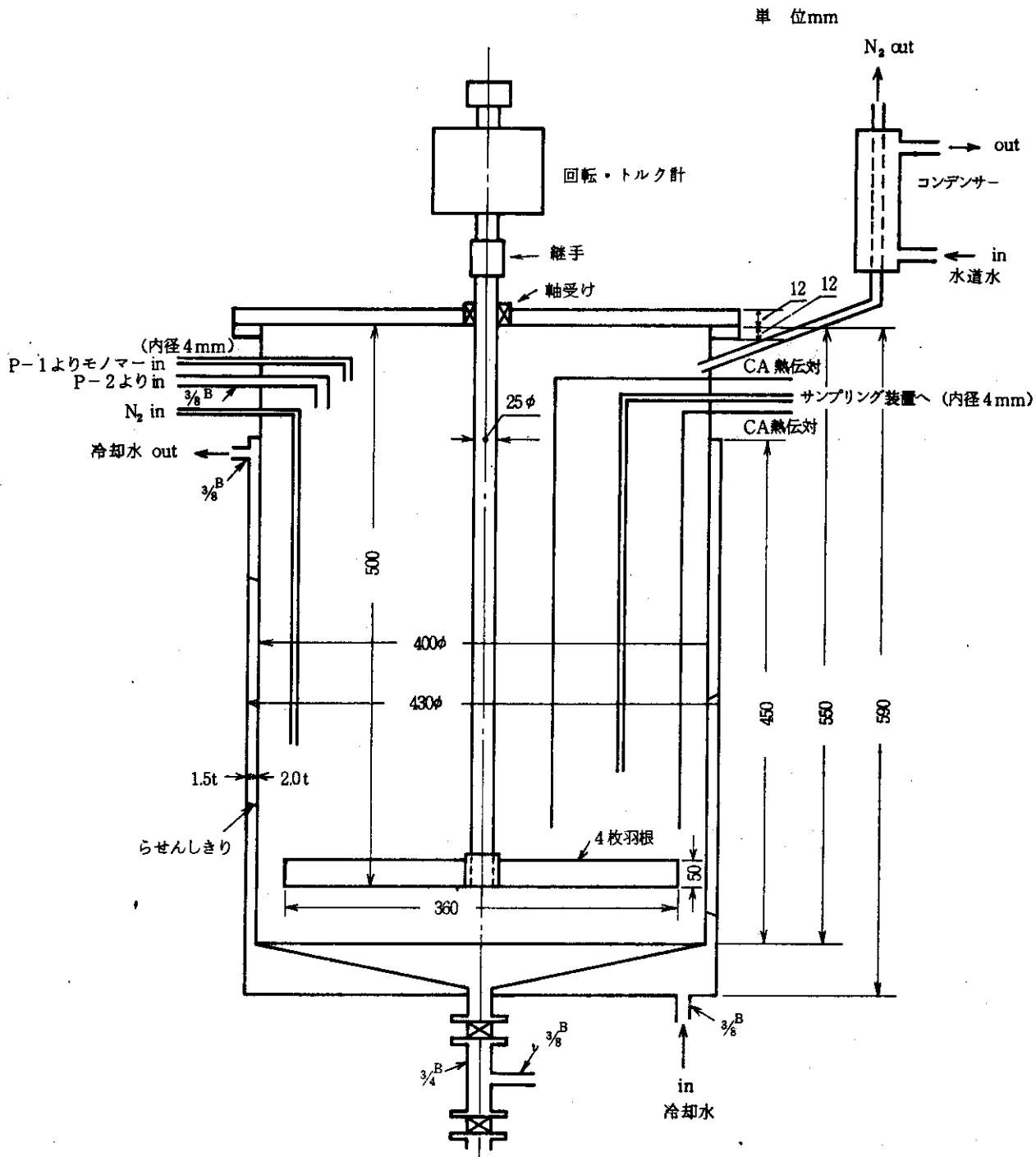


図6 エマルジョンの粘度と粘度計回転数の関係



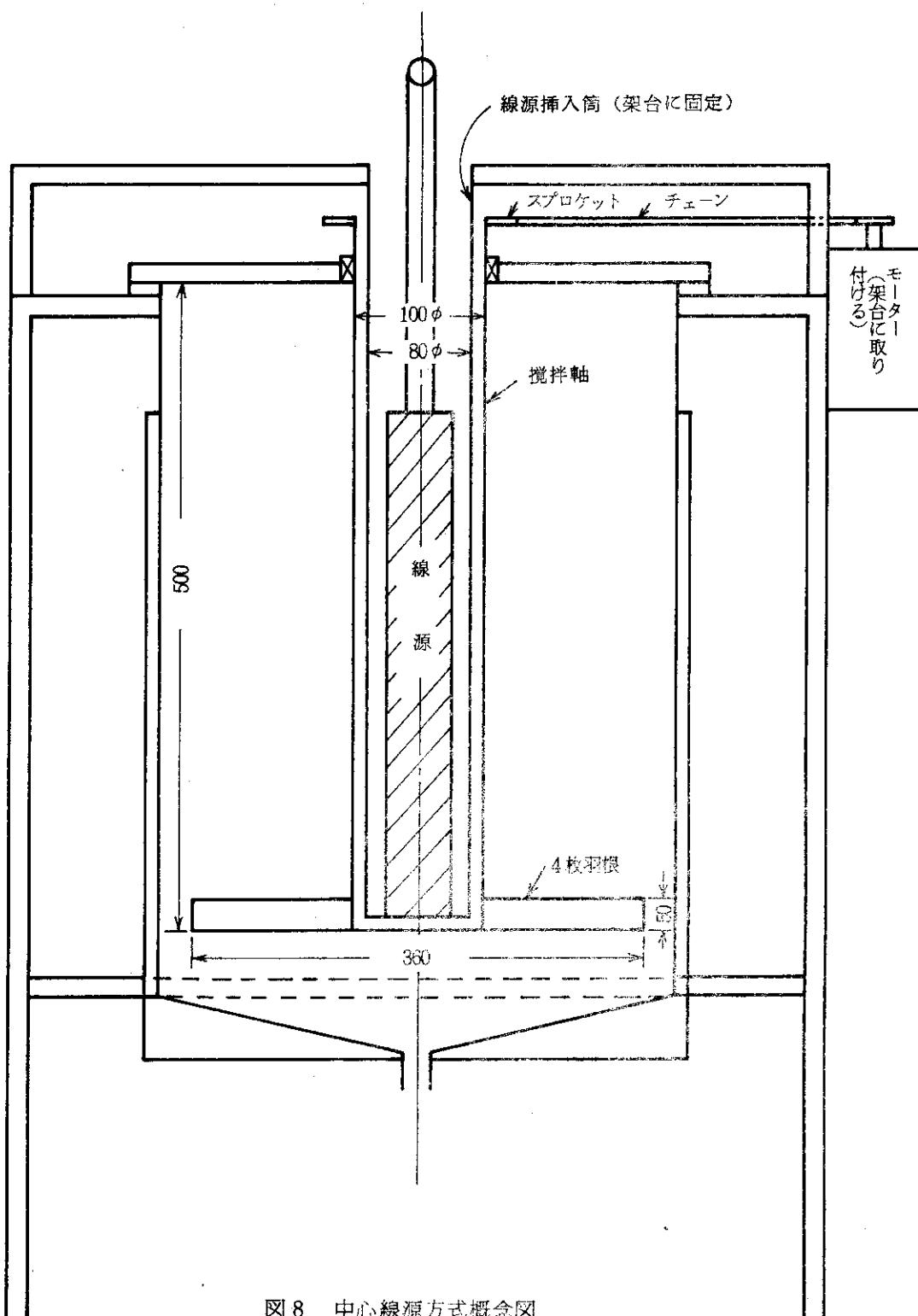


図 8 中心線源方式概念図

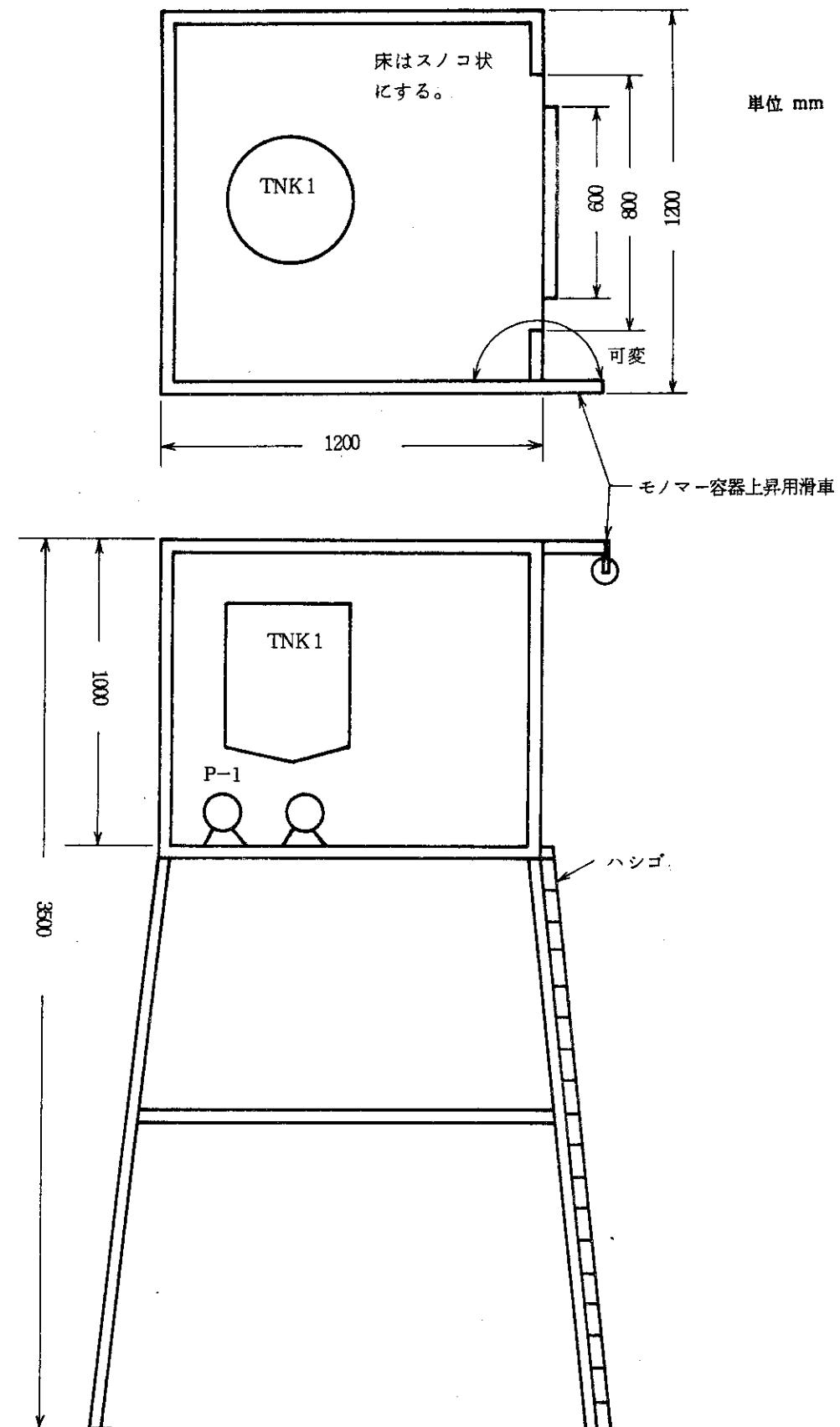


図9 モノマート混合槽架台概念図

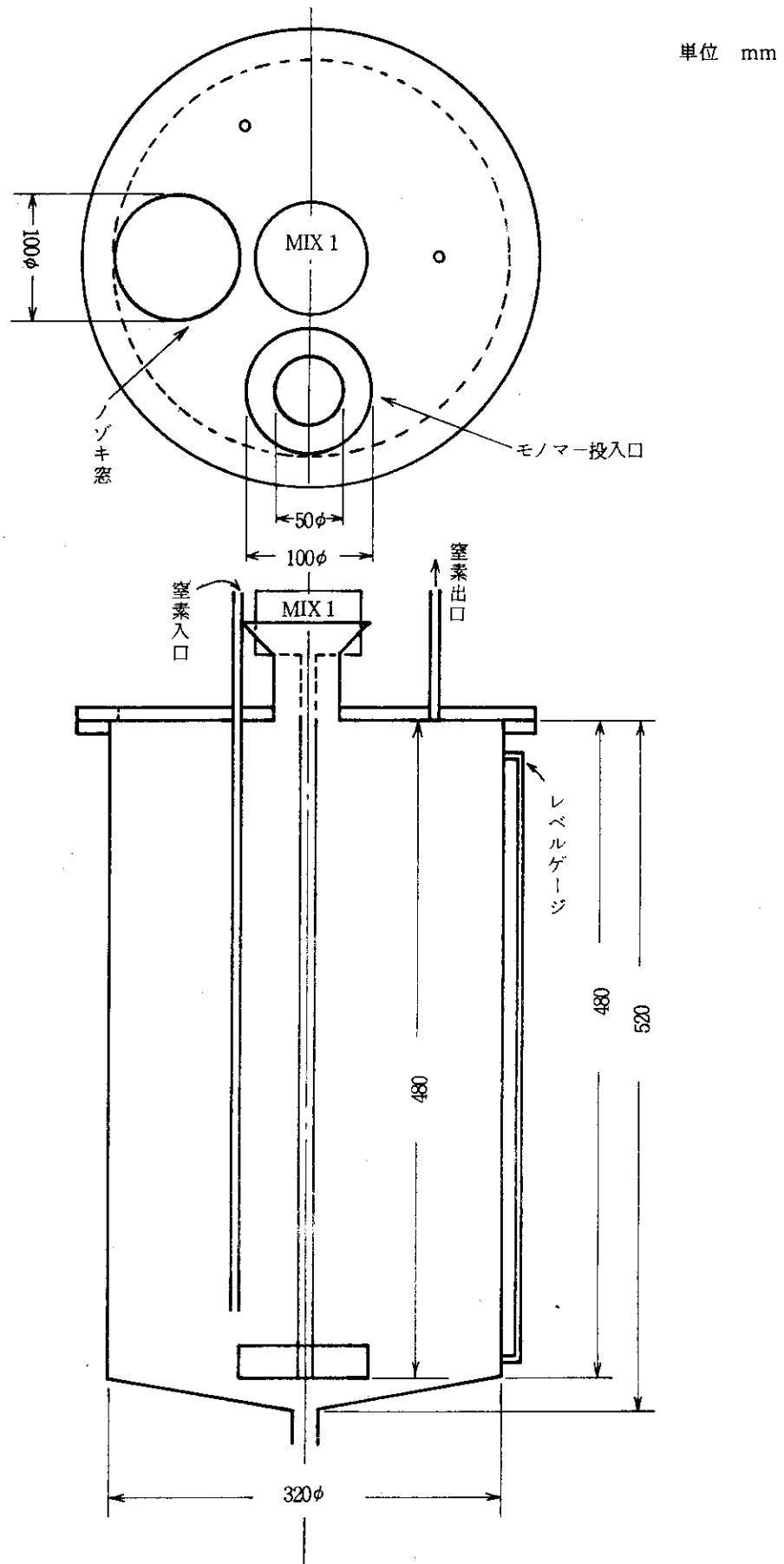


図10 モノマー混合槽 (TNK-1)

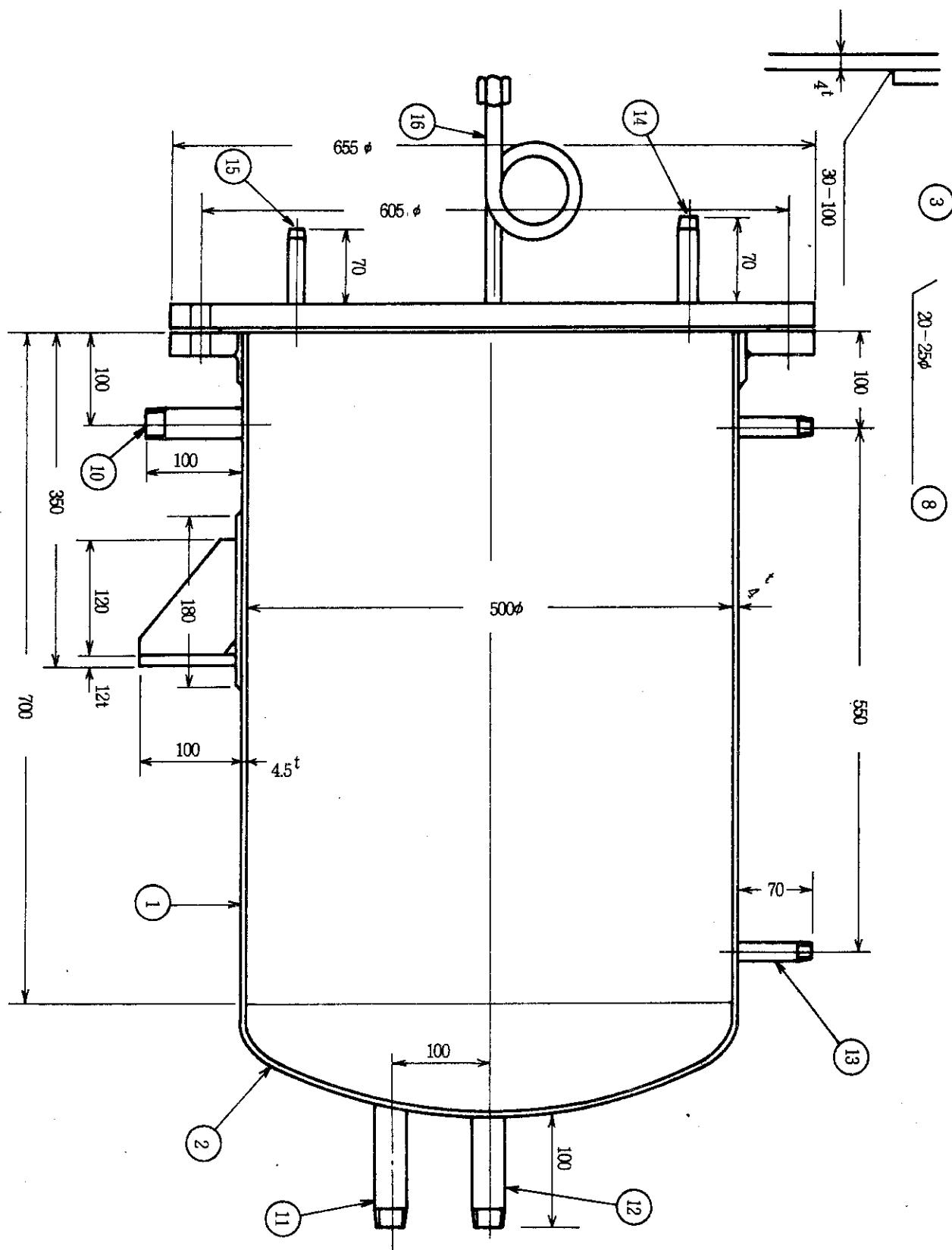


図11 温水槽・冷却槽用支給品図面

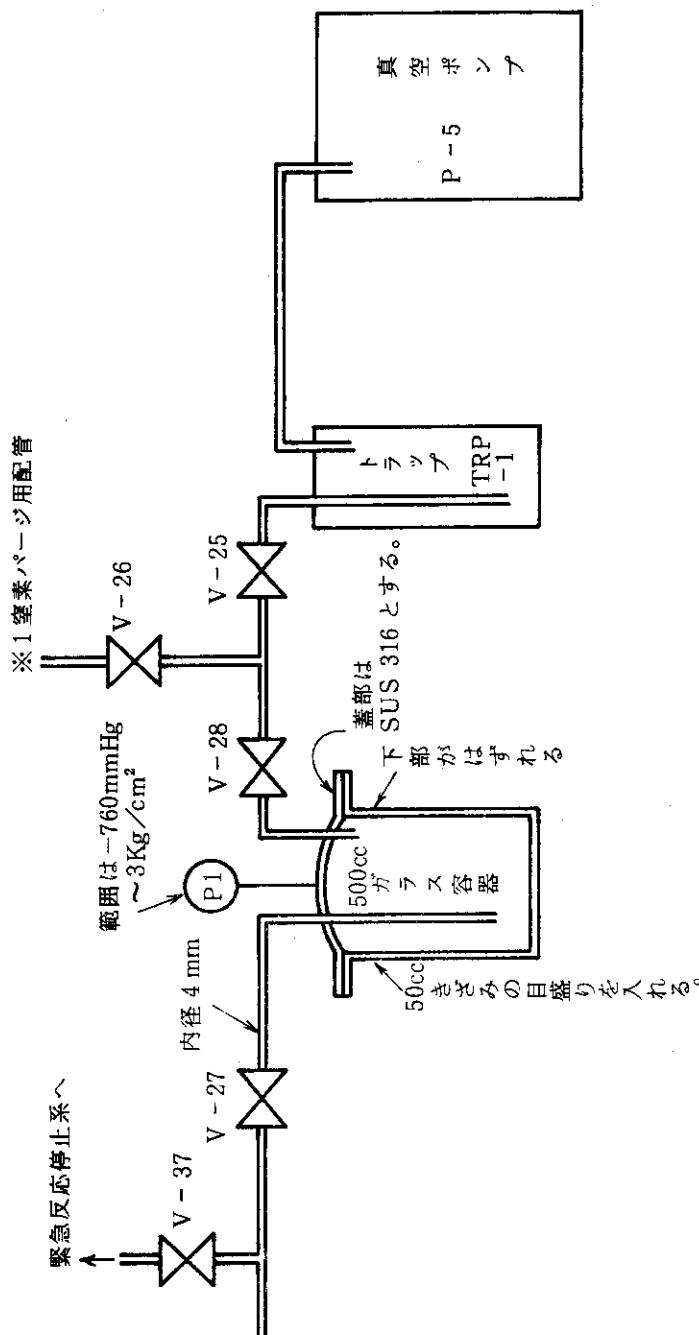


図12 サンプリング回路

4 装置の概要

4.1 装置の構成

装置の主要構成器一覧を表11に示した。

4.2 フローシートおよび配置図

フローシートおよび機器平面配置図を図13および図14に示した。また、主要機器のうち反応器、モノマー混合槽、モノマー混合槽架台、温水槽・冷水槽およびブライン槽を、それぞれ図15、図16、図17、図18および図19に示した。

4.3 配管・配線図

配管に関する斜視図および平面図を、それぞれ図20および図21に示した。

電気計装配線図は、図22に示した。

電気計装のうち、制御盤外形図および制御盤内部配置図を、それぞれ図23および図24に示した。また、結線図、展開接続図、警報回路図を図25～図35に示すとともに、表12および表13に端子表および銘表・部品表を示した。

計装機器については、その仕様を表14に一括して示した。

表11 装置構成機器一覧

名 称 (略号)	型 式	寸法・性能
反応槽 (R - 1)	円筒堅型,攪拌機付	400φ×550h
モノマー混合槽 (TNK - 1)	円筒堅型,攪拌機付	312φ×480 h
温水槽 (TNK - 2)	円筒堅型	500φ×700 h
冷水槽 (TNK - 3)	円筒堅型	500φ×700 h
排液貯槽 (TNK - 4)	ボリ容器	100ℓ
ブライン槽 (TNK - 5)	角 型	1000□×1000h
定量ポンプ (P - 1)	ベローズポンプ	500cc/min
移送ポンプ (P - 2)	カスケードポンプ	7ℓ/min
循環ポンプ (P - 3)	カスケードポンプ	30ℓ/min
排液ポンプ (P - 4)	カスケードポンプ	10ℓ/min
真空ポンプ (P - 5)		100ℓ/min
ブライン循環ポンプ (P - 6)	カスケードポンプ	20ℓ/min
冷凍機 (C - 1)	開放型	3500 kcal/hr
コールドトラップ (TRP - 1)	ガラス製	
サンプリングガラス容器	円筒堅型	500 cc
緊急反応停止用ガラス容器	円筒堅型	1000 cc

表12 制御盤内端子表

T-1

1Φ2W	R1
100V	S1
1Φ2W	R2
100V	S2
1Φ3W	R3
200/100V	S3
3Φ3W	R4
200V	S4
3Φ3W	R5
200V	S5

T-2

MIX-1	U2/
6.5W	V21
P-1	U22
15W	V22
P-2	U23
600W	V23
P-5	U24
200W	V24
H-1	U31
3kW	W31
H-2	U32
1.5kW	W32
P-3	U41
0.25kW	V41
P-4	U42
0.2kW	W42
P-6	U43
0.4kW	V43
MIX-2	U44
0.25kW	W44
C-1	U51
2.2kW	W51

T-3

1	1071	温水槽
2	1072	温水槽
3	1073	
4	1002	□ V-40
5	1003	
6	1005	□ V-19
7	1003	
8	1008	□ V-20
9	1003	
10	1011	□ V-23
11	1003	
12	1014	□ V-24
13	1003	
14	1011	□ V-29
15	1003	
16	1000	9 □ 温度
17	1019	△ 温度
18	R108	
19	1809	○ FIA
20	44-P	
21	44-N	○ AS MIX
22	44-O	○ TM -2
23	44-L	
24		
25		
26		
27		
28		
29		
30		

T-4

1	1011+	CA
2	1011-	
3	G	TR-1-1
4	1012+	CA
5	1012-	
6	G	TR-1-2
7	1013+	CA
8	1013-	
9	G	TR-1-3
10	1014+	CA
11	1014-	
12	G	TR-1-4
13	1015+	CA
14	1015-	
15	G	
16	1016+	CA
17	1016-	
18	G	
19	1021+	CC
20	1021-	
21	G	TR-2-1
22	1022+	CC
23	1022-	
24	G	TR-2-2
25	1023+	CC
26	1023-	
27	G	TR-2-3
28	1024+	CC
29	1024-	
30	G	TR-2-4

T-5

1	1025+	CC
2	1025-	
3	G	
4	1026+	CC
5	1026-	
6	G	
7	1036	PT100Ω
8	1037	
9	1038	
10	G	純水槽外部
11	1051	純水槽外部
12	1052	
13	1053	
14	G	純水槽中心部
15	1042	PT100Ω
16	1043	
17	1044	
18	G	温水槽
19		
20		
21		
22		
23		
24		
25		
26		
27		
28		
29		
30		

表13 制御盤銘板・部品表

銘板表

銘板No.	形 刻 文	器 具 形 式
A - 1	改質水性塗料製造試験装置	APN
B - 1	单相電源(1) 1φ100V	
B - 2	单相電源(2) 1φ100V	
B - 3	单相電源(3) 1φ100V/200V	
C - 4	3相電源(1) 3φ200V	
C - 5	3相電源(2) 3φ200V	
D - 6	反応槽温度異常	SL48
D - 7	反応槽攪拌機トルク異常	
D - 8	コンデンサー断水	
D - 9	電磁弁電源異常	
E - 1	定量ポンプ	PSK
E - 2	移送ポンプ	
E - 3	排液ポンプ	
E - 4	フライイン循環ポンプ	
E - 5	冷凍機	
E - 6	循環ポンプ	
E - 7	ヒーター(15kW)	
E - 8	ヒーター(3kW)	
F - 1	温度記録計	ET-1200
F - 2	温度記録計	ET-1200
F - 3	回転数・トルク記録計	ER102
F - 4	反応槽・温度警報計	R7394D
F - 5	N ₂ 流量調節計(モノマー混合槽)	CP-120-615V
F - 6	" (反応槽)	CP-120-615V
G - 1	反応槽温度調節計	R7373B
G - 2	温水槽	R7373D
G - 3	回転数・トルク変換器	DTM-408
G - 4	冷凍機、攪拌機	ASQ-11B
H - 1	定量ポンプ	ALN
H - 2	移送ポンプ	
H - 3	排液ポンプ	
H - 4	真空ポンプ	
H - 5	フライイン循環ポンプ	
H - 6	冷凍機	
H - 7	循環ポンプ	
H - 8	モノマー混合槽攪拌機	
H - 9	ヒーター(1.5kW)	APN ASN
H - 10	ヒーター(3kW)	APN ASN
H - 11	トルクメータ	ALN
G - 1	V-19	APN ASN
G - 2	V-20	
G - 3	40	
G - 4	23	
G - 5	24	
G - 6	29	
G - 7	アザー停止	ABN (赤)
G - 8	リセット	ABN (黒)

使用器具表

記号	名稱	形式	容量	メーカー
WL.RL,GL	表示灯	APN	18V 2W	和泉
A	電録計	PSK	SL-48	一葉
RL-1~4	表示灯			和泉
TR-1	温度記録計		ET-1200	干野
V-2	回転数トルク記録計			横河
TQR-SR	回転数トルク記録計	ER102		河武
TA	温度警報計		R7394D	山武
TIC-1	調節計		R7373B	山武
V-2	回転トルク変換器	DTM-408		小野測器
TQS-COV	回転トルク変換器		R7370D	三菱
MX-2	AS操作箱	ASO-11B		和泉
LPL	照光式袖釦	ALN		東京計器
SS	スナップスイッチ			日立
FIC-1	ページセレクト	CP-120-615V		東京計器
FIC-2				日立
CS	切替開閉器	ASN		和泉
X	液面继电器	MK3PF		白石
NFB	配線遮断器	NF-30C		三菱
ELB-1~2	漏電	NV-1F		
ELB-3		NV-30F		
ELB-4,5	電磁接觸器	S-A11		
52-2122,23		MSO-A11		
52-2324,41~45	電磁開閉器	S-A21		
52-31		MSO-A11		
52-51		ヒューズ		坂菱
TB	端子台	T30,T-10-		日本實業
ANN1~4	アンナショーテーリレー	ADA1P-E		
66	フリカーリレー	JH13P		

表 14 計装機器仕様リスト（その1）

JAERI-M 8183

TAG No	数量	測定箇所	型式	製造者	取付箇所	目盛	取付寸法	材質	耐候品	備考
TR-1	1	温度記録計 (ET-1200 TM)	千野 P	(JIS C-A)	岡崎 L	0~100 °C	PT 1/2 ^b	SUS316	d=φ1.2	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式
TR-1-1E	1	反応槽中心部 熱電対 (JIS C-A)	岡崎 L	(JIS C-A)	PT 1/2 ^b	SUS316	d=φ1.2	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=300mm	L=150mm
TR-1-2E	1	反応槽端部 熱電対 (JIS C-A)	岡崎 L	(JIS C-A)	PT 1/2 ^b	SUS316	d=φ1.2	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=100mm	L=170mm
TR-1-3E	1	ヘントンセンサ-出口 熱電対 (JIS C-Aシース式)	岡崎 L	(JIS C-Aシース式)	PT 1/8 ^b	SUS347	d=φ4.8	B型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=400mm	L=50mm
TR-1-4E	1	海水槽 熱電対 (JIS C-Aシース式)	岡崎 L	(JIS C-Aシース式)	PT 1/8 ^b	SUS347	d=φ4.8	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=400mm	L=300mm
TR-2	1	温度記録計 (ET-1200 TM)	千野 P	(JIS C-Cシース式)	岡崎 L	-100~+100°C	PT 1/8 ^b	SUS347	d=φ4.8	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式
TR-2-1E	1	海水槽 熱電対 (JIS C-Cシース式)	岡崎 L	(JIS C-Cシース式)	PT 1/8 ^b	SUS347	d=φ4.8	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=400mm	L=300mm
TR-2-2E	1	アライン槽 熱電対 (JIS C-Cシース式)	岡崎 L	(JIS C-Cシース式)	PT 1/8 ^b	SUS347	d=φ4.8	A型 電源 AC100V, 50Hz 6打点式	L=450mm	L=300mm

表15 計装機器仕様リスト（その2）

表 16 計装機器仕様リスト（その3）

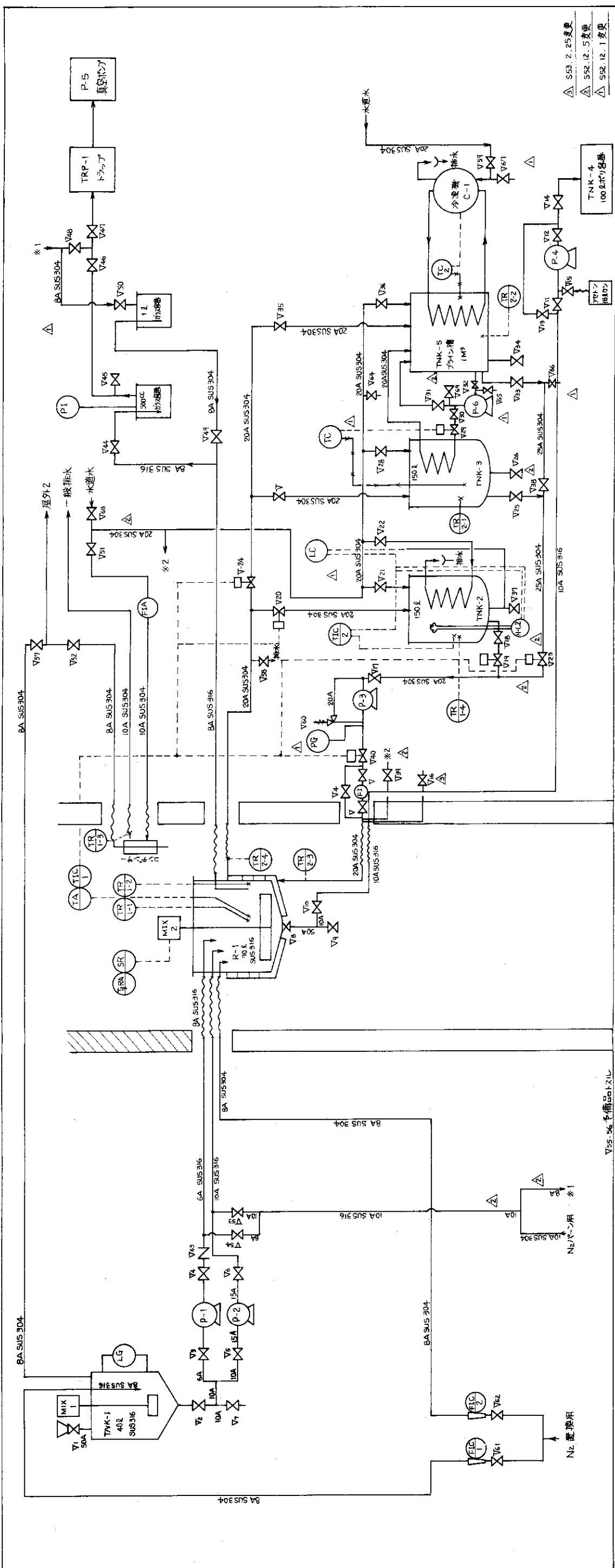
JAERI-M 8183

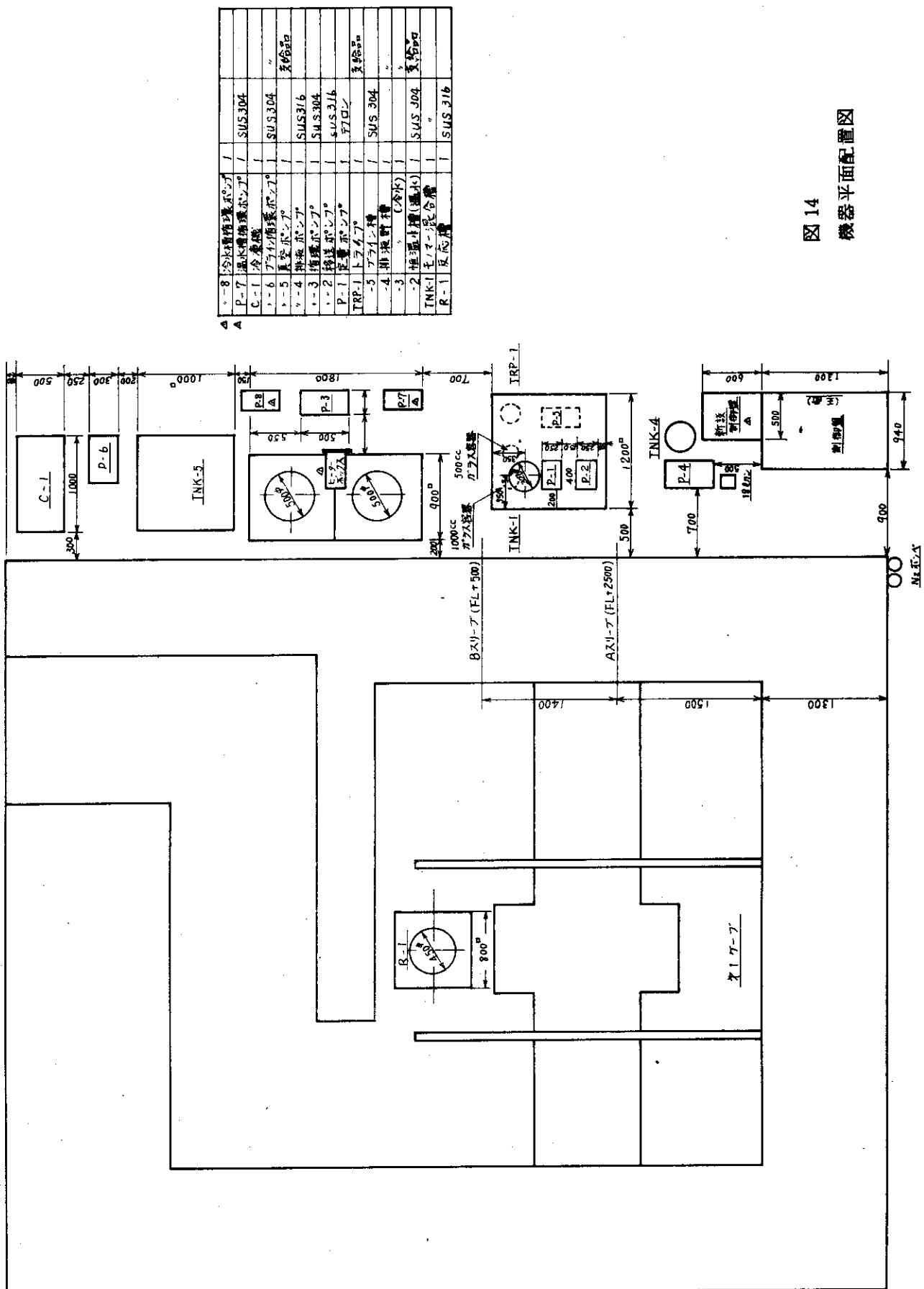
TAG. No.	数量	測定箇所	型式	製造者	取付箇所	目盛	取付寸法	材質	附属品	備考
T I C - 2	1	温水槽	偏差指示計 (R7310D)	山武	P	0~100 °C				入力 Pt100Ω, at 0°C
T I C - 2 E	1	温水槽	測量抵抗 (Pt100Ω, at 0°C, シース式)		L		PT 1/8"	SUS347	d = φ 4.8	A型
T A	1	反応槽中心部	無指示警報計 (R7384D)	山武	L	0~100 °C			f = 300 mm	
T C - 1	1	冷水槽	温度スイッチ (CNS-C114)	サギノミヤ	L	-15~+15 °C			L = 400 mm	
V - 2 9	1	電磁弁	中京 (PKW)	中京	L		PT 3/4"	SUS304	電源 AC100V, 50Hz	通電用
P I	1	ガラス容器	ブルドン管式連成計 (AU3/8×100)	長野	L	-76 cmHg~3 kg/cm ²	PF 3/8"	SUS316	指示部径 100 mm	
F I C - 1	1	N ₂ 流量	バージセット (モノマー混合器) (CP-125-615V)	東京計器	P	200~2000cc/min	PT 3/8"	SUS304	流量測定用ニードル弁 バーレックスガラス	
F I C - 2	1	N ₂ 流量	バージセット (反応槽) (CP-125-615V)	東京計器	P	200~2000cc/min	PT 3/8"	SUS304	流量測定用ニードル弁 バイレックスガラス	

JAERI-M 8183

表17 計装機器仕様リスト（その4）

図 13 装置フローシート





圖書管理機器

14

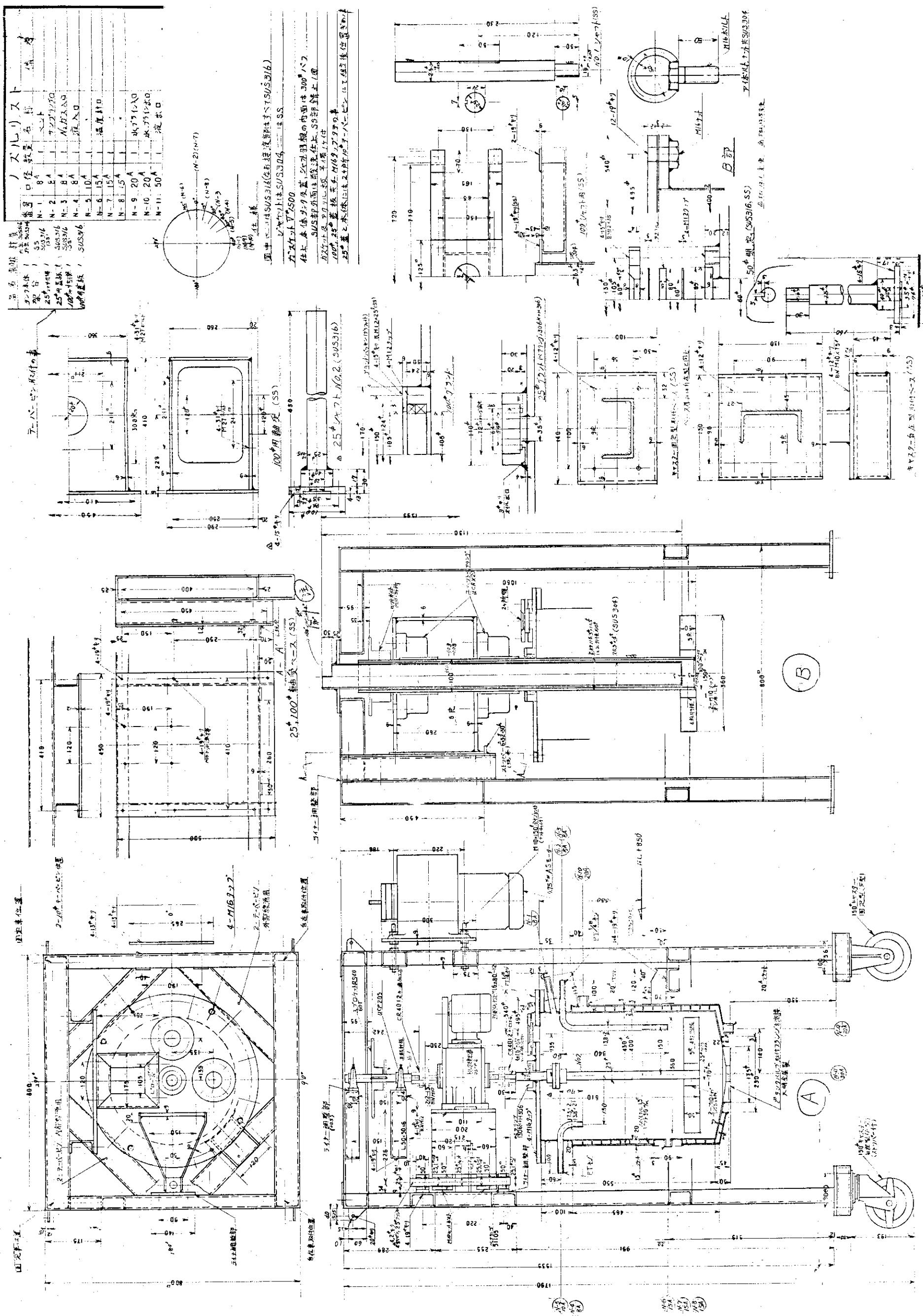


図15 反応器

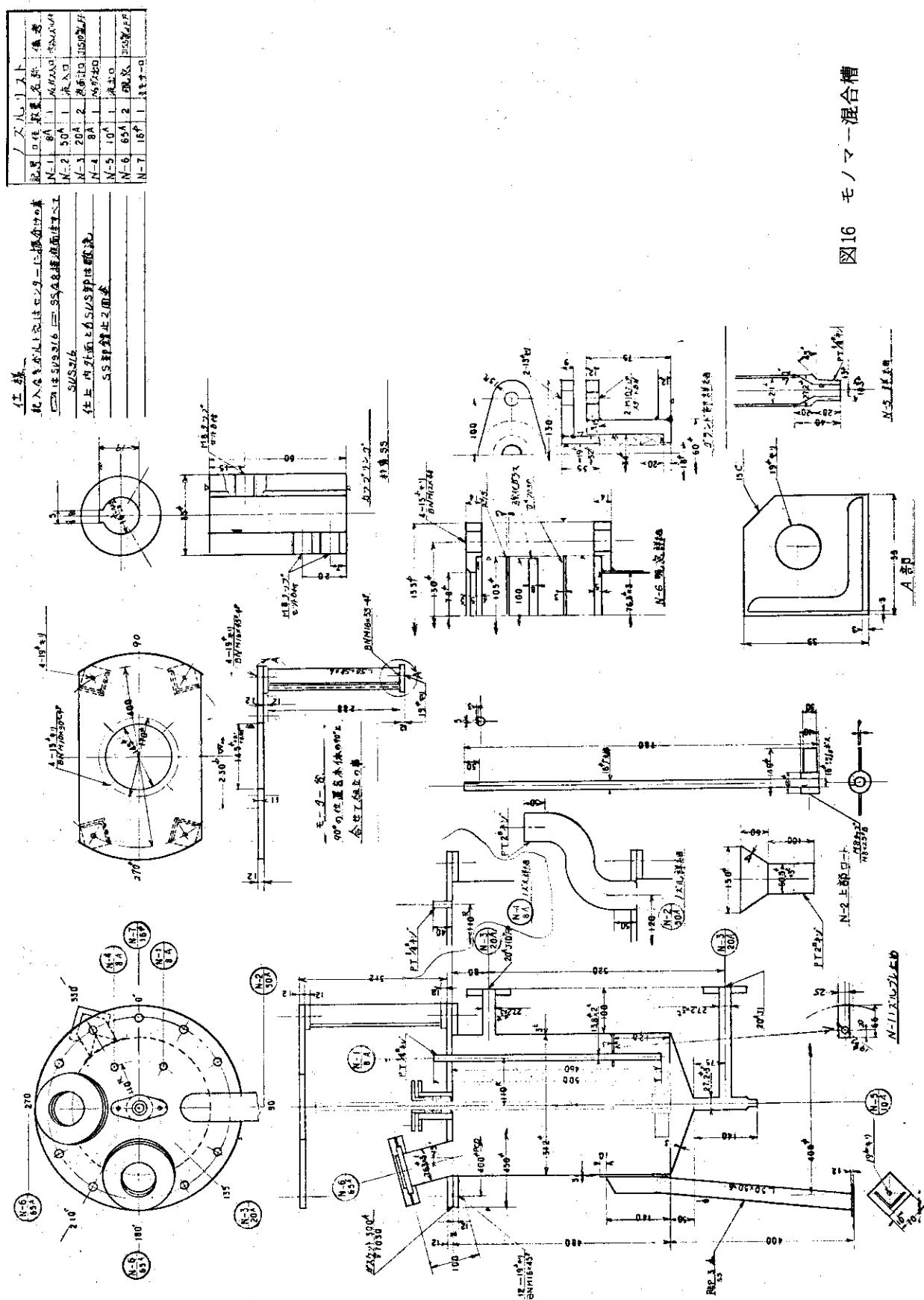
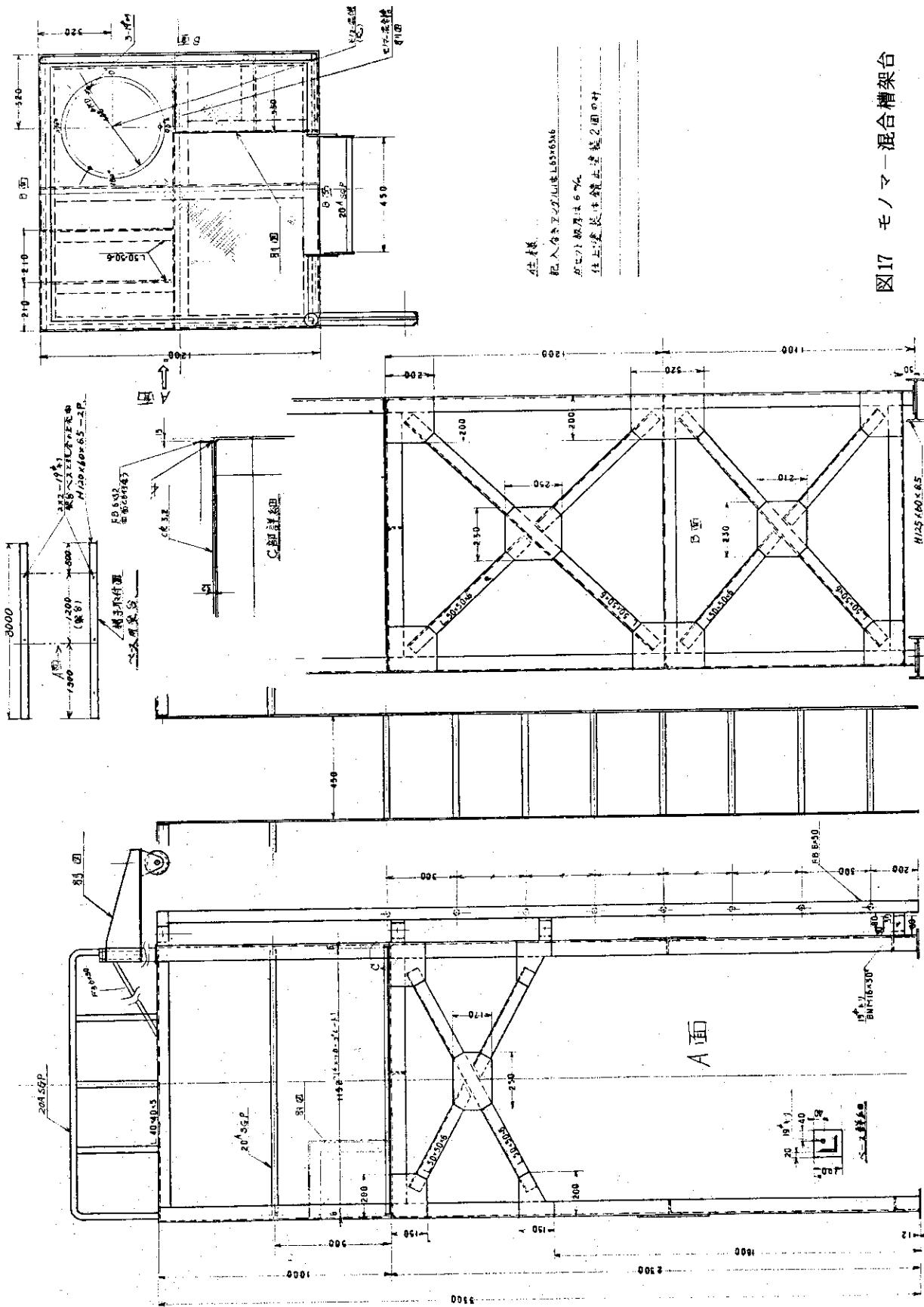


図16 モノマー混合槽

図17 モノマ-混合槽架合



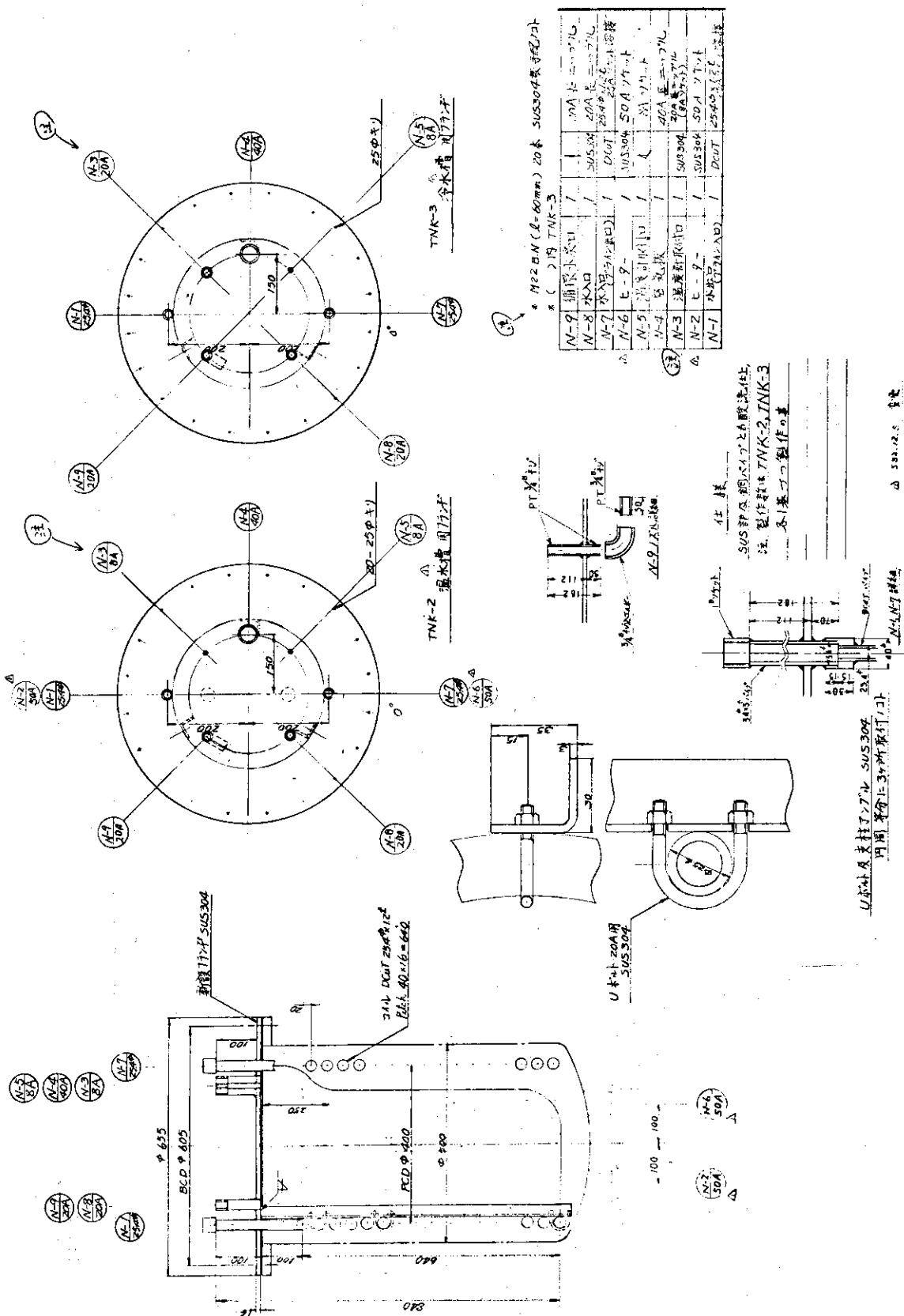


図18 溫水槽・冷却槽

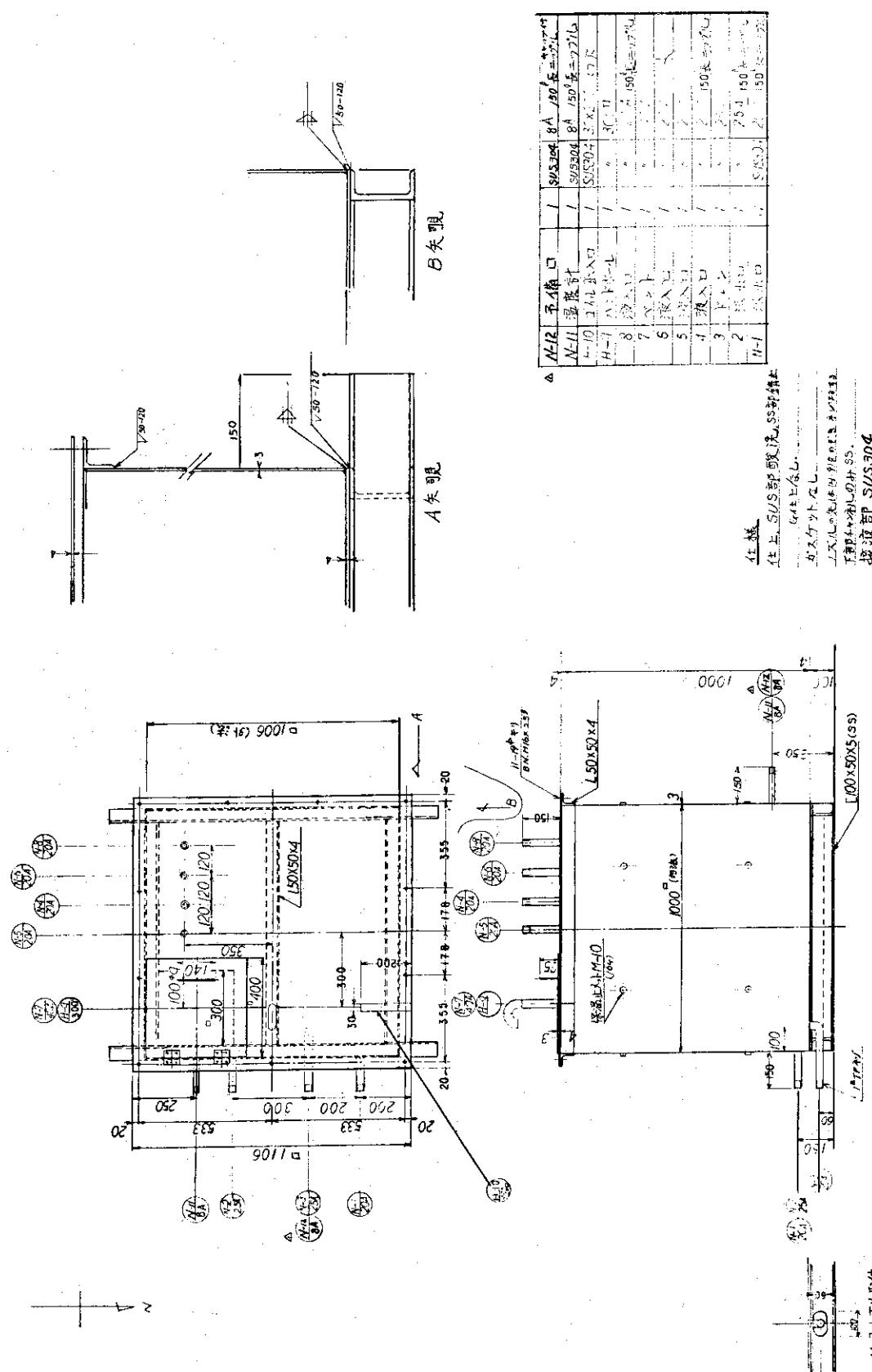


図19 ブライン槽

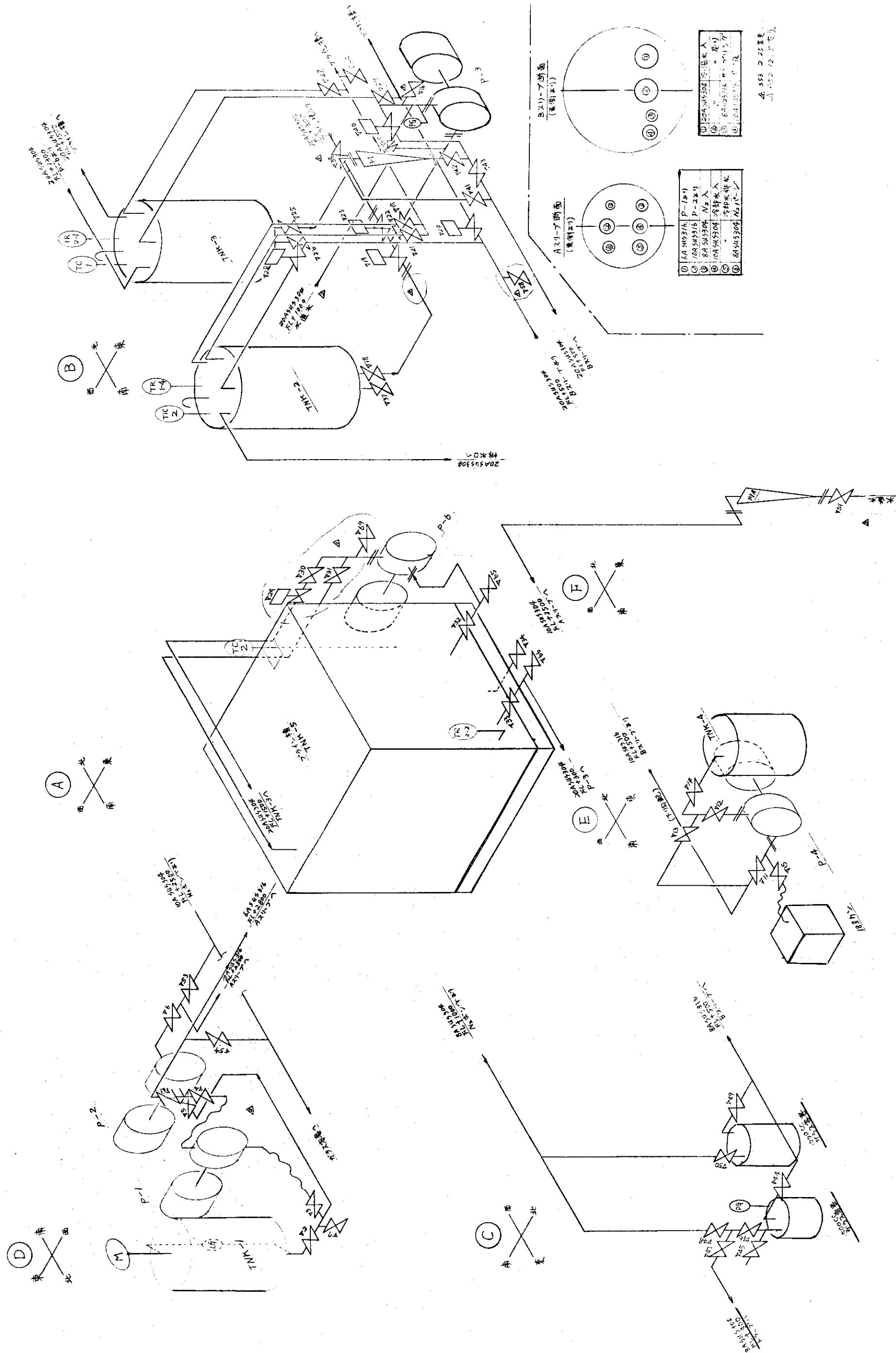


圖 20 配管斜想圖

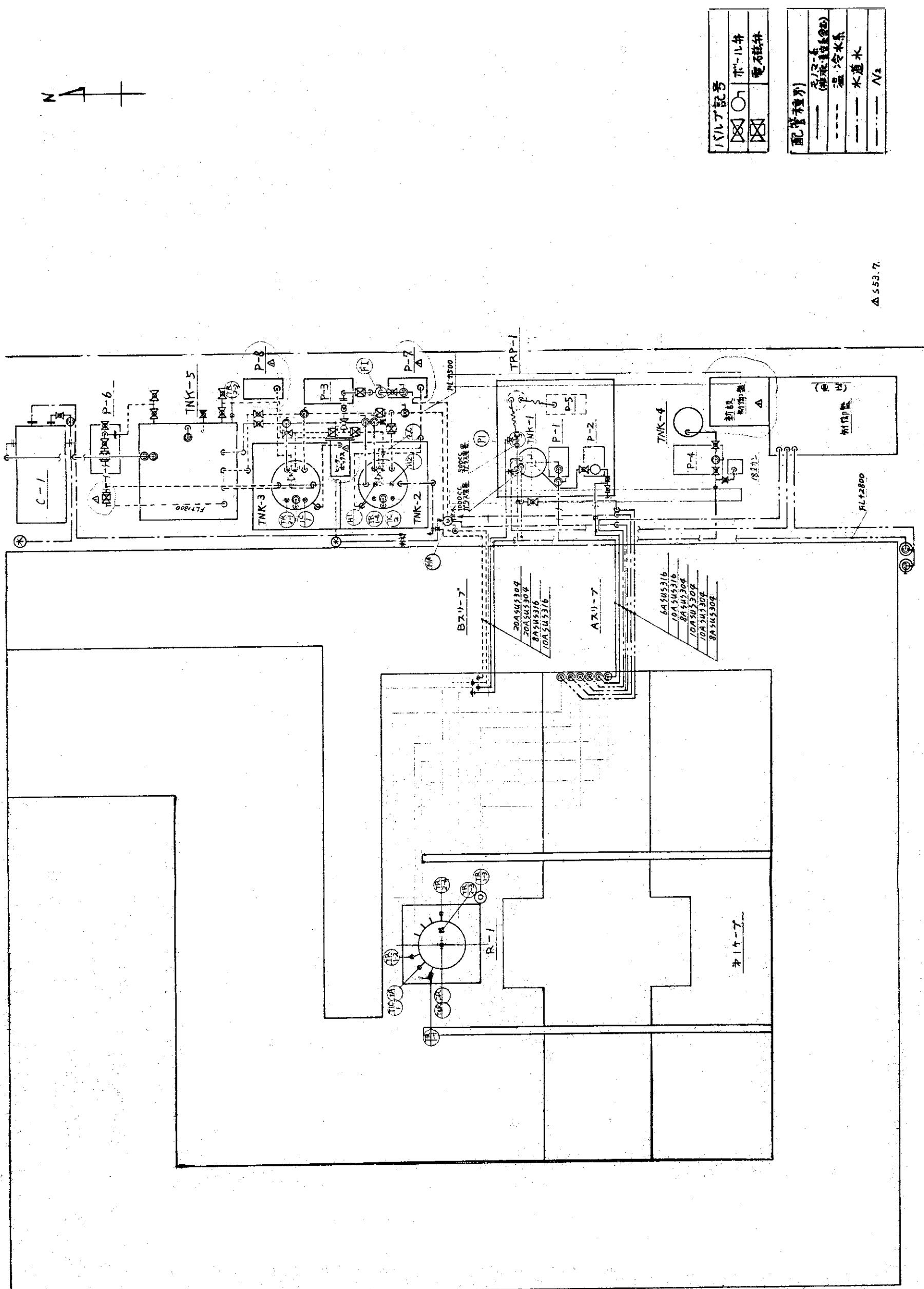
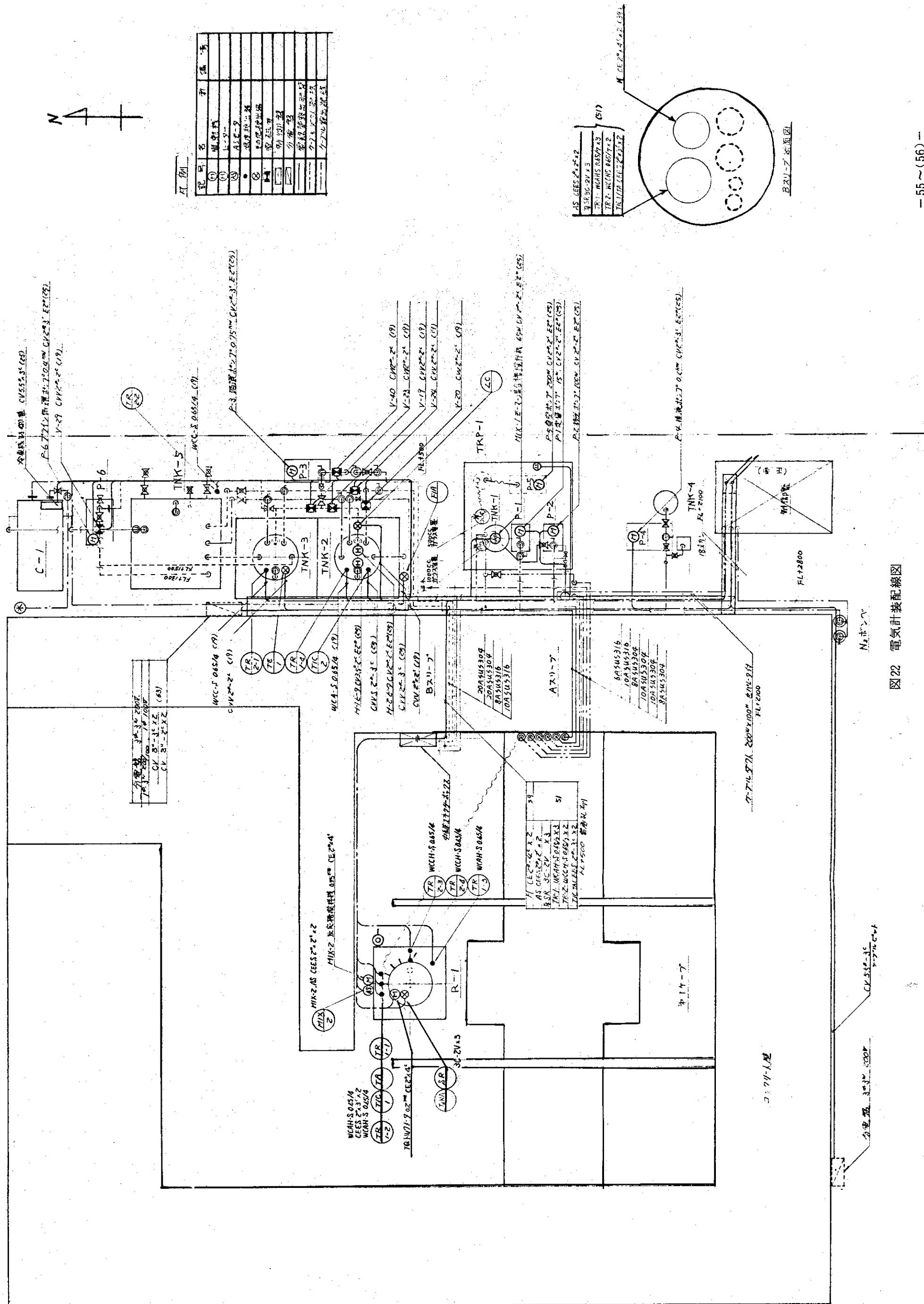


圖 2 配管平面圖



電氣計裝配線圖

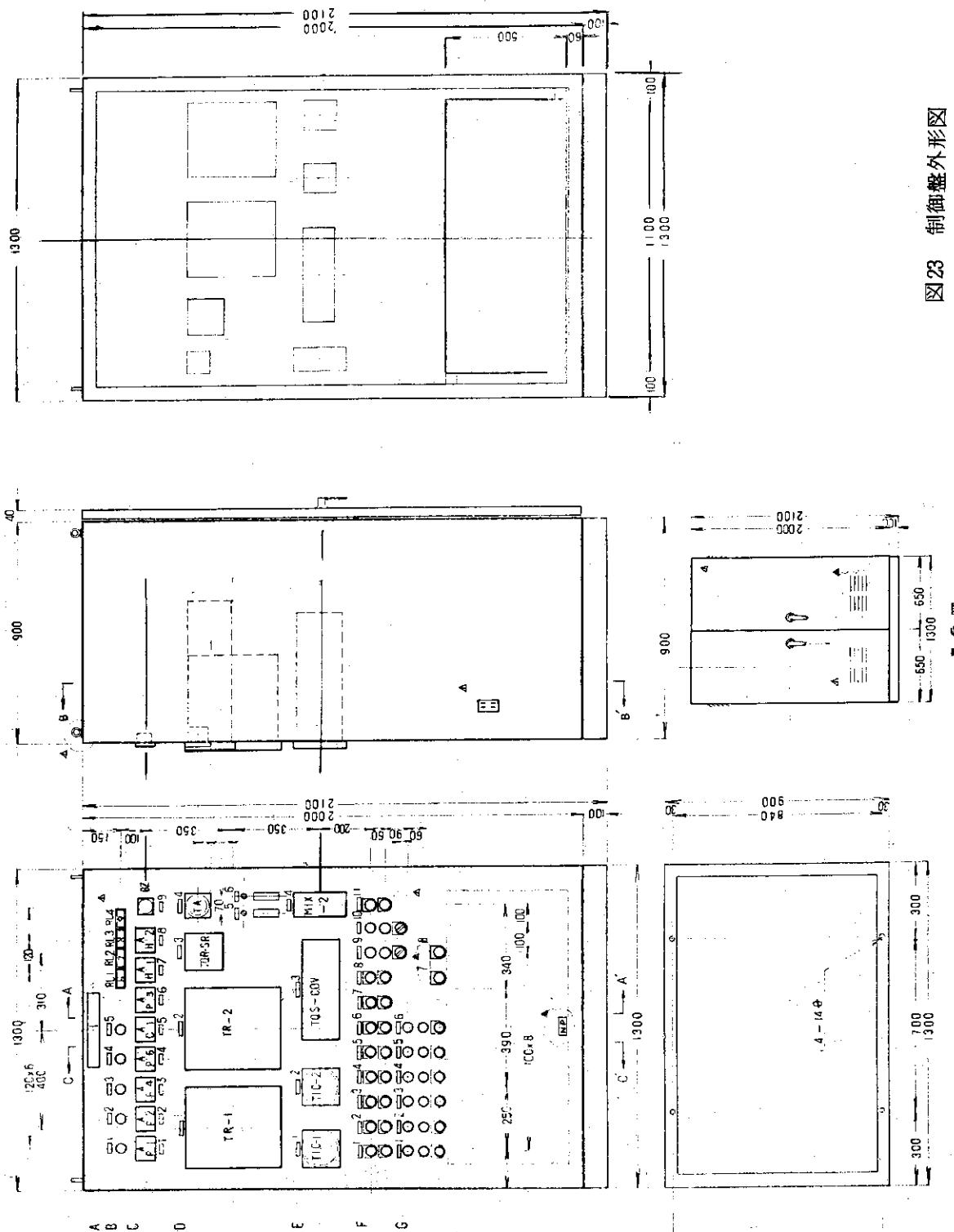


図23 制御盤外形図

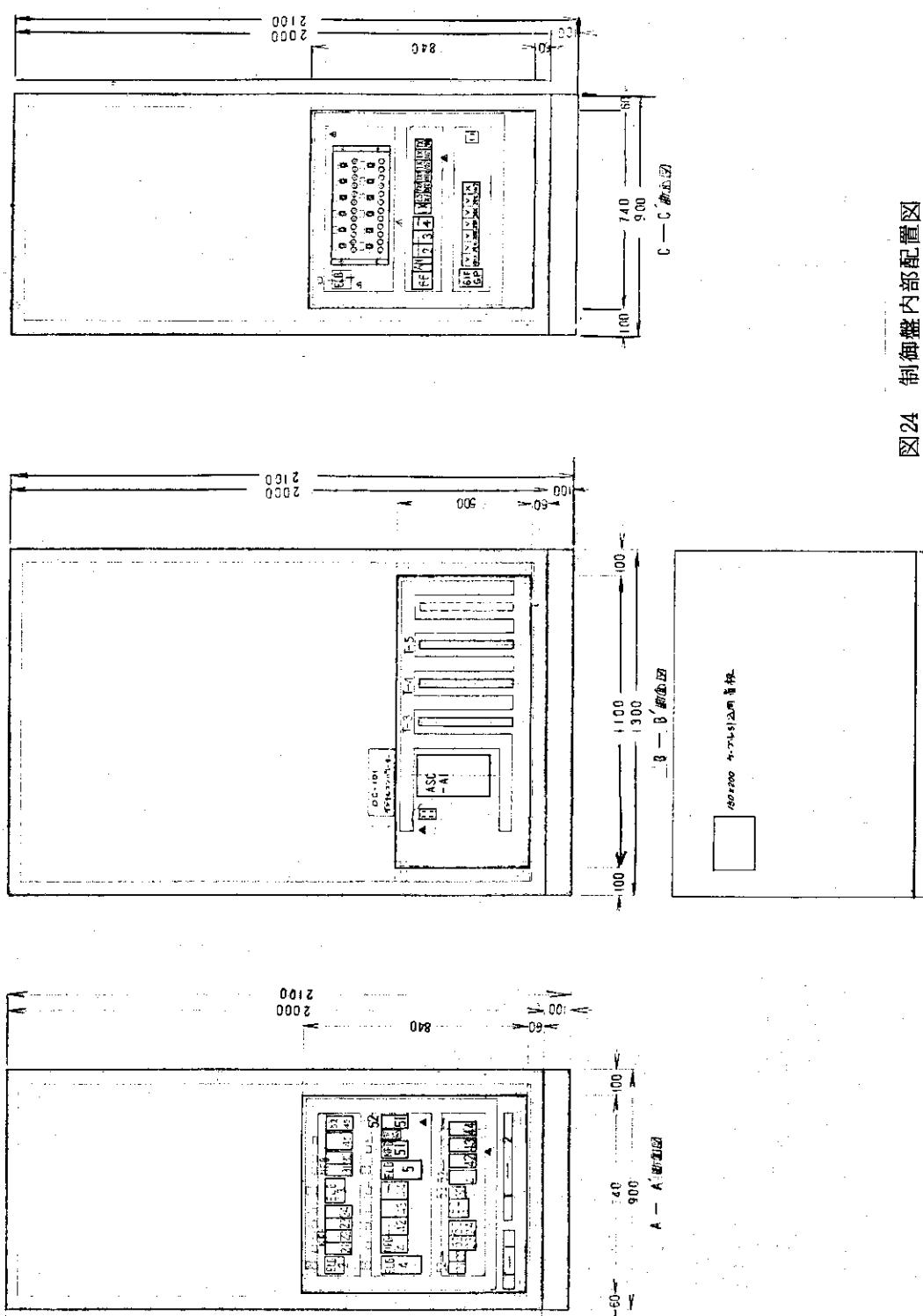


图24 制御盤内部配置図

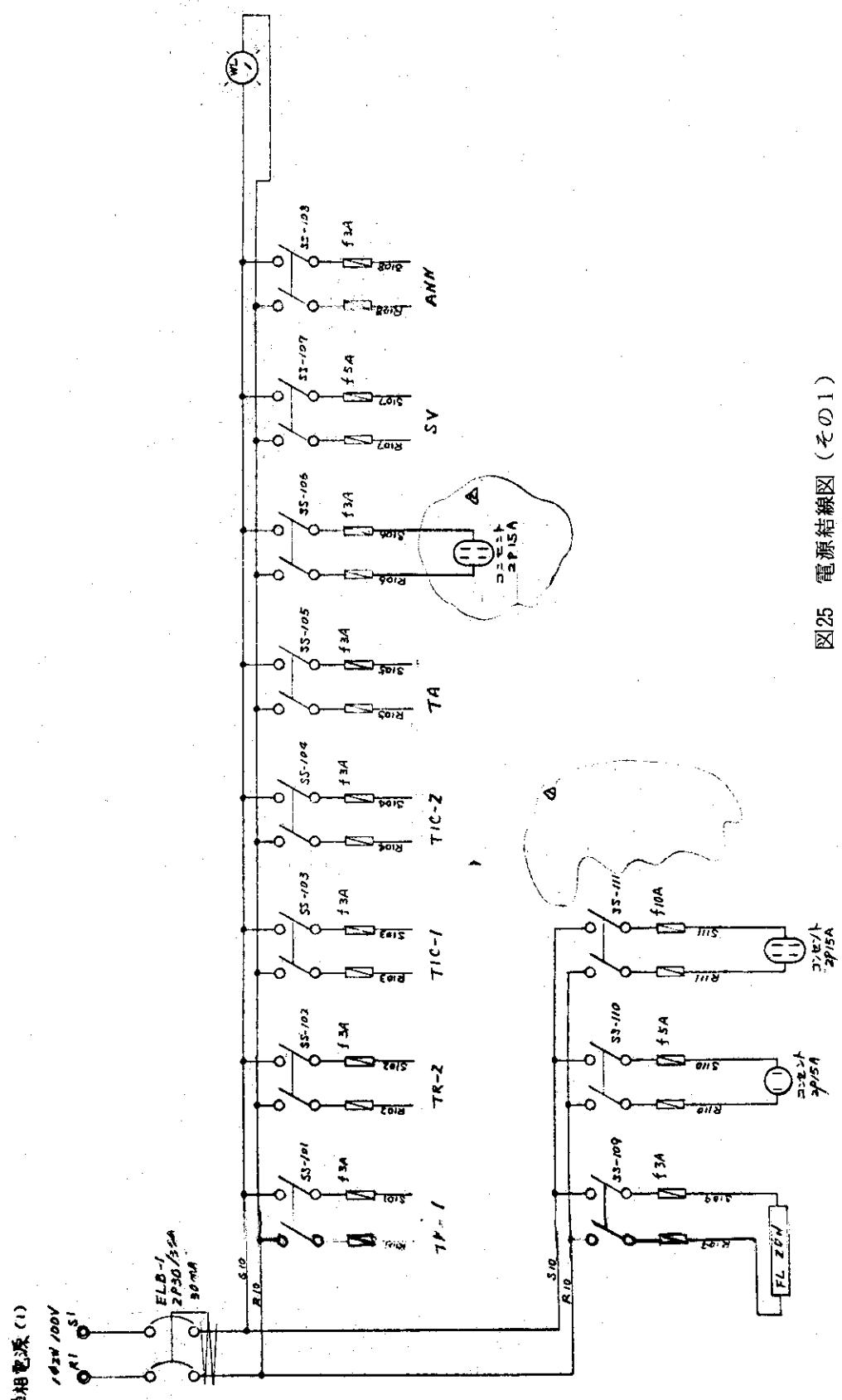


図25 電源結線図（その1）

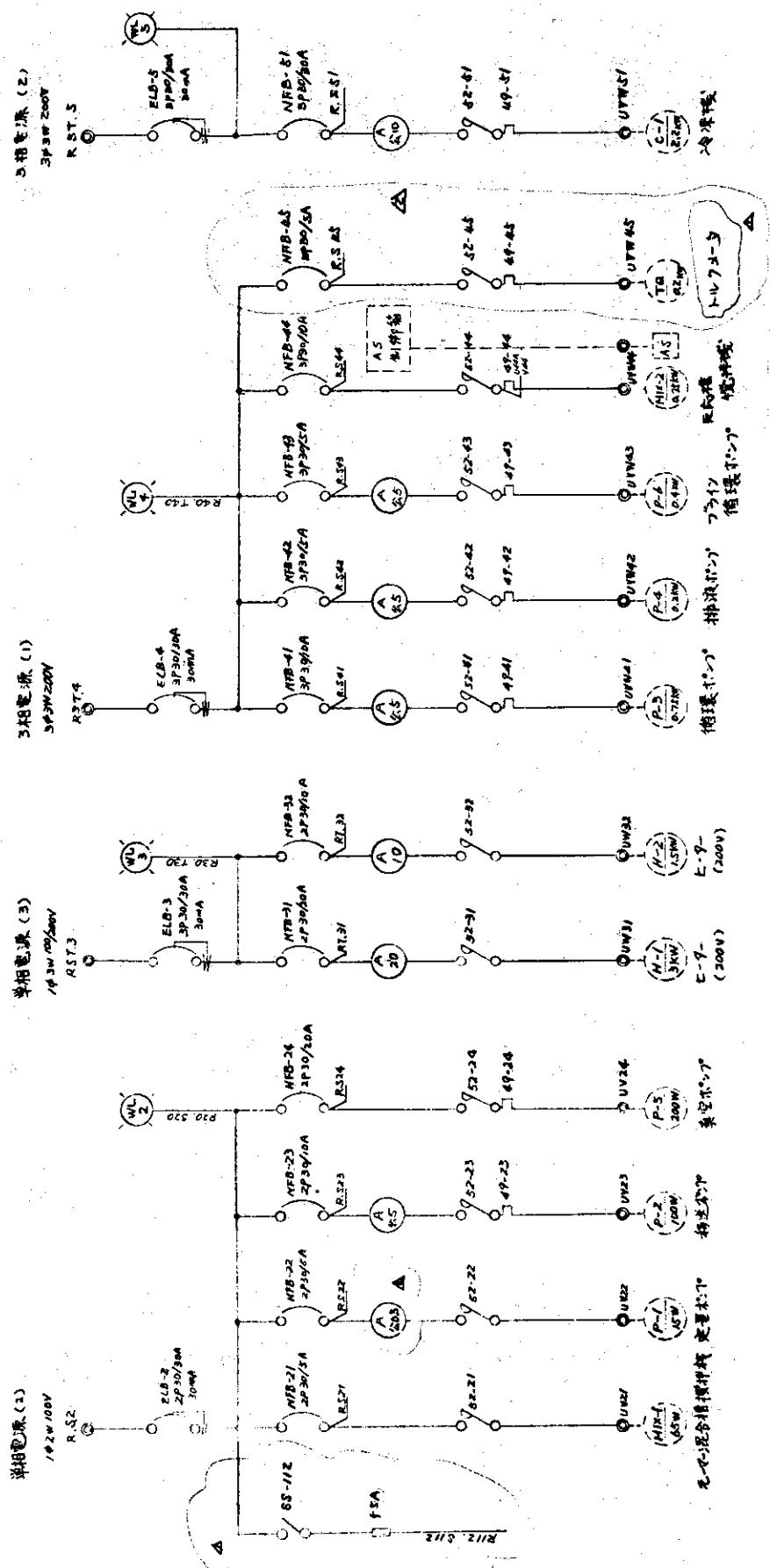
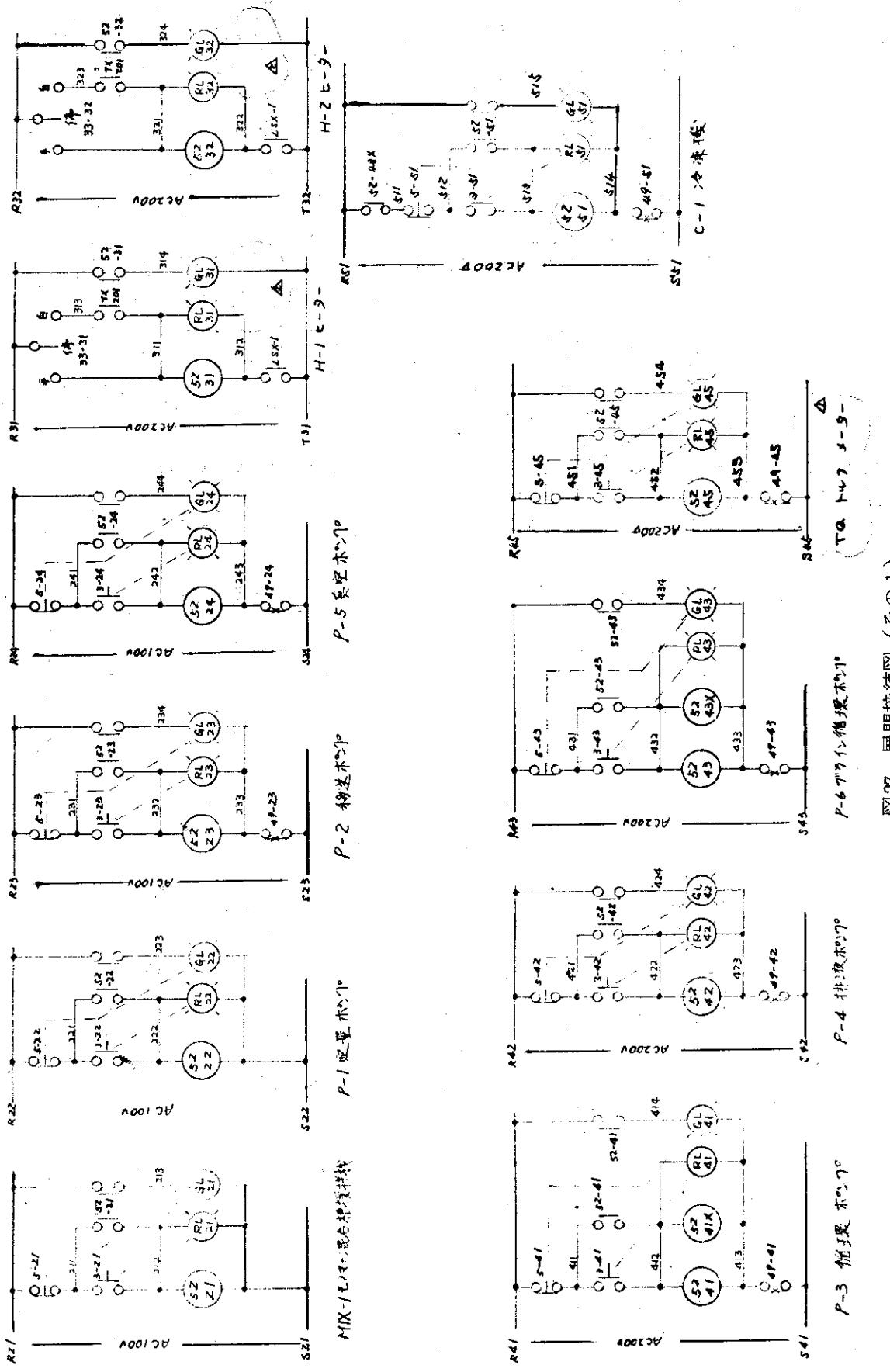


図26 電源結線図(その2)



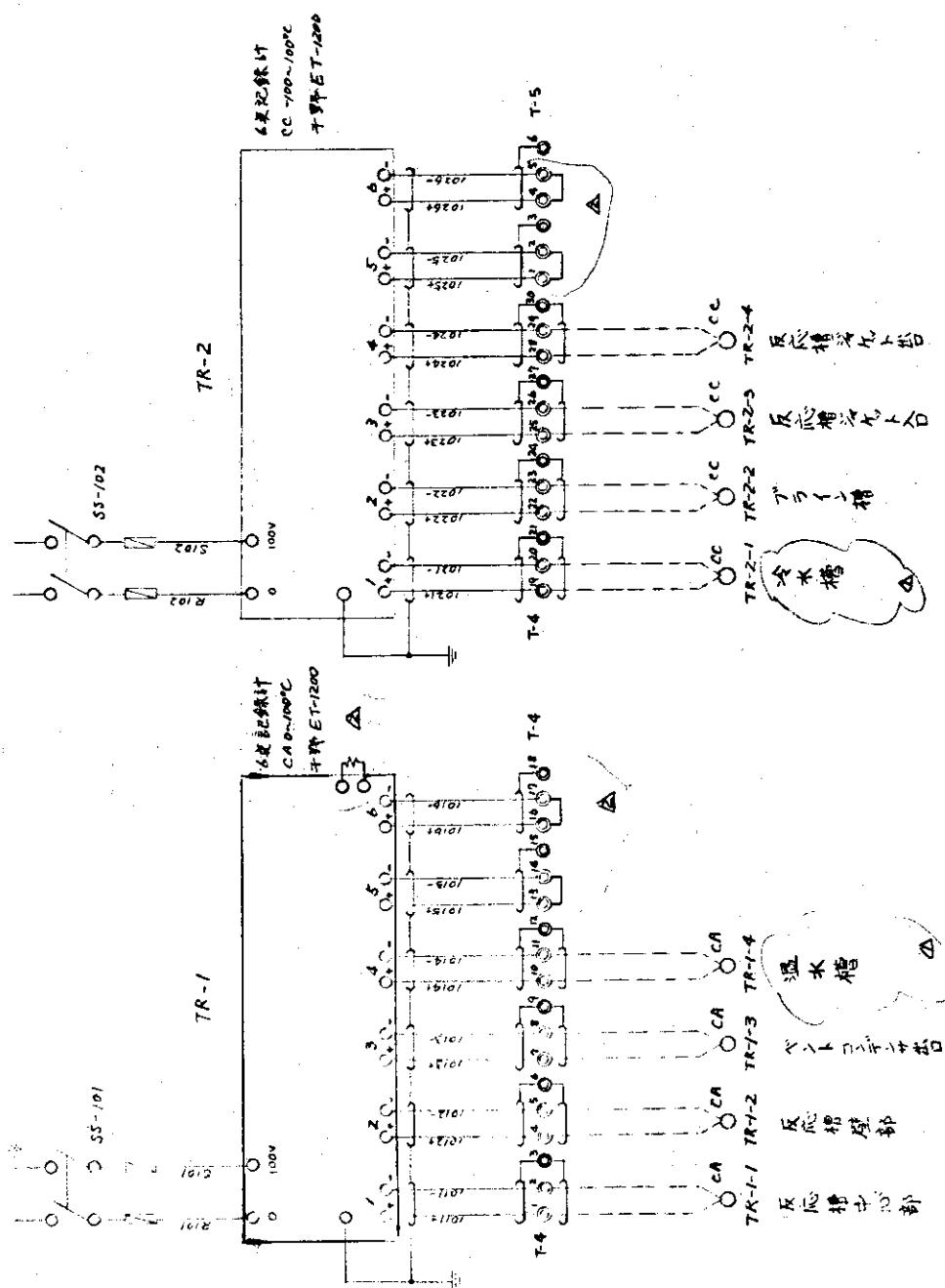


図28 展開接続図(その2)

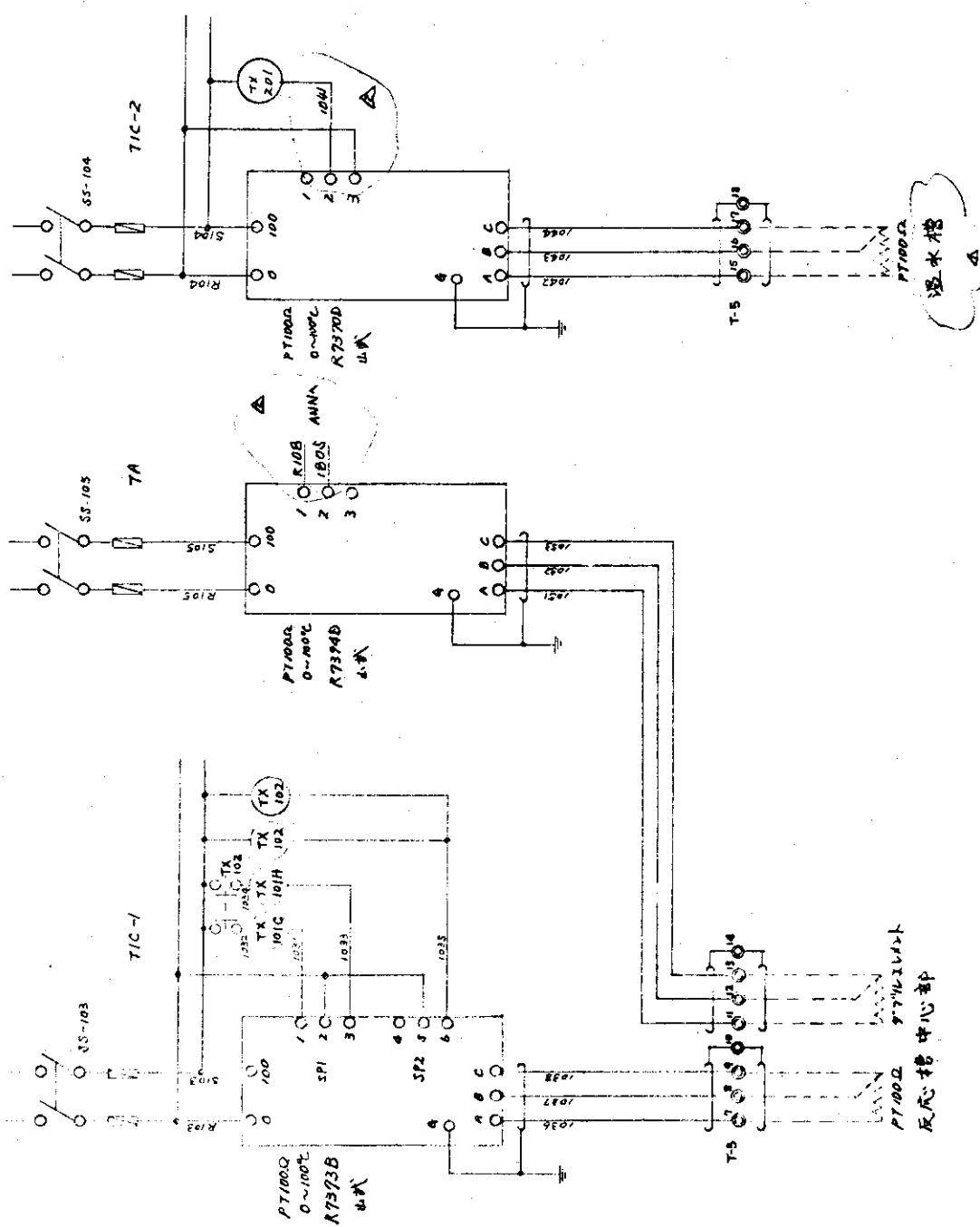


図29 展開接続図 (その3)

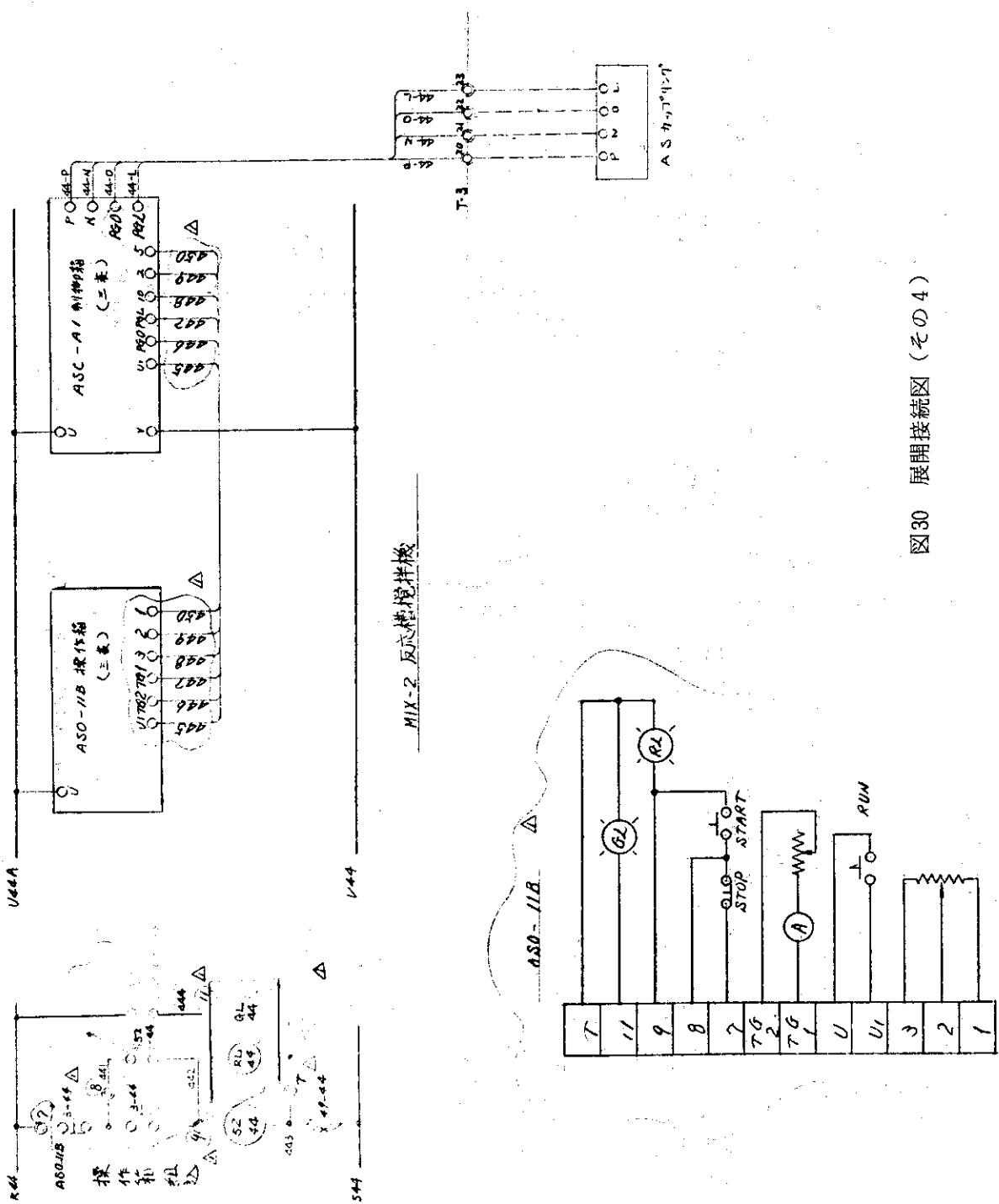


図30 展開接続図（その4）

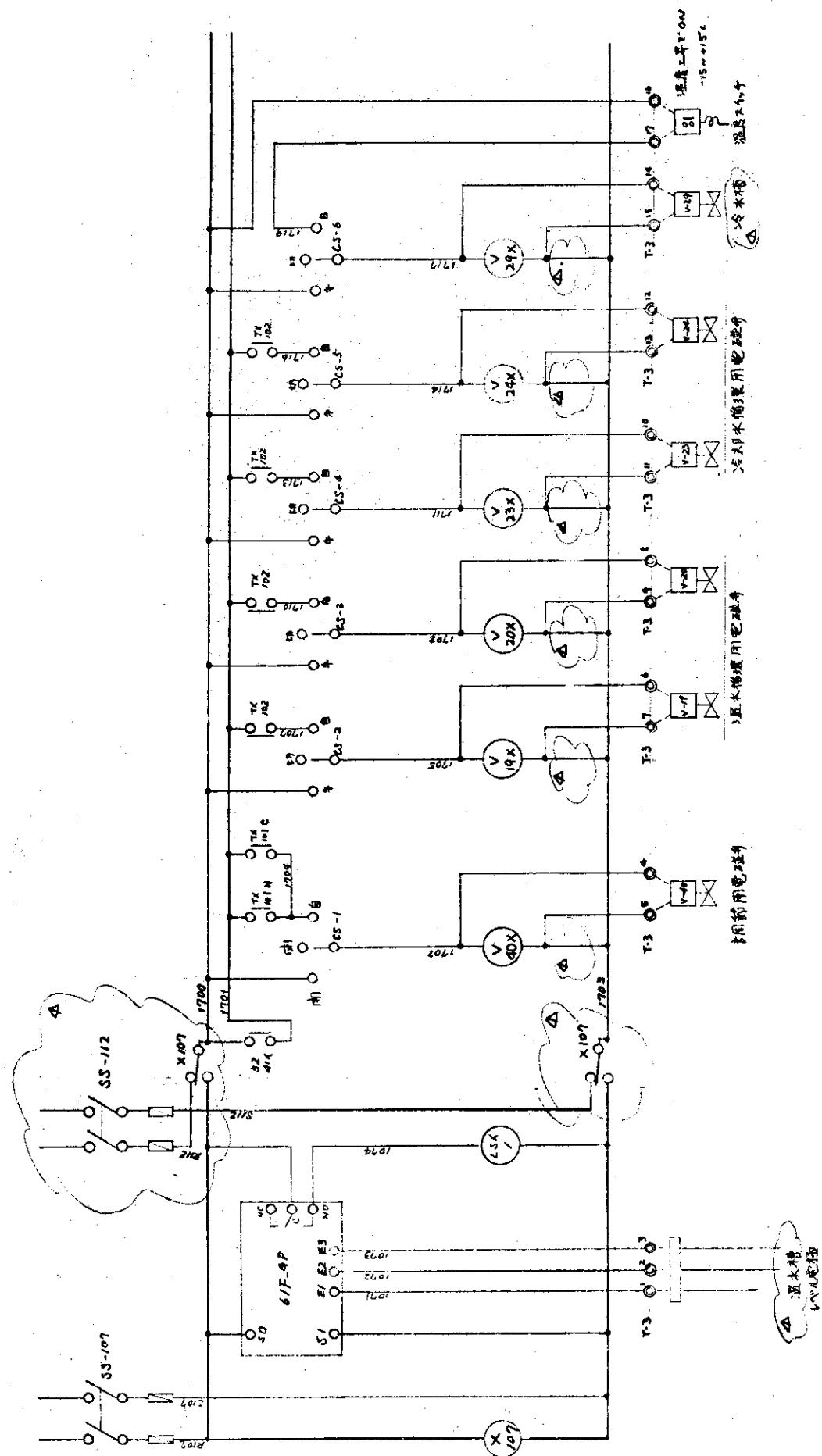


図31 展開接続図（その5）

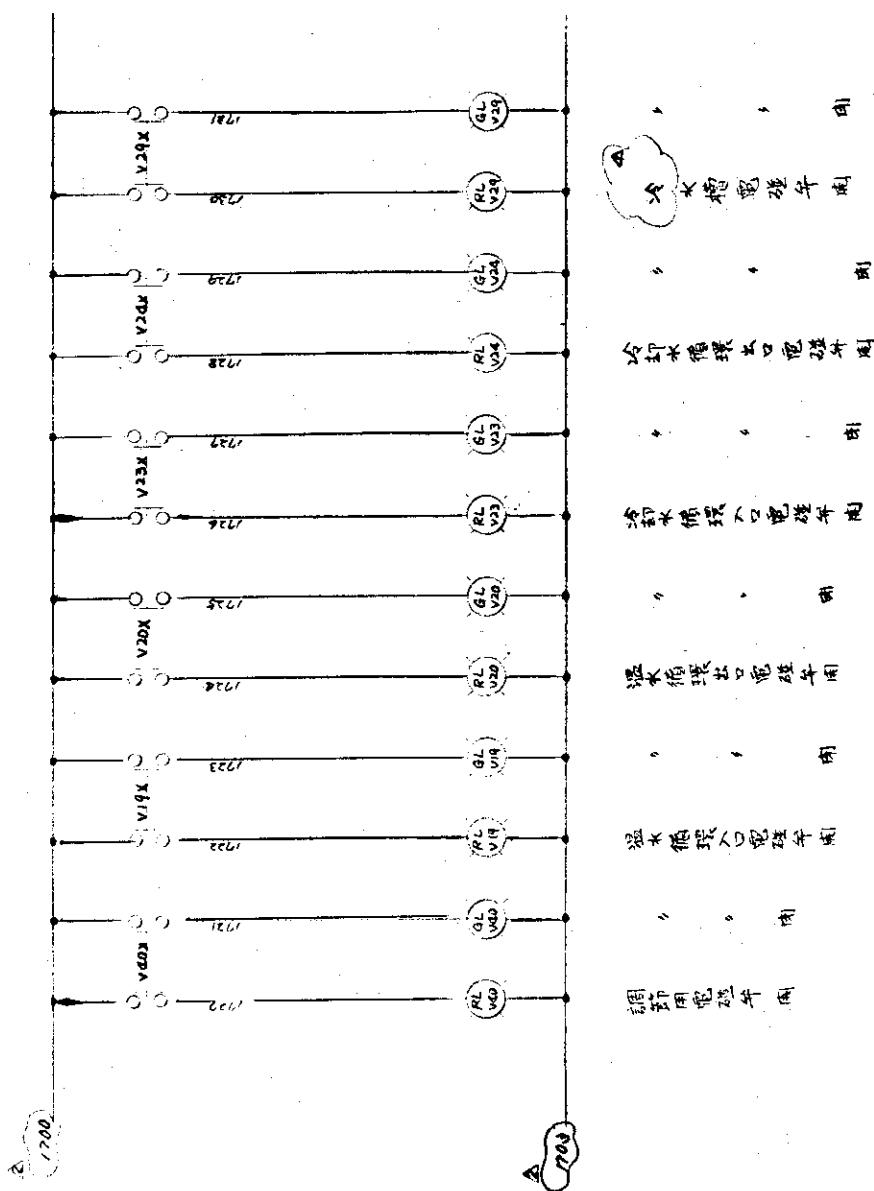


図32 展開接続図（その6）

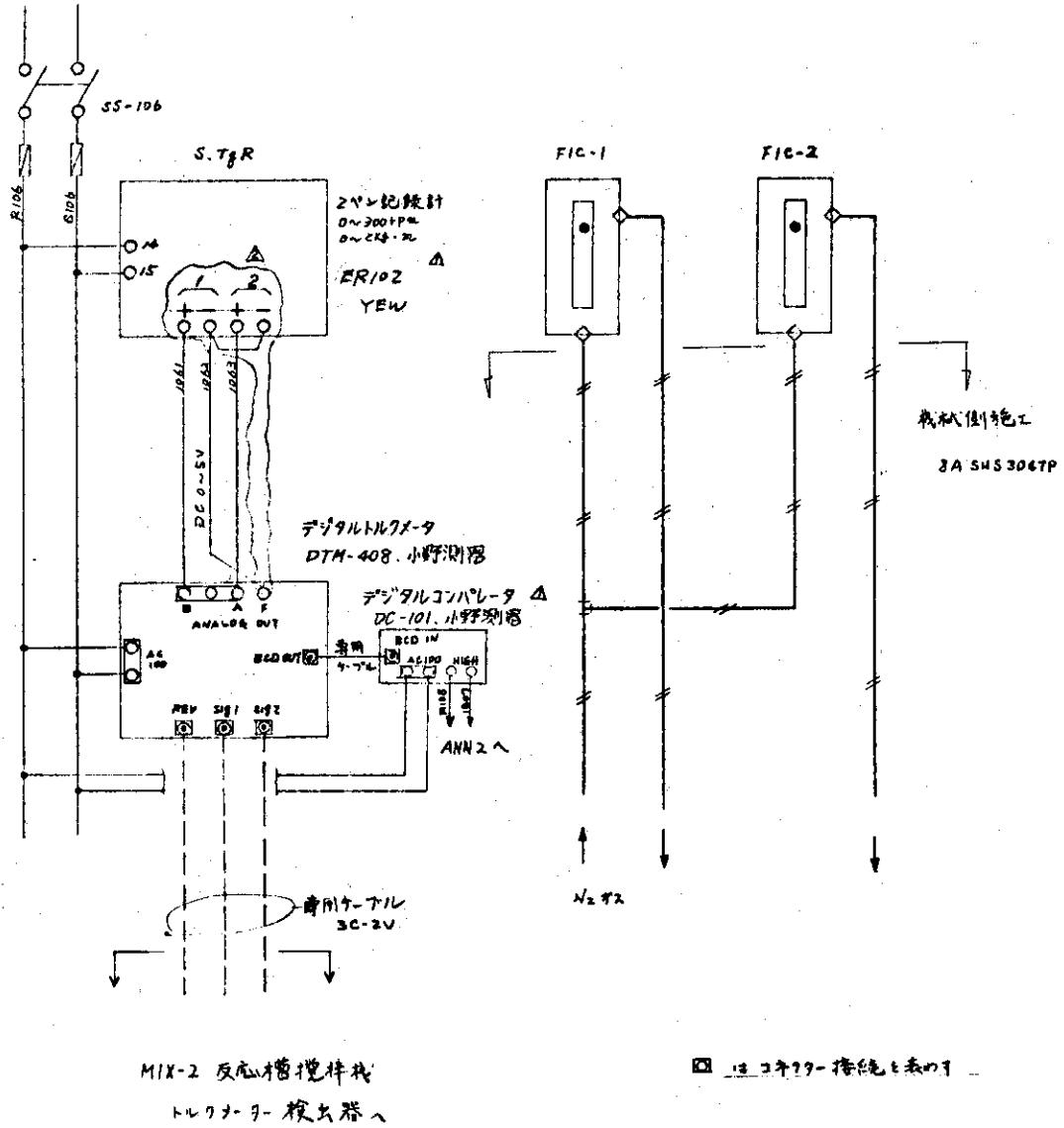


図33 展開接続図（その7）

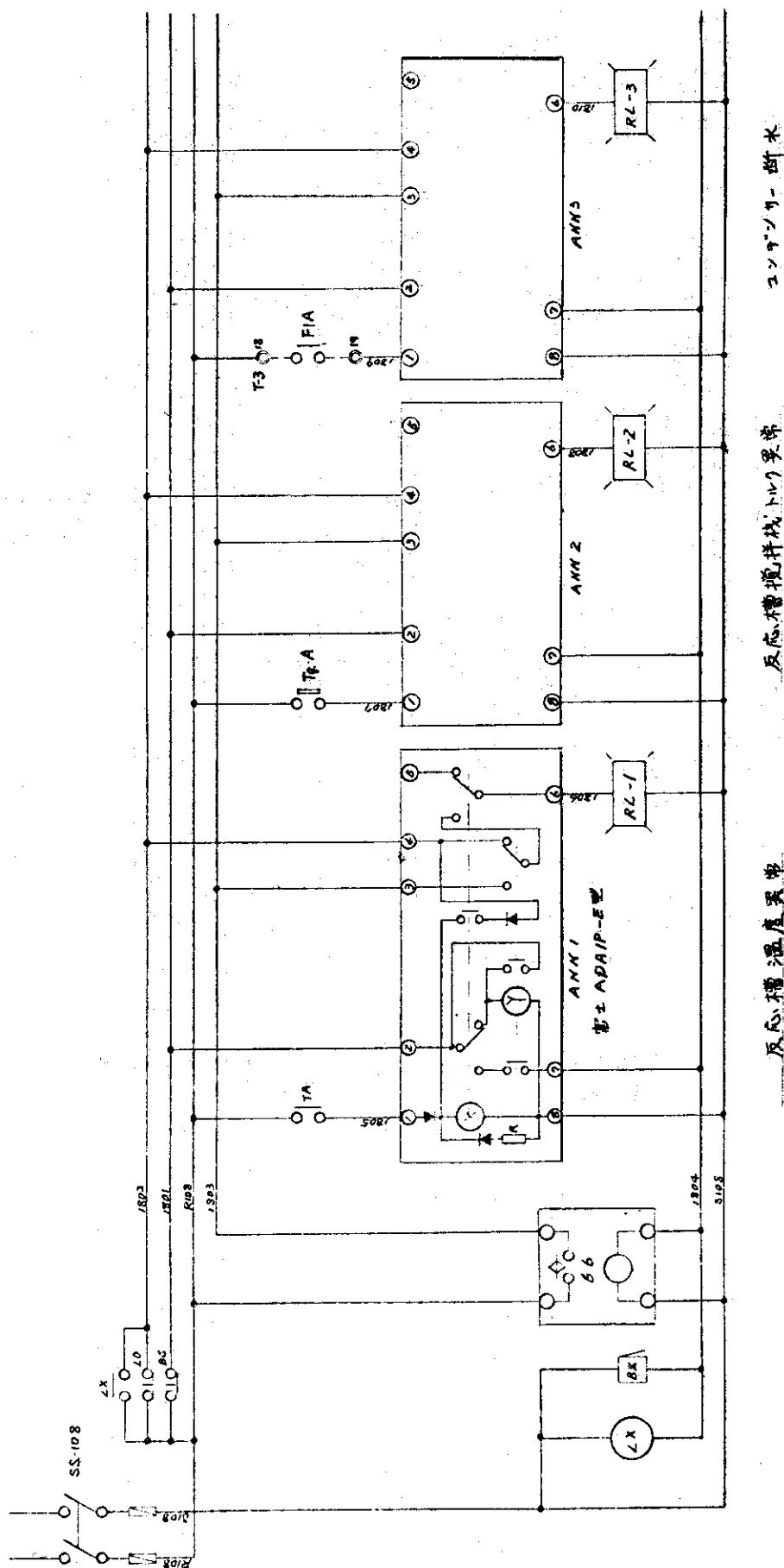
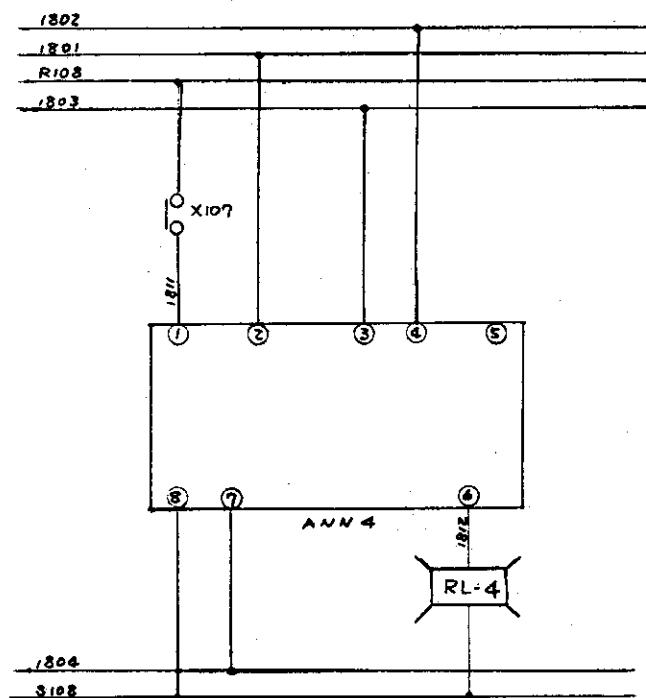


図34 警報回路図（その1）



電磁弁電源異常

図35 警報回路図(その2)

5. 装置の運転操作手順

本装置は内部線源および外部線源の両照射方式が可能な放射線乳化重合装置であるが、本装置による実験計画として昭和54年前半までは外部線源照射方式による運転を予定している。内部線源照射方式による運転に際しては、科学技術庁への届出等の事務手続きを必要とする。このため、ここでは、外部線源照射方式による運転操作手順のみを作成する。

また、本装置ではモノマーの仕込み方式によって、次の3種の実験が可能である。

- (A) 照射開始前にモノマーの全量を反応器へ仕込む方式(一括仕込み方式)。
- (B) モノマー全量を分割し、照射前および照射中に反応器へ仕込む方式(分割仕込み方式)。
- (C) 照射開始後、モノマーを一定流速で反応器へ仕込む方式(連続滴下方式)。

ここでは、運転操作が最も煩雑と考えられる(C)を基準として運転操作手順を作成する。(A)および(B)仕込み方式で実験を行う場合には、本運転手順に準拠して実施するものとする。

5.1 装置運転上的一般的注意事項

- (1) 本装置の運転は、第4開発室長が作成し、照射施設課長が承認した運転計画書(別紙様式第1)に基づいて行うものとする。
- (2) 運転は2名以上の運転担当者で行うものとする。やむを得ず1名で行う場合は、第4開発室長の承認を得る。
- (3) 運転担当者は、運転開始前に別紙様式第2に示したチェックリストに従って点検する。

5.2 運転準備

手順	操作事項	確認事項	備考
1	運転計画書を確認する。		様式第1に従う。
2	弁の開閉状態並びに電源の入切の状態等を確認する。		様式第2に従う。
3	反応槽を第1ケーブル内に搬入し、固定する。	・水平に固定されていることを確認する。 ・線源の上昇に支障のないことを確認する。	・照射施設課の運転担当者の了解を得た上で行う。 ・第1ケーブル内1トンクレンを使用する。
4	フレキシブルチューブを所定位置に接続する。		接続毎にパッキンを交換する。
5	電気及び計装配線を所定位に接続する。		

手順	操作事項	確認事項	備考
6	ブライン槽のハンドホールを開けてブライン水位を確認する。	ブライン水面がブライン槽上面から10cm以内にあることを確認する。ブライン水面が前回実験終了時より10cm以上低下したときは配管類のもれをチェックする。また10cm以内の低下のときは、実験者がもれのチェックをするか、ブラインの補給だけで良いかを判断する。	ブライン水面の低下がもれではなく蒸発によるものであれば、40wt%のエチレングリコール水溶液を補給する。もれの場合は修理した後補給する。
7	温水槽の液面計を見る。	液面計上部に液面があることを確認する。	温水槽の液面が低下したときブライン槽から補給する。
8	冷水槽の液面計を見る。	液面計上部に液面があることを確認する。	冷水槽の液面が低下したときブライン槽から補給する。
9	置換用及びパージ用窒素ボンベに減圧弁をつけ本装置附属耐圧ホースに接続する。	減圧後の圧力が減圧弁で3kg/cm ² であることを確認する。	
10	500ccサンプリング用ガラス容器を所定位置にセットする。		ボルト締めをするときはモンキー及び丸棒を用意し、モンキーで止め具を押さえ丸棒で均等にしめる。
11	窒素パージ用ボンベの弁を開ける。手動弁V48, V46を開ける。サンプリング容器の圧力計の圧力を確認し、5分後に同圧力計の圧力を見る。	0.3kg/cm ² 以上の圧力低下がないことを確認する。	
12	ハイドロキノン1%水溶液を緊急反応停止用1000ccガラス容器に所定量入れセットする。		ハイドロキノン1%水溶液は緊急反応停止用である。
13	手動弁V49が閉まっている	1000ccガラス容器の取	

手順	操作事項	確認事項	備考
	ことを確認し、窒素圧3kg/cm ² でリークテストをする。	り付けにもれがないことを確認する。	
14	コールドラップを取り付ける。		
15	サンプリング用500ccガラス容器、コールドトラップ、真空ポンプ間を各々真空ホースで接続する。		
16	操作盤内のELBスイッチ（単相電源(1), (2), (3), 3相電源(1), (2)の計5個）	操作盤おもての表示ランプがつくことを確認する。	単相電源(1)を最初に入れる と盤内の照明が点灯する。
17	操作盤内のスナップスイッチ(TR-1, TR-2, TIC-1, TIC-2, TA, S, Tq, R)を“ON”にする。		
18	手動弁V33, V38, V71, V41, V42, V35を開け、電磁弁V23, V40, V24は操作盤のスイッチを“開”にする。		
19	操作盤の“ジャケット循環ポンプ”的スイッチを“ON”にし、ジャケット循環ポンプを運転して配管内の空気を追い出す。終了後同スイッチを“OFF”にしてジャケット循環ポンプ(P-3)を停止し、手動弁V33, V38, V17, V41, V42, V35を閉め、電磁弁V23, V40, V24は操作盤スイッチを“自動”にする。	終了後ブライン槽の水位を確認する。水面がブライン槽上面から10cm以上のときはエチレングリコール水溶液を補給する。	

手順	操作事項	確認事項	備考
20	手動弁V31, V32を開けた後、ブライン循環ポンプ(P-6)を運転する。		
21	手動弁V55を開けて冷凍機に水道水を流す。	手動弁V59の所定の開度(半開)を確認する。	
22	操作盤の押ボタンを“ON”にして冷凍機を起動する。	<ul style="list-style-type: none"> ・冷凍機圧力計(高圧側、低圧側)が所定の圧力範囲に入っていることを確認する。(高圧 5.5~10 kg/cm², 低圧 0~1.2 kg/cm²) ・温度設定器T C - 2 が所定温度(-15 °C)に設定されていることを確認する。 	<ul style="list-style-type: none"> ・冷凍機取扱い説明書参照のこと。 ・冷凍機操作ボックスの切換えスイッチは常に“運転”及び“電磁弁自動”的状態にしておく。
23	イオン交換水、界面活性剤モノマーをそれぞれ所定量用意し、モノマー混合槽架台上に滑車を利用して、上げる。		
24	トルクメーターのファクター及びハイアラームを設定し、ゼロアジャストを行う。	<ul style="list-style-type: none"> ・ファクター (7955) ・ハイアラーム (2000 kg cm) 	・トルクメータ取扱い説明書参照のこと。
25	コールドトラップにドライアイス及び冷媒を入れる。		

5.3 運転

手順	操作事項	確認事項	備考
1	温度指示設定器TIC-2を所定温度に設定する。		
2	操作盤スイッチの“ヒーター(1.5 kW, 3 kW)を“自動”にする。	温水槽温度が設定温度より低い場合はレッドランプがつくことを確認する。	レッドランプが点灯しないときは温水槽液面が低く、レベルコントロールが作動しているか、温水槽温度が

手順	操作事項	確認事項	備考
3	手動弁 V17, V18, V42, V41 を開ける。電磁弁 V19, V20, V40 の操作盤スイッチを“開”にする。		設定温度より高い場合である。
4	操作盤スイッチの“ジャケット循環ポンプ”を“ON”にして反応槽の予備加熱をする。	ジャケット循環ポンプの作動を確認し、その圧力計が 1.5 kg/cm^2 以下であることを確認する。	反応槽ジャケット耐圧は 1.9 kg/cm^2 である。
5	冷水槽の温度設定器 T C - 1 を所定温度に設定する。		
6	電磁弁 V29 の操作盤スイッチを“自動”にし、手動弁 V30 を開け、V31 を半開にする。	冷水槽温度が設定温度より高い場合はレッドランプがつくことを確認する。	冷水槽の温度設定により手動弁 V31 の開度を調節する。
7	窒素流量調節弁 V61(FI C-1), V62(FIC-2)を開けて窒素の流量を調節し、モノマー混合槽と反応槽の窒素置換を行う。		最初窒素の流量を最大にして反応槽とモノマー混合槽を 30 分間窒素置換する。その後所定流量にしほる。
8	手動弁 V1 を開けてモノマー混合槽にイオン交換水および界面活性剤を所定量に仕込む。終了後 V1 を閉める。	液面計により所定量入ったことを確認する。	
9	操作盤のスイッチ“モノマー混合槽攪拌機”を“ON”にする。	モノマー混合槽攪拌機が作動し、界面活性剤が水に溶解したことを確認する。	
10	手動弁 V68, V51 を開けてコンデンサー水道水を流す。	流量指示警報計のアラーム設定値 (0.3 l/min) 以上に水道水が流れていることを確認する。	

手順	操作事項	確認事項	備考
11	操作盤内スナップスイッチの“ANN回路”を“ON”にする。		
12	温度警報計を所定温度に設定する		
13	手動弁V2, V5, V6を開ける。操作盤のスイッチ“移送ポンプ”を“ON”にして界面活性剤水溶液を反応槽へ移送する。	・移送ポンプが作動したのを確認する。 ・液面計でモノマー混合槽が空になったことを確認する。	
14	手動弁V6を閉め、V53を開けて窒素ガス配管内に残った界面活性剤水溶液を反応槽へ圧送する。終了後V6を開け、V53を閉める。		
15	操作盤のスイッチ“反応槽攪拌機”を“ON”にしてダイアル目盛りを回し、“回転数・トルク変換器”の回転数の表示を所定値に合わせる。	反応槽攪拌機の作動およびASモーター操作ボックスの回転数を確認する。またトルクが2kgm以下であることを確認する。	ASモーター及びトルクメーター取扱い説明書参照のこと。
16	手動弁V1を開ける。モノマー混合槽に所定量のモノマーを仕込む。終了後V1を閉める。	所定量入ったことを液面計で確認する。	
17	操作盤スイッチの“モノマー混合槽攪拌機”を“ON”にする。	モノマー混合槽攪拌機の作動を確認する。	
18	操作盤スイッチの“トルク検出器”を“ON”にする。		
19	温度指示設定器TIC-1を所定温度に設定する。		

手順	操作事項	確認事項	備考
20	反応槽の冷却に冷水槽のブラインを使用の場合は手動弁V25, V27を開ける。ブライン槽のブラインを使用する場合は手動弁V33, V38, V35を開ける。		
21	電磁弁V19, V20, V40, V23, V24の操作盤スイッチを“自動”にする。	・反応槽内液温が設定温度になりさらに中心部と器壁部が同じになったことを確認する。 ・線源の上昇に支障がない事を確認する。	
22	照射施設課の運転担当者に照射を開始することを依頼する。	照射時間を運転担当者に確認する。	
23	手動弁V2, V3, V4を開ける。定量ポンプの流量調節目盛を所定流量に合わせ、操作盤のスイッチの“定量ポンプ”を“ON”にしてモノマーを反応槽へ仕込む。	あらかじめ求めてある目盛と流量の関係表で設定目盛の流量を確認する。	特にV4は定量ポンプ(P-1)運転前に必ず開ける。(閉めきり運転防止。)
24	必要に応じてサンプリングを行う。		・サンプリング操作手順 (1) 真空ポンプの運転 (2) 手動弁V46, V47を開ける。圧力計で500ccガラス容器内が充分減圧になったことを確認する。 (3) 手動弁V44を調節しながらサンプリングを行う。 (4) サンプリング終了後V44, V46, V47を閉める。V48を開ける。 (5) V46を調節しながら500ccガラス容器内が加圧されたことを圧力計で

手順	操作事項	確認事項	備考
			<p>確認する。</p> <p>(6) V44を開け、配管内の液を窒素ガスで反応槽へもどす。</p> <p>(7) 配管内の液が反応槽へもどったらV44, V46, V48を閉める。</p> <p>(8) 手動弁V45を開け、500ccガラス容器内の圧力を抜く。終了したら閉めてサンプリングを終了する</p>
25	モノマーの仕込みが終了したら操作盤スイッチの“定量ポンプ”を“OFF”にし、運転を停止する。その後手動弁V2, V3, V4を閉める。	定量ポンプ(P-1)が停止したことを確認後手動弁V2, V3, V4を閉める。	
26	手動弁V54を開ける。配管内に残ったモノマーを窒素ガスで反応槽へ圧送する。終了後V54を閉める。		
27	窒素流量調節弁V61(FIC-1) V62(FIC-2)を閉める。	フロートにより流れの停止を確認する。	
28	操作盤スイッチの“モノマー混合槽攪拌機”を“OFF”にする。	モノマー混合槽攪拌機の停止を確認する。	
29	照射施設課の運転担当者に照射を終了することを依頼する。		
30	運転担当者の指示に従いケープ内に入室する。		
31	操作盤スイッチの“ジャケット循環ポンプ”的停止を確認する。	ジャケット循環ポンプの停止を確認する。	

手順	操作事項	確認事項	備考
	ト循環ポンプを“OFF”にする。	停止を確認する。	
32	操作盤スイッチの“ブライン循環ポンプ”を“OFF”にする。	ブライン循環ポンプの停止を確認する。	
33	操作盤スイッチの“冷凍機”を“OFF”にする	冷凍機の停止を確認する。	
34	操作盤スイッチの“ヒーター(1.5 kW, 3 kW)”を“切”にする。		
35	操作盤内のスナップスイッチ“ANN回路”を“OFF”にする。		
36	手動弁V51, V68を閉めてコンデンサー冷却水を停止する。		
37	手動弁V8, V9を開け、製品を所定の容器に取り出す。	反応槽が空になったこと確認する。	
38	手動弁V1を開ける。モノマー混合槽に水道水を所定量入れる。		
39	操作盤スイッチの“モノマー混合槽攪拌機”を“ON”にしてモノマー混合槽を洗浄する。		
40	定量ポンプ及び移送ポンプにより反応槽へ水道水を移送し、配管内とポンプを洗浄する。		
41	操作盤スイッチの“反応槽攪拌機”を“ON”にして反応		

手順	操 作 事 項	確 認 事 項	備 考
4.2	槽を洗浄する。 手動弁V8, V10, V11, V12, V14を開ける。手動弁V13, V15を閉める。操作盤スイッチの“排液ポンプ”を“ON”にして反応槽の洗浄液を所定の容器に取り出す。		
4.3	反応槽がきれいになるまで手順3.8~4.2をくり返す。	反応槽がきれいになったことを確認する。	

5.4 運転停止

手順	操 作 事 項	確 認 事 項	備 考
1	操作盤の押ボタンスイッチをすべて“OFF”にする。	グリーンランプがつくことを確認する。	
2	操作盤の電磁弁切換スイッチをすべて“閉”にする。	グリーンランプがつくことを確認する。	
3	各バルブをチェックリスト（運転停止、（様式第2））に従い操作する。	操作が完了したことを確認したらチェックらんに“レ”印を入れる。	
4	操作盤内のスイッチをチェックリスト（運転停止（様式第2））に従い操作する。		
5	ケーブル内のフレキシブルチューブをはずし、所定の位置へ格納する。はずすとき、ジャケットのフレキシブルチューブについてはジャケット内のブライン（約20m）を抜く。		
6	ケーブル内の電気及び計装配線をはずし、所定位置へ格		

手順	操作事項	確認事項	備考
6	納する。 ケーブ内の電気及び計装配線をはずし、所定位置に格納する。		
7	コンデンサーを反応槽からはずし所定位置へ格納する。		
8	反応槽をケーブ外の所定位置へ移す。		
9	照射施設課運転担当者に実験終了を連絡する。	照射室内に残留物が無いことを確認する。	

5.5 異常時対策

想定される異常は下表の通りである。

反応槽温度異常（下表4.）並びに、予期しない事態が生じたときは、速やかに室長に報告する。

区分	内 容	措置事項
1. 停 電		
(1)継続的 停電 (3分以上)	・操作盤のすべてのランプが消える。 ・各種運転機器（ポンプ類、冷凍機、温度計など）が停止する。	・照射施設課運転担当者に依頼し、線源を格納する。 ・チェックリストに従い運転停止の状態にする。
(2)瞬間的 停電 (3分以内)	・停電復帰後、操作盤の運転表示ランプ（“ON”は赤“OFF”は緑）はすべて緑がつき、各種機器の停止を表わす。	・各種運転機器の操作盤スイッチを再び“ON”にして運転を継続する。
2. 断 水	・冷凍機は冷凍機操作ボックスの“H P過電流”的オレンジランプがついで停止する。 ・コンデンサー冷却水の流量指示警報計が作動して操作盤の赤色ランプ“コンデンサー断水”がつきブザーが鳴る。	・運転を停止する。ただし、反応槽温度条件からブライン槽の蓄熱が充分であり、かつ、コンデンサーに冷却水が流れなくとも反応終了まで正常に運転できると実験担当者が判断すれば“ブザリセット”的押しボタンを押してブザーを停止し、実験を続行する。

区 分	内 容	措 置 事 項
3. 電磁弁 電源異常	<ul style="list-style-type: none"> ・電磁弁電源回路のヒューズが切れる と、操作盤の“電磁弁電源異常”がつ いてブザーが鳴る。配管中の電磁弁 は通電閘を使用しており、この場合 すべて閉となる。 	<ul style="list-style-type: none"> ・操作盤の押ボタン，“ブザーリセット”を押してブザーを停止し、操作盤内 部のスナップスイッチのうちの“SV” (チェックリスト, 2-(2)-(ロ)-⑦) を“OFF”にした後、別のスナップス イッチ“電磁弁回路”(チェックリスト, 2-(2)-(ロ)-⑫)を“ON”にして電源 を別回路に切り換え、実験を継続す る。実験終了後原因を探す。ただし 再度“電磁弁電源異常”がついたとき は、ただちに実験を停止し、照射施 設課の運転担当者に線源の格納を依 頼する。
4. 反応槽 温度異常	<ul style="list-style-type: none"> ・反応槽中心部の温度が“温度警報計” の設定値(90°C)以上になり、操作 盤の赤色ランプ“反応槽温度異常” がついてブザーが鳴る。 	<ul style="list-style-type: none"> ・緊急反応停止操作を行う。 緊急反応停止操作とは赤色手動バル ブのV49, V50を開けることで、こ の操作で1000ccガラス容器内のハイ ドロキノン1%水溶液は反応槽へ 窒素ガスで圧送され、反応は停止さ れる。 ・照射施設課の運転担当者に線源の格 納を依頼する。
5. 反応槽 攪拌機ト ルク異常	<ul style="list-style-type: none"> ・反応槽攪拌機のトルク値が操作盤 内部のトルクメーターのハイアラ ーム設定値(2000kg cm)を超 ると、操作盤の赤色ランプ“反応 槽攪拌機トルク異常”がついてブ ザーが鳴る。 	<ul style="list-style-type: none"> ・操作盤内の押ボタン“ブザーリセッ ト”を押して、ブザーを停止する。 ・実験を停止する。 ・照射施設課の運転担当者に線源の格 納を依頼する。

様式 第 1

昭和 年第 四半期改質水性塗料製造試験装置運転計画書

第4開発室

承 認	月 日	室 長	担 当	照射施設 課 長
変更承認				

運転期間 昭和 年 月 日 より 昭和 年 月 日 まで

運転目的

運転回数 回 番号 番 より 番 まで

運転担当者 , , , ,

様式第1 (その2実施計画書)

改質水性塗料製造試験装置運転実施計画書

運転番号 _____ 番

運転日時 昭和 ____ 年 ____ 月 ____ 日
____ 時 ____ 分 より ____ 時 ____ 分 まで

実験条件

水 (精製水)	kg
モノマー組成(重量比)	
モノマー総量	kg
乳化剤の名称	
乳化剤の重量	g
乳化剤濃度	phr
モノマー供給速度	cc/分, _____
重合温度	°C ± °C
温水槽設定温度	°C
冷水槽設定温度	°C
攪拌速度	rpm
反応槽位置	定位置, 線
源	定常,

様式第2 チェックリスト

年 月 日

チェック担当者

1. バルブ関係(○印は常時閉)

(1) 手動バルブ関係

(①) モノマー混合槽関係

バルブNo	開	閉	備考	チェック	バルブNo	開	閉	備考	チェック
V-1		閉			V-5		閉		
2		"			6		"		
3		"			7		"		
4		"							

(②) 反応槽関係

バルブNo	開	閉	備考	チェック	バルブNo	開	閉	備考	チェック
V-8		閉			V-12		閉		
9		"			13		"		
10		"			14		"		
11		"			15		"		

(③) サンプリング・緊急反応停止関係

バルブNo	開	閉	備考	チェック	バルブNo	開	閉	備考	チェック
V-44		閉			V-48		閉		
45		"			49		"	(緊急反応停止 赤色ハンドル)	
46		"			50		"	"	
47		"							

(④) 温度制御関係

バルブNo	開	閉	備考	チェック	バルブNo	開	閉	備考	チェック
V-16		閉			V-37		閉		
17		"			38		"		
18		"			39		"		
21		"			41		"		
22		"			42		"		
25		"			43		"		

バルブNo	開閉備考	チェック	バルブNo	開閉備考	チェック
V-26	閉		V-55	閉	
27	"		58	"	
28	"		59	半開	
30	"		64	閉	
31	"		65	"	
32	"		66	"	
33	"		67	"	
34	"		68	"	
35	"		69	"	
36	"				

(5) 窒素・コンデンサー冷却水関係

バルブNo	開閉備考	チェック	バルブNo	開閉備考	チェック
V-51	閉		V-57	開	
52	開		61	閉	
53	閉		62	"	
54	"				

(6) その他

V-60 安全弁 (循環ポンプP-3)

V-63 背圧弁 (定量ポンプP-1)

V-57 予備品

(2) 電磁弁関係(通電用)

① 温水系

V-19, V-20,

② 冷水系

V-23, V-24,

③ プライン循環系(冷水槽)

V-29

④ 共通(流量調節)

V-40

2. 電源関係

(1) 配電盤ナイフスイッチ

種類	電圧	状態	チェック
① 単相	100V	入	
② "	"	"	
③ 単相3線	100V/200V	"	
④ 3相	200V	"	
⑤ "	"	"	

(2) 操作盤内部スイッチ

(イ) E L B

種類	名称	状態	チェック
① 単相電源	100V(1)	切	
② "	" (2)	"	
③ "	" (3)	"	
④ 3相電源	200V(1)	"	
⑤ "	" (2)	"	

(ロ) スナップスイッチ

名 称	状 態	チ ケ ッ ク	名 称	状 態	チ ケ ッ ク
① T R - 1	OFF		⑦ S V	ON	
② T R - 2	"		⑧ A N N 回路	OFF	
③ T I C - 1	"		⑨ 盤内照明	ON	
④ T I C - 2	"		⑩ コンセント電源 2P×1	"	
⑤ T A	"		⑪ " 2P×2	"	
⑥ S . Tq . R	"		⑫ 電磁弁回路 1φ2W 100V	OFF(常時)	

引用文献

- 1) 日刊工業新聞, 昭和53年6月26日
- 2) 田畠米穂, 原子力工業, 19, (5) 9(1973).
- 3) R. S. Allen, J. A. Ransohoff, D. G. Woodard, ORO-673(1969).
J. A. Ransohoff, D. G. Woodard, 第9回日本アイソトープ会議報文集, 598
(1969).
- 4) 渡辺博正, 岡本次郎, 松田修, 中島隼人, 町末男, JAERI-M 7495他.
- 5) 化工便覧, 1318(1978)丸善.

謝 辞

本装置の建設にあたっては、研究所内外の多くの人々のご協力をいただいた。以下にその方々のお名前を掲げ、感謝を捧げる。

開発試験場 大島裕之助場長（現大阪研究所所長）

照射施設課 田村直幸課長

第三開発室 吉田健三副主任研究員

安全管理課 編貫孝司氏

庶務課 金井昭彦氏

照射施設課 田島 訓氏（現物理部）

照射施設課 三友昭市氏

ユーキエンジニアリング社 守屋正人氏

ユーキエンジニアリング社 古川 順氏

ユーキエンジニアリング社 高梨敏夫氏

ユーキエンジニアリング社 渡部成一氏