令和3年度環境省委託業務

令和3年度 脱炭素社会を支えるプラスチック等資源循環システム構築実証事業 (電子機器および住宅設備(インテリア)製品への多糖類系高機能バイオプラスチックの 適用とリサイクルシステムの実証事業)

委託業務

成果報告書

令和4年2月

日本電気株式会社

令和3年度 成果概要

「プラスチック資源循環戦略」に基づく、枯渇性資源から再生可能資源への転換 に向けた政策を背景に、本実証事業では、非可食バイオマスから得られる天然多糖 類(セルロースやパラミロンなど)を用いて、高機能バイオプラスチックを開発し、 電子機器や住宅インテリア製品への適用を実証するとともに、そのマテリアルフロ ー把握や劣化予測を含めたリサイクルシステムを構築し、その有効性について実証 を行う。

そのために本事業では、日本電気株式会社/東京大学/株式会社LIXIL/株式 会社ユーグレナの研究グループでこれまでに蓄積した知見をベースとして、下記に 示す最終目標の達成を目指す。

【最終目標】

- ・電子機器筐体や水回りの住宅建材に適用するために必要な各種特性(耐熱性:HDT 90 ℃以上、難燃性:UL94 V-1 or V-2 相当以上、耐水性:温水 浸漬試験の試験水 pH 6 ~ 7、リサイクル性:5回以上の再成形時の各種特 性保持率 90 %以上、量産性:バイオマス原料の安定供給性の確保を含め た生産性 1 t/月と製造コスト 5,000 円/kg)の達成
- 多糖類系バイオプラスチックを用いた製品から新たな製品を製造する効率的なマテリアルリサイクルの実証

最終年度となる今年度は、昨年度までに得られた結果を踏まえ、下記に示す成果を創出した。

実証内容1.多糖類系バイオプラスチックの耐熱性および難燃性の検討

本事業は、電子機器や住宅インテリア製品へ適用可能な多糖類系バイオプラスチックを開発することを目指している。そのために要求される耐熱性と難燃性について、今年度は、昨年度立案した対策による改良を検討し、耐熱性(HDT) 90 ℃ 以上、および難燃性(UL94) V-1 レベルを実現すること、および、多糖類エステル誘導体の構造と熱流動性および成形加工性の相関を解明することを目標にして、以下を実施した。

まず、側鎖の構造、及び結合比率が異なるセルロースエステル誘導体、パラミロ ンエステル誘導体を合成し、分岐状の側鎖を導入することによってより高耐熱性を 実現できることを見出した。また、合成した誘導体と添加剤の複合材を作製するこ とで、目標レベルの耐熱性と難燃性を実現する多糖類系バイオプラスチックの最適 な分子構造、もしくは材料設計を見出した。

また、今年度は多糖類エステル誘導体の実用化に向けた可能性と物性の多様性 を目指して、セルロース(β-1,4-グルカン)、パラミロン(β-1,3-グルカン)に加え、虫 歯菌から抽出した酵素を用いて試験管内重合により合成した α-1,3-グルカンを用 いた実験を実施した。α-1,3-グルカンからエステル誘導体を合成し、その物性および結晶構造の解析を行うとともに、熱流動性および成形加工性との相関について も考察した。

さらに、多糖類エステル誘導体の射出成形体について大型放射光を用いた分析 を実施し、成形条件が内部配向状態に及ぼす影響を明らかにした。

実証内容2.多糖類系バイオプラスチックの耐水性の検討

住宅インテリア製品への適用を目指した多糖類系バイオプラスチックの開発において要求される耐水性について、今年度は、射出成形品の温水浸漬試験水 pH6~ 7の実現、及び、耐水性とその他物性の両立の実現を目標として以下を実施した。

まず、昨年度に目標未達となっていたパラミロンエステル誘導体について、側鎖 の構造と結合比率を見直すことで改善し、機械物性、熱物性の目標値を達成する 最適な分子構造を見出した。

次に、パラミロンエステル誘導体、及び、セルロースエステル誘導体の射出成型 品から水へ溶出する、合成処方由来の成分の除去方法を検討した。その結果、誘導 体の合成後に温水による洗浄工程を追加することで、水道法・食品衛生法が定め る基準値以下まで溶出成分を除去可能なことを、製品を用いた試験により確認し た。また、この洗浄工程を追加することによる機械強度や耐熱性への影響はないこ とを確認し、耐水性とその他物性の両立を実現した。

実証内容3.多糖類系バイオプラスチックの量産性の検討

多糖類系バイオプラスチックの量産性を実証するため、誘導体化プロセス、プラント全体の設備設計を実施することでの技術課題を抽出、および経済性を把握することを目標にして、以下を実施した。

まず、パイロットスケールプラント全体の設備設計(生産量 501 kg/2days/batch) を行い、昨年度の溶媒回収工程の設計と合わせて検討プラントの設計を完了させ た。加えて、生産量 20 万 t/y の商業プラント設計を可能にする実証プラントの規模 を 1 万 t/y と決定し、設備設計を行うことでマテリアルバランス、プロセスフロー、 機器配置図を作成し、概算建設費を算出した。

また、商業化した際の経済性を把握するため、算出した概算建設費を基に商業 プラント見込みフィジビリティスタディーを実施した。その結果、セルロースエステ ルに関しては販売価格を 1,000 円/kg、パラミロンエステルに関しては 1,300 円/kg に設定して十分に採算性のとれることを明らかにした。

実証内容4.多糖類バイオプラスチックのリサイクルシステムの検証

本事業は、多糖類系バイオプラスチックを用いた製品から新たな製品を製造す る効率的なマテリアルリサイクルを実証する。今年度は、多糖類系バイオプラスチッ クのリサイクルプロセスフローの最適化、及び開発素材を用いた当該プロセスフロ ーの実証を目標にして、以下を実施した。

まず、パラミロンエステル誘導体の光劣化性の評価を行い、光劣化対策として光 劣化防止剤および酸化防止剤との併用効果について検討した。続いて、添加剤を 含むセルロースエステル樹脂を用いてリサイクル性を評価し、樹脂のリサイクル率 を決定(リサイクルプロセスフローの最適化)した。

そして、セルロースエステル樹脂を用いて実製品筐体(ホームゲートウェイ機器: HGW)を成形し、昨年度に設計した小型面衝撃試験機を用いたプロセスフローを 試行した。その結果、本試験機が NECPF 掛川事業所の電子機器リサイクルラインで クローズドリサイクルプロセスとして適用可能であることを実証した。

実証内容5.LCAの検証・評価

本事業では、多糖類系バイオプラスチックの合成、製品製造から廃棄(リサイクル) に至るまでのライフサイクルに関する環境負荷アセスメントを検証する。今年度は、 そのための各要素(工程)の CO2 排出量を算出し、全工程の環境負荷を取りまとめ ることを目標として、以下を実施した。

まず、量産プラント設計のシミュレーション結果、量産成形機での消費電力量測 定およびクローズドリサイクルによる CO2 削減効果について検討し、昨年度の LCA 評価を更新した。また、藻類由来材料についても LCA 評価を行った。ライフサイク ルフロー全体で見た結果、多糖類系バイオプラスチックの CO2 排出量の合計値は ベースラインである PC 樹脂よりも低くなり、20 万 t/y 生産時の CO2 削減効果は 91 万 t/y になると試算された。

R3 Fiscal Year Summary

Using natural polysaccharides (cellulose, paramylon, etc.) obtained from nonedible biomass, we will develop highly functional bioplastics and demonstrate their application to electronic devices and home interior products. We will also demonstrate the effectiveness of out recycling system.

Therefore, this project aims to achieve the following final goals based on the knowledge accumulated so far in the research group of NEC Corporation / The University of Tokyo / LIXIL Corporation / euglena Co., Ltd.

[Final goals]

- Achieving various characteristics required for application to electronic products and home interior products (heat resistance: HDT 90 °C or higher, flame retardancy: UL94 V-1 or V-2 or higher, water resistance: hot water immersion test pH 6 ~ 7, recyclability: 90 % retention of various properties when remolded five times, mass productivity: demonstrate productivity of 1 t / month and production cost of 5,000 yen / kg while ensuring a stable supply of biomass raw materials).
- Demonstration of efficient material recycling for manufacturing new products from the products using polysaccharide-based bioplastics.

Last year (as the first year), we had determined each current physical property such as the heat resistance, flame retardancy, water resistance, and recyclability. We had also determined the current recycling process and identified issues with it. Finally, we had formulated the future development plans needed to achieve our final goals.

This year (as last year) the following results were produced, based on the results so far.

Subject 1. Examination of heat resistance and flame retardancy of polysaccharide-based bioplastic

This project aims to develop polysaccharide-based bioplastics applicable to electronic products and residential interior products. This fiscal year, we tried improvements to the heat resistance and flame retardancy required for these applications, and implemented the following with the goal of realizing heat resistance (HDT) of 90 °C or higher and flame retardant (UL94) V-1 levels. Also, we elucidated the correlation between the structure of polysaccharide ester derivatives and their melt flowability and moldability.

First, synthesizing cellulose ester derivatives and paramylon ester derivatives synthesized with a different side chain structure and binding ratio, we found the derivatives with branched side chain have higher heat resistance than the derivatives with linear side chain. And an optimal molecular structure or additives design of a polysaccharide bioplastic that achieves a target level of heat resistance and flame retardancy.

In addition to cellulose (β -1,4-glucan) and paramylon (β -1,3-glucan), α -1,3-glucan synthesized by *in vitro* polymerization using an enzyme extracted from *Streptococcus salivarius* was used to synthesize ester derivatives, to investigate the possibility of practical application of polysaccharide ester derivatives and the diversity of their physical properties. Ester derivatives were synthesized from α -1,3-glucan, and their physical properties and crystal structures were analyzed, as well as their correlation with thermal properties and processability.

Moreover, injection-molded articles of polysaccharide ester derivatives were analyzed using large synchrotron radiation, and the effect of molding conditions on the internal orientation state was clarified.

Subject 2. Examination of water resistance of polysaccharide-based bioplastic

In order to simultaneously satisfy residential component requirements of the elution resistance in hot water immersion, the water resistance and physical characteristics, optimization of side chain structure of polysaccharide-based bioplastics was investigated in this fiscal year.

According to the results of last year, the paramylon ester derivatives did not satisfy the target values of mechanical and thermophysical properties. The optimization of the structure of the side chain and the binding ratio succeded in satisfying the target values.

Another technical issue of the paramylon ester derivatives and the cellulose ester derivatives was the elusination of organic reaction byproduct compounds during immersion tests. The examinations of the removal methods showed that the addition of hot water cleaning process after synthesizing process was effective for the removal of the organic byproduct compounds. Evaluations of prototypes satisfied the required legal standard of Water Supply Act and Food Sanitation Act without the decreasing in the mechanical strength, heat resistance and other physical properties.

Subject 3. Examination of mass productivity of polysaccharide bioplastic

To demonstrate the mass productivity of the polysaccharide bioplastics, the following were carried out with the goal of extracting technical issues in the manufacturing process and understanding economic efficiency.

First, equipments of an entire pilot scale plant (production volume 501 kg / 2days / batch) was designed, and the design of the entire pilot scale plant was completed. In addition, the scale of the demonstration plant that enables design of a commercial plant with a production volume of 200,000 t / y was decided to be 10,000 t / y, and the material balance, process flow, and equipment layout were created by designing the equipment. And we calculated the rough construction cost.

In addition, feasibility study based on the calculated rough construction cost clarified the commercial plant is sufficiently profitable, even if the selling price of the polysaccharide bioplastic is set to 1,000 yen / kg.

Subject 4. Verification of material recycling system

This project demonstrates efficient material recycling to manufacture new products from recoverd products using polysaccharide bioplastics. In this fiscal year, we conducted the following with the goal of understanding recyclability in actual machines, optimizing recycling rates, and determining a possible recycle process flow plan.

First, the photodegradability of the paramylon ester derivatives was evaluated, and the effect of combined use with a photodegradation inhibitor and an antioxidant was examined as a photodegradation countermeasure. Subsequently, the recyclability was evaluated using the cellulose ester resin containing the additives, and the recycling rate of the resin was determined (optimization of the recycling process flow).

Then, the actual product housing (home gateway equipment: HGW) was molded using cellulose ester resin, and the process flow using the small surface impact tester designed last year was tried. As a result, it was demonstrated that this testing machine can be applied as a closed recycling process at the electronic equipment recycling line.

Subject 5. Verification and evaluation of LCA

In this project, we will verify the environmental load assessment related to the life cycle from the synthesis of polysaccharide-based bioplastics and product manufacturing to disposal (recycling). This year, the following was implemented with the goal of calculating the CO₂ emissions of each element (process) for that purpose and summarizing the environmental load of all processes.

First, the simulation results of mass production plant design, power consumption measurement in mass production molding machines, and CO_2 reduction effect by closed recycling were examined, and the LCA evaluation of last year was updated. LCA evaluation was also performed on algae-derived materials. As a result of looking at the entire life cycle flow, it was estimated the total CO_2 emissions of polysaccharide-based bioplastics are lower than those of the baseline PC resin, and the CO_2 reduction effect during production of 200,000 t / y is 910,000 t / y.

\mathbf{v}
こ

1.	本	事業の背景と目標	2
2.	令利	和3年度の成果	4
5 Lin	実証内	容1.多糖類系バイオプラスチックの耐熱性および難燃性の検	討4
	1.1.	多糖類系バイオプラスチックの耐熱性と難燃性の検討	4
	1.2.	多糖類系バイオプラスチックの合成スケールアップ検討	8
	1.3.	パラミロン分岐状エステルの合成と物性評価	10
	1.4.	α-1,3-glucan エステル誘導体の合成と物性評価	17
	1.5.	射出成形体の大型放射光を用いた構造解析	35
5	実証内	容2.多糖類系バイオプラスチックの耐水性の検討	
	2.1.	パラミロンエステル誘導体の機械強度・耐熱性の改善	38
	2.2.	多糖類エステル誘導体からの溶出物質除去	39
	2.3.	浄水器向け試作品としての試験評価	46
	2.4.	多糖類エステル誘導体のマテリアルリサイクル性の評価	47
	2.5.	本実証事業終了後の開発方針	50
	実証内	容3.多糖類系バイオプラスチックの量産性の検討	51
	3.1.	パイロットスケールプラントにおける合成設備の設計	51
	3.2.	パイロットスケールプラントの全体設備の設計	83
	3.3.	実証スケールプラントの設計	97
	3.4.	商業プラントの建設費概算とフィジビリティスタディー	128
5	実証内	容4.多糖類バイオプラスチックのリサイクルシステムの検証…	
	4.1.	多糖類バイオプラスチックの光劣化性の把握と対策検討	131
	4.2.	添加剤を含む多糖類バイオプラスチックのリサイクル性検討	133
	4.3.	実製品でのリサイクルシステム実証	136
5	実証内	容5.LCAの検証・評価	
	5.1.	条件設定	
	5.2.	原材料調達・生産の LCA 評価	
	5.3.	生産の LCA 評価	150
	5.4.	LCA 評価まとめ	151
3.	学名	会発表、著書・論文投稿、報道、特許等の実績	153

1. 本事業の背景と目標

プラスチックは、セメント、鉄鋼、非鉄金属に次ぐ主要材料であり、全世界で年間約 3 億トン (国内 1100 万トン)生産されている。しかし、製造~廃棄工程で年間 5 億トン以上の CO2 など の温暖効果ガスを排出し、さらに枯渇する石油原料を使用したポリマーを主要素材として利用 しているため、温暖化や資源枯渇の対策上、大きな課題がある。このため、CO2を光合成により 利用して生育する再生可能な植物を原料とするバイオプラスチックは、温暖化対策に役立つ新 素材として注目されており、すでに世界で年間 約 300 万トン生産され、汎用(非耐久)製品向 けだけでなく耐久製品向けも含めて年々生産が拡大している。しかし、食用植物のデンプンを 主原料にしたものが主体であるため、原料の安定供給性に課題がある。そこで、安定供給が見 込める非食用の植物原料を使用し、低エネルギーで製造が可能なバイオプラスチックが求めら れている。

このような「プラスチック資 源循環戦略」に基づく、枯渇性 資源から再生可能資源への転 換に向けた政策を背景に本実 証事業では、非可食バイオマ スから得られる天然多糖類 (セルロースやパラミロンな ど)を用いて、高機能バイオプ ラスチックを開発し、電子機器 や住宅インテリア製品への適 用を実証するとともに、その マテリアルフロー把握や劣化 予測を含めたリサイクルシス テムを構築し、その有効性に ついて実証を行うことを目的 とする(図 1)。



日本電気株式会社/東京大学/株式会社LIXIL/株式会社ユーグレナの研究グループでは、 これまでに、非可食バイオマスから得られる天然多糖類(セルロースやパラミロンなど)が有す る水酸基に対して、2種類のエステル基を効率的に導入して多糖類系バイオプラスチック(多糖 類エステル誘導体)を合成する処方(酸クロ法、および TFAA 法など)を基本開発し、電子機器筐 体や水回りの住宅建材に適用可能となる強度特性を中心に検討している。本事業では、これま で蓄積した知見をベースとして、下記に示す最終目標の達成を目指す。

【最終目標】

- ・ 電子機器筐体や水回りの住宅建材に適用するために必要な各種特性(耐熱性:HDT 90 ℃以上、難燃性:UL94 V-1 or V-2 相当以上、耐水性:温水浸漬試験の試験水 pH 6 ~ 7、リサイクル性:5回以上の再成形時の各種特性保持率 90 %以上、量産性:バイ オマス原料の安定供給性の確保を含めた生産性 1 t/月と製造コスト 5,000 円/kg)の 達成
- 多糖類系バイオプラスチックを用いた製品から新たな製品を製造する効率的なマテ リアルリサイクルの実証

初年度(令和元年度)は、耐熱性・難燃性・耐水性・リサイクル性などの各物性項目やリサイク ルプロセスの現状把握および課題抽出を実施するとともに、最終目標の達成に向けた対策の 立案を行った。また、多糖類バイオプラスチックのベースとなる多糖類エステル誘導体の合成 方法(酸クロ法、TFAA法)について LCA、経済性の評価を実施し、酸クロ法の方が LCA、経済性 の観点から有利であることを見出した。

2年目となる令和2年度は、初年度に立案した対策を検討し、耐熱性・難燃性・耐水性の各物 性目標を達成するための分子構造(多糖類エステル誘導体の側鎖構造および結合量)、および 複合材(添加剤の種類及び添加量)の最適化に取り組むと共に、リサイクル状態と各種物性の 相関を解析し、面衝撃強度に着目した小型面衝撃試験機を設計した。

最終年度となる今年度は、昨年度までの結果を踏まえ、次頁以降に示す成果を創出した。

2. 令和3年度の成果

実証内容1. 多糖類系バイオプラスチックの耐熱性および難燃性の検討

本業務では、電子機器や住宅インテリア製品へ適用可能な多糖類系バイオプラスチックを開 発するにあたって、要求される耐熱性と難燃性について検討することを目的としている。

今年度は、当研究グループがこれまでに確立してきた酸クロ法によって、側鎖エステル基(ア セチル基、プロピオニル基、ヘキサノイル基、ステアロイル基など)を導入したセルロースエステ ル誘導体、パラミロンエステル誘導体を合成し、その分子構造設計および添加剤との複合材設 計により、目標の耐熱性および難燃性を付与した結果について報告する。

1.1. 多糖類系バイオプラスチックの耐熱性と難燃性の検討

昨年度、酸クロ法で合成したセルロースエステル誘導体およびパラミロンエステル誘導体の 耐熱性向上を目的として、柔軟成分である長鎖ステアロイル(St)基の置換度(Degree of Substitution (DS):グルコース1ユニットあたりの結合数)、を減らし、水酸基による水素結合を 増やす方向で設計を行った。その結果、予想通りセルロースエステル誘導体の耐熱性(Tg およ び HDT)は向上し、最終的にはフィラーなどの添加剤の補強なしで最終年度目標(HDT 90 ℃以 上)を上回る耐熱性が得られた。パラミロンエステル誘導体についても同様の分子設計を行っ たが、パラミロンエステル誘導体はセルロースエステル誘導体に比べて耐熱性が低いため、短 鎖をプロピオニル基からアセチル基に変更して合成を行うことで、添加剤の補強なしで最終年 度目標の耐熱性を実現した。

また、難燃性については、いずれの多糖類エステル誘導体も UL94 HB レベルであり、最終年 度目標である V-1/V-2 レベルより低いことがわかったため、難燃剤の添加を検討した。難燃剤 として、土壌成分であり安全な難燃剤である水酸化アルミニウムを選定し、さらに衝撃強度を 改善するためにリン系難燃剤を併用した。その結果、水酸化アルミニウムの添加量が多い系に おいて V-0 レベルの難燃性が確認され、最終年度目標(V-1/V-2)を大幅に達成した。一方、リン 系難燃性を併用したため、耐熱性は大きく低下した。

そこで今年度は、難燃剤の添加量調整やフィラーでの補強により、耐熱性と難燃性を両立す る多糖類エステル誘導体について検討した。

セルロースエステル誘導体およびパラミロンエステル誘導体の合成は酸クロ法により実施した。酸クロ法によるセルロース誘導体の合成スキームを図 1-1、パラミロン誘導体の合成スキームを図 1-2 に示す。また、多糖類エステル誘導体の難燃性と耐熱性の評価に用いたベース樹脂の物性を表 1-1 に示す。セルロースエステル誘導体は、短鎖にプロピオニル基、長鎖にステアロイル基を付加したセルロース樹脂を用いた。パラミロンエステル誘導体は、短鎖にアセチル基、長鎖にステアロイル基を付加したパラミロンエステル①と、短鎖プロピオニル基、長鎖ステアロイル基を付加したパラミロンエステル②について評価を実施した。



図 1-1 セルロースエステル誘導体の合成スキーム



図 1-2 パラミロンエステル誘導体の合成スキーム

	生成物組成 (NMR)			機械強	度	「「」	MFR [g/10min]	
	長鎖DS	短鎖DS	曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [GPa]	シャルピー 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]	
セルロース エステル	St 0.27	Pr 2.4	42	1.3	12	123	78	13 220℃10kgf
パラミロン エステル①	St 0.24	Ac 2.5	37	1.4	1.0	141	90	3.6 220℃10kgf
パラミロン エステル②	St 0.19	Pr 2.1	36	0.91	1.0	101	70	1.8 210℃5kgf

表 1-1 多糖類エステル誘導体(ベース樹脂)の組成と樹脂物性

1.1.1. セルロースエステル誘導体の耐熱性と難燃性の検討

昨年度、セルロースエステル誘導体の難燃剤として、リン系難燃剤と水酸化アルミニウムの 併用を検討した。セルロースエステル誘導体とリン系難燃剤を一定の比率で混合したものに、 水酸化アルミニウムの添加量を変えて評価した結果、水酸化アルミニウムの添加量が多い系に おいて V-0 レベルの難燃性が確認され、最終年度目標(V-1/V-2)を大幅に達成した。評価結果 を表 1-2 に示す。一方、リン系難燃性は可塑剤としても働くため、耐熱性は大きく低下した。

表 1-2 セルロースエステル誘導体の難燃性(昨年度の結果)

	水酸化ア		機械強		耐熱	難燃性 UL94	
	添加量	曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [GPa]	IZOD 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]	
最終年度目標						>90℃	V-1/V-2
セルロースエステル +リン系難燃剤	なし	18	0.56	38	n.d.	-	Not V-2
\uparrow	少	19	0.65	9.3	n.d.	-	Not V-2
\uparrow	多	21	0.87	3.4	n.d.	47	V-0

今年度は、耐熱性を向上させる添加剤としてガラス繊維(GF)について検討した。まず、セルロースエステル誘導体とリン系難燃剤を一定の比率で混合したものに GF を添加し、さらに水酸化アルミニウムの添加量を変えて評価した結果を表 1-3 に示す。GF の添加により耐熱性(HDT)および曲げ強度が向上したものの、目標の耐熱性(HDT 90 ℃以上)を達成することはで

きなかった。リン系難燃剤の添加量が多い、または GF の添加量が少ないためと考察した。

	水酸化 アルミニウム	GF [%]	機械強度			而打	難燃性 UL94			
			曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [GPa]	シャルピー 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]			
最終年度目標							>90	V-1/V-2		
セルロースエステル +リン系難燃剤	多	0	21	0.87	3.4 (IZOD)	n.d.	47	V-0		
\uparrow	少	少	33	2.3	2.9	n.d.	68	Not V-2		
\uparrow	中	少	37	3.0	2.4	n.d.	69	V-1		

表 1-3 セルロースエステル誘導体の耐熱性と難燃性(1)

そこで、水酸化アルミニウムの添加量を一定(中)にして、リン系難燃剤の添加量を減らし GF の添加量を増やす方向で添加剤の配合量を検討した。評価結果を表 1-4 に示す。リン系難燃剤 を減らし GF の添加量を増やすことで、最終的に耐熱性(HDT99 °C)と難燃性(V-1)を両立する 配合を見出した。さらに、GF の添加により曲げ強度および曲げ弾性率も大きく改善した。一方、 衝撃強度についてはどの配合でも低い値を示した。今後、耐衝撃改良処方を検討する必要が あると考えている。

	リン系	GF		機械強度			耐熱性		
	難燃剤		曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [GPa]	シャルピー 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]	UL94	
最終年度目標							>90	V-1/V-2	
セルロースエステル +水酸化アルミニウム	多	0	21	0.87	3.4	n.d.	47	V-0	
\uparrow	多	少	37	3.0	2.4	n.d.	69	V-1	
\uparrow	多	中	50	5.6	3.1	n.d.	-	V-0	
\uparrow	中	中	61	5.8	3.2	n.d.	89	V-0	
\uparrow	少	中	74	5.6	3.3	n.d.	99	V-1	

表 1-4 セルロースエステル誘導体の耐熱性と難燃性(2)

1.1.2. パラミロンエステル誘導体の耐熱性と難燃性の検討

パラミロンエステル誘導体の耐熱性と難燃性の検討は、セルロースエステル誘導体と同じ添加剤(リン系難燃剤、水酸化アルミニウム、GF)を使用した。

まず、短鎖の鎖長が異なる2種のパラミロンエステル(①、②)にリン系難燃剤を添加した結果について表 1-5 に示す。パラミロンエステル①にリン系難燃剤を添加したところ、リン系難燃

衝撃強度は非常に低いままであっ た。これは、短鎖がアセチル基で	リン系難燃剤の添加効果							
あるためパラミロンエステル誘導		リン系 難燃剤	機械強度					
体の極性は高く、リンネ難感剤が 相溶しなかったためと推察され る。一方、パラミロンエステル②に			曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [GPa]	シャルピー 衝撃強度 [kJ/m ²]			
リン系難燃剤を添加すると、曲げ 強度は低下するがシャルピー衝撃	パラミロンエステル① (Ac/St系)	なし	37	1.4	1.0			
強度が向上した。短鎖をプロピオ	\uparrow	少	35	1.2	1.0			
ニル基にすることで樹脂とリン糸 難燃剤と相溶し、衝撃強度が向上	\uparrow	多	21	0.87	3.4			
したと思われる。この結果より、	パラミロンエステル② (Pr/St系)	なし	36	0.91	1.0			
性と難燃性の検討は、短鎖にプロ	\uparrow	少	22	0.63	7.0			
ピオニル基を付加したパラミロン	\uparrow	多	9.5	0.87	21			

表 1-5 パラミロンエステル誘道休

次に、パラミロンエステル誘導体にリン系難燃剤、水酸化アルミニウムおよびガラス繊維(GF) を添加した結果について表 1-6 に示す。パラミロンエステル②にアルミニウムを一定量(中)添 加し、リン系難燃剤と GF の添加量を変えて検討した。その結果、リン系難燃剤を添加せず GF を添加した系において高い耐熱性と難燃性を両立する配合が見出された。一方、パラミロンエ ステルの耐熱性目標(HDT>90 ℃)を達成するには、セルロースエステルよりも大量の GF を必 要とすることがわかった。これは、やはりベース樹脂であるパラミロンエステル②の耐熱性が セルロースエステルよりも低いためである。GF の添加量が多すぎると他の物性に影響し、特に 靭性が低下するため、今後はパラミロンエステル①(短鎖 Ac 基)と相溶性の高いリン系難燃剤 の探索やパラミロンエステル②(短鎖 Pr 基)の耐熱性を高める分子設計が必要と考える。

剤の添加量を変えてもシャルピー

エステル②で実施した。

	リン系	GF		機械強度		而打	熱性	難燃性			
	難燃剤	[%]	曲げ強度 [MPa]	曲げ弾性率 [GPa]	シャルピー 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]	UL94			
最終年度目標							>90	V-1/V-2			
パラミロンエステル +水酸化アルミニウム	0	中	77	6.4	2.5	n.d.	94	Not V-2			
\uparrow	0	多	80	7.6	2.2	n.d.	96	Not V-2			
\uparrow	0	特大	78	9.4	2.2	n.d.	98	V-0			
\uparrow	少	多	72	7.1	2.3	n.d.	85	V-0			
\uparrow	中	多	56	5.9	2.3	n.d.	75	V-0			

表 1-6 パラミロンエステル誘導体の耐熱性と難燃性

以上の結果より、難燃剤(リン系難燃剤、水酸化アルミニウム)とガラス繊維の添加量を調整 することで、本プロジェクトの目標値(耐熱性 HDT90 ℃以上、難燃性 V-1, V-2 以上)を達成す る多糖類エステル誘導体が得られた。ただ、樹脂の衝撃強度はまだ低いため、今後、さらに衝 撃強度を高める処方について検討を進めていく。

1.2. 多糖類系バイオプラスチックの合成スケールアップ検討

本プロジェクトの目標である、多糖類エステル誘導体のリサイクル性実証実験を実施するためには、1評価あたり 30 ~ 50 kg の多糖類エステル誘導体を用意する必要がある。そこで、セルロースエステル誘導体の合成について、昨年度の 200 L 反応器(収量 10 kg)からさらに 1000L 反応器(収量 50 kg)までスケールアップして実施した。1000 L 合成反応の様子を図 1-3 に示す。



1000L合成装置(上部)

セルロース、酸クロライドの仕込み作業



ろ過乾燥機の外観およびセルロースエステルの回収作業 図 1-3 セルロースエステル誘導体 1000L 合成反応の様子

今回の 1000 L 反応器での合成は2回実施し、合計 100 kg のセルロースエステル誘導体が得 られた。200 L から 1000L にスケールアップしても、反応時間やメタノールでの洗浄回数に大き な違いは見られなかった。反応終点はセルロース結晶の消失確認により判断し(図 1-4)、200L と同様、6 時間で反応が終了することを確認した。また、メタノールでの洗浄回数は7回から6 回に減った。昨年度、ラボスケールから 200L 反応器にスケールアップした時は、メタノールで の洗浄回数は5回から7回に増え、200L 反応器では適切なサイズのろ過器がなく洗浄効率が 悪かったためと推察したが、今年度の 1000L 合成ではろ過面積がより広いろ過器を使用した ため、200L よりも効率よく洗浄できたのではないかと考えている。



図 1-4 偏光顕微鏡観察による反応中のセルロース結晶確認

合成したセルロースエステル誘導体の物性評価結果を表 1-7 に示す。1000L 反応器で合成し たセルロースエステル樹脂は 200L 合成品よりも DS が若干高くなったため、曲げ強度や耐熱 性は少し低下した。これは、1000L 反応器での合成に用いた原料セルロースの含水率が 200L 合成で用いたものよりも低かったため(200L:含水率 5~6%、1000L:含水率 4~5%)と考察した。 また、1000L 合成の 2 ロットについても、DS や物性に若干のばらつきが見られた。今後、酸クロ 法で多糖類エステル誘導体を製造するには、ロット間のばらつきを抑えるために、セルロース や酸クロライド、溶媒などの原料の水分管理が重要と考える。

セルロースエス テル誘導体		生成物 (NN	勿組成 1R)		機械強度	耐熱性		
		長鎖DS (St)	短鎖DS (Pr)	曲げ 強度 [MPa] 4mmt	曲げ 弾性率 [GPa] 4mmt	IZOD 衝撃強度 [kJ/m ²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]
	最終年度目標							90
	200L	0.23	2.31	48	1.5	6.3	126	89
	1000L-1	0.27	2.38	42	1.3	12	123	78
	1000L-2	0.26	2.30	43	1.0	5.3	117	83

表 1-7 セルロースエステル誘導体 スケールアップ合成時の物性

1.3. パラミロン分岐状エステルの合成と物性評価



図 1-5 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体

1.3.1. はじめに

昨年まで、パラミロンは、炭素数2~14の直鎖状脂肪酸を用いてエステル化することにより、 優れた熱的性質あるいは機械物性などを有する熱可塑性プラスチックになることや射出成形 体および繊維に成形加工できることを報告してきた。具体的には、合成した全てのパラミロン エステル誘導体は、石油合成プラスチックであるポリエチレン(PE)、ポリプロピレン(PP)とポリエ チレンテレフタレート(PET)の全ての物性をエステル基の長さを変えることにより網羅できるこ とを証明した。

本年度は、物性の多様性を目指し、直鎖状脂肪酸に加え、分岐状脂肪酸を用いたエステル誘 導体の合成及び物性評価を行った。具体的には、分岐状脂肪酸であるピバル酸、イソ酪酸、イソ 吉草酸、4-メチル吉草酸、5-メチルヘキサン酸を用いてパラミロンのエステル化を行い、一連の パラミロン分岐状エステル誘導体を合成し、その構造の同定と様々な物性の測定を行った(図 1-5)。また、比較のため、同じ方法により炭素数が 3~7 の直鎖状脂肪酸を用いて、パラミロン 直鎖状エステル誘導体も合成した。

1.3.2. 実験

<試薬>

パラミロンは、ユーグレナ社から提供されたものをそのまま用いた。トリフルオロ酢酸無水物 (TFAA)、カルボン酸(酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、ヘキサン酸、ヘプタン酸、イソ酪酸、ピ バル酸、イソ吉草酸、4-メチル吉草酸、5-メチルヘキサン酸)、及び他の試薬は和光純薬工業株 式会社から購入した。

<パラミロンエステル誘導体の合成>

パラミロンエステル誘導体は、カルボン酸と TFAA をフラスコに入れて、5 分間 50 °C で攪拌 したのち、真空乾燥したパラミロン 3 g を加え、50 °C で攪拌しながら 1.5 時間反応させた。こ の溶液をメタノール/水混合溶液(1.5 L, 2:1 v/v)に投入し、生成物を沈殿させた。吸引ろ過で沈 殿物を回収したのち、再度クロロホルムに溶解し、再びメタノール/水混合溶液に投入して沈殿 し、三日間攪拌した。沈殿物を十分に洗浄したのち、吸引ろ過で回収し、105 °C、8 時間真空乾 燥した。

<核磁気共鳴分光分析(¹H-NMR)>

生成物の同定は、¹H-NMR により行った。測定は、JNM-500(日本電子)を用いて行った。約 15 mgのパラミロンエステルを 1 mL の重クロロホルムに溶解し、NMR 用のサンプルとして使 用した。テトラメチルシラン(δ = 0)を内部標準物質として用いた。置換度は、パラミロンのリン グプロトンのピーク面積とエステル側鎖のメチル基ピーク面積の面積比により算出した。

<ゲル浸透クロマトグラフィー(GPC)>

生成物の重量平均分子量(M_w)、数平均分子量(M_n)及び分子量分布(M_w / M_n)は、島津製作所の GPC システム(CBM-20A, DGU-20A3, LC-6 AD, SIL-20 AC HT, RID-10A, CTO-20A)を用いて 測定した。移動相はクロロホルムを使用し、流速は 0.8 mL/min、カラムオープン温度は 40 °C に設定した。単分散のポリスチレン(昭和電工: M_p = 1.20×10³, 3.07×10³, 7.21×10³, 1.96×10⁴, 5.51×10⁴, 1.33×10⁴, 1.33×10⁵, 2.75×10⁵, 8.15×10⁵, 1.32×10⁶, 3.15×10⁶)を、分子量基準物質 として用いた。

<熱重量分析(TGA)>

生成物の熱分解温度は、TGA により測定した。測定には、STA6000(Perkin Elmer)を用いた。 昇温プログラムは、窒素雰囲気下、速度 10 °C/min で 30 ~ 500 °C に設定した。サンプル重量 は約 8 mg とした。

<キャストフィルムの作製>

ソルベントキャスト法により、各パラミロンエステル誘導体のキャストフィルムを 2 種類作製 した。比較的薄いフィルムは DSC に使用し、厚い方は DMA に用いた。濃度 25 mg/mL となる ようにエステル誘導体をクロロホルム溶液 10 mL に溶解した後、直径 54 mm のテフロンシャー レに入れ、一晩放置してクロロホルム溶媒を飛ばすことにより、薄いキャストフィルムを作製し た。同じ方法で、濃度を 75 mg/mL にし、直径 42 mm のテフロンシャーレに入れて溶媒を飛ば させたことで、比較的厚いキャストフィルムを作製した。厚さはそれぞれ約 0.1 mm と 0.2 ~ 0.4 mm であった。

<示差走査熱量測定(DSC)>

DSC 8500 (Perkin Elmer)を用いて、融点(Tm)とガラス転移点(Tg)の測定を行った。パラミロンエステル誘導体のキャストフィルム2mgをアルミニウムパンに封入し、測定サンプルとした。

30 °C から、20 °C/min の速度で 270 °C までに昇温し、270 °C で 1 分間保持した(1st run)。 その後、200 °C/min で-30 °C まで急冷し、5 分間保持した後、300 °C まで 20 °C/min で昇温 した(2nd run)。 PriBu と PrPi は 1st run (30 °C ~ 350 °C)のみ測定した。測定は窒素雰囲気下で 行い、ブランクは空のアルミパンを用いた。 Tm は 1st run から読み取った。

<動的粘弾性測定(DMA)>

ガラス転移温度(Tg)を DVA-200s(ITK, Japan)を用いて測定した。キャストフィルム(厚さ: ca. 0.2 ~ 0.4 mm)をそれぞれ 20×5 mm²の小片に切り、測定サンプルとした。測定は、乾燥窒素雰 囲気下、10 Hz、-50~250 ℃、10 ℃/min の昇温速度で行った。測定試料間距離は 10 mm とし た。

<引張試験>

キャストフィルム(厚さ: ca. 0.1 mm)を用いて、引張試験を行った。測定装置は、EZ-test(島津 製作所)を用いた。キャストフィルムを 30×2 mm²の小片に切り、測定サンプルとした。試験開 始距離は 10 mm、引張速度は 20 mm/min、室温下で測定を行った。1 つの生成物に対して、測 定サンプルを 8 つ作製し、測定を行い、平均値を取った。

1.3.3. 結果と考察

<パラミロンエステル誘導体の合成と同定>

パラミロンエステル誘導体を、カルボン酸と TFAA を用いて、不均一反応で合成した。パラミ ロン分岐状エステル誘導体とパラミロン直鎖状エステル誘導体の¹H-NMR を図 1-6 に示す。表 1-8 に、パラミロン分岐エステル誘導体とパラミロン直鎖エステル誘導体の略称、置換基の種類、 置換基の炭素数、置換度(DS)及び分子量を示す。¹H-NMR により、すべでの生成物の置換度 (DS)は 3 であり、分岐状エステルにもかかわらず、全ての水酸基(-OH)が完全に置換されてい ることを確認した。生成物の重量平均分子量は約 10~30 万ぐらいであった。

Paramylon ester	Acyl group	carbon number	DS	$M_{\rm n} \times 10^{-4}$	$M_{\rm w} \times 10^{-4}$	M _w ∕M _n
PriBu	Isobutyrate	4	3	4.0	8.7	2.2
PrPi	Pivalate	5	3	6.8	14.3	2.1
PriVa	Isovalerate	5	3	7.8	20.6	2.6
PriHe	Isohexanoate	6	3	6.9	21.2	3.1
PriHep	soheptanoate	7	3	6.0	17.7	2.9
PrPr	Propionate	3	3	2.1	6.7	3.2
PrBu	Butyrate	4	3	6.6	15.2	2.3
PrVa	Valerate	5	3	14.1	29.5	2.1
PrHe	Hexanoate	6	3	6.4	16.8	2.7
PrHep	Heptanoate	7	3	4.5	16.0	3.5

表 1-8 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の置換度と分子量



図 1-6 パラミロン分岐状エステル誘導体の NMR

<熱重量測定(TGA)>

パラミロンエステル誘導体の TGA 曲線を図 1-7 に示す。また、5 %と 50 %質量減少温度(*T*d-5 % & *T*d-50 %)を表 1-9 にまとめた。パラミロン分岐状エステル誘導体とパラミロン直鎖状エステル誘導体の分解温度はほとんど同じであり、*T*d-5 % と *T*d-50 %はそれぞれパラミロンの場合より約 20 ~ 30 ℃ と 40 ~ 50 ℃ 高かった。すなわち、エステル化により、熱分解温度は上昇することがわかった。これは、エステル化により、パラミロンが分解するときに生じるレボグルコサンの形成を障害したことによると考えられる。



図 1-7 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の熱分解曲線

表 1-9 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の熱分解温度

	Pr	PriBu	PrPi	PriVa	PriHe	PriHep	PrPr	PrBu	PrVa	PrHe	PrHep
T _{d-5 %} (^o C)	298	319	340	317	303	321	328	320	323	319	331
$T_{d-50\%}$ ($^{ m O}C$)	321	360	360	368	369	368	360	364	375	371	373

<キャストフィルムの作製>

作製したキャストフィルム(厚さ: ca. 0.1 mm)の一例を図 1-8 に示す。全て のフィルムは、側鎖の違いと関係な く、無色透明であった。また、パラミロ ン分岐状エステル誘導体でも直鎖状 エステル誘導体と同様、側鎖の炭素数 が多いほど、フィルムは柔らかくて靭 性が高かった(後述の図 1-11 参照)。

厚さが 0.2 ~ 0.4 mm のフィルムは、 厚さが 0.1 mm のフィルムの見た目と ほとんどが変わらなかった。



<示差走査熱量測定(DSC)と動的粘弾性測定(DMA)>

パラミロンエステル誘導体の Tmと Tgを得るために、DSC 測定と DMA 測定を行った。Tm、Tg および△H の結果を図 1-9、図 1-10 および表 1-10 に示す。パラミロン分岐状エステル誘導体 は直鎖状エステル誘導体と同じように、側鎖の炭素数の増加に伴い、Tm と Tg の値は低くなる ことが分かった。この傾向はセルロースエステル誘導体やデンプンエステル誘導体と同様であ る。PriBuと PrPiの Tmは、それぞれ 339 °C と 337 °C であった。これらの値は、これまで報告 されているセルローストリアセテート(298 °C)、パラミロントリアセテート(287 °C)よりも高かっ た。一方、同じ炭素数の場合では、パラミロン分岐状エステル誘導体の Tm と△H は、パラミロ ン直鎖状エステル誘導体より高いことがわかった。これは、分岐側鎖の導入により、分子鎖間 に存在する空間が埋まり、結果として結晶性が向上したことに起因すると考えられる。

 T_g の値は、DSC 曲線では明確に確認できなかったため、DMA を用いて測定した。 T_g 結果を、 DSC で求めた T_m と一緒に図 1-10 に示す。三分岐の PrPi は最も高い T_g を持ち、173 °C であ った。この値は、直鎖状エステル誘導体である PrPr(T_g =125 °C)より 50 °C 高かった。この T_g の値は、報告されたパラミロントリアセテート(171 °C)とグルコマンナントリアセテート(174 ° C)の T_g とほぼ同じである。同じ炭素数の場合では、パラミロン分岐状エステル誘導体の T_g は、 直鎖状エステル誘導体より 10 ~ 20 °C 高かった。これは、分岐状エステル基の方が直鎖状エス テル基よりも強直であることに起因すると考えられる。PriBu と PrPi は同じ T_m を持つが、PrPi の T_g は PriBu より 60 °C ぐらい高かった。この現象の原因は、PrPi の側鎖が 3 分岐で、PriBu の 側鎖が 2 分岐であることから、PrPi の方がより強直であることに起因すると考えられる。

パラミロン分岐状エステル誘導体の Tm と Tg は、パラミロン直鎖状エステル誘導体と同じように、側鎖の炭素数を変えることにより、制御することができることもわかった。







図 1-10 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の融点(Tm)とガラス転移点(Tg)

	Carbon number of side chain	T _g (°C)	T _m (°C)	ΔH (J/g)
PriBu	4	110	339	19.5
PrPi	5	173	337	3.0
PriVa	5	91	250	17.2
PriHe	6	64	199	12.6
PriHep	7	41	126	3.2
PrPr	3	125	221	12.9
PrBu	4	92	201	10.0
PrVa	5	54	188	8.2
PrHe	6	40	124	3.3
PrHep	7	32	78	0.9

表 1-10 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の熱的性質

<キャストフィルムの引張試験>

厚さが約0.1 mmのパラミロンエステル誘導体のキャストフィルムを用いて、引張試験を行った。応力ひずみ曲線を図1-11に示し、引張強度、ヤング率と破断伸びを表1-11にまとめた。 分岐エステル誘導体同士、あるいは直鎖エステル誘導体同士を比べると、側鎖の炭素数が増加 するにつれて、引張強度とヤング率は減少し、破断伸びは増加した。この傾向は、既に報告され たセルロース直鎖エステル誘導体や他の多糖類のエステル誘導体の結果と同じである。これは、 側鎖の炭素数の増加につれて、柔軟性が向上したことによると考えられ、この傾向は Tgの結果 と一致している。

同じ炭素数の場合では、分岐エステル誘導体は直鎖エステル誘導体より高い引張強度とヤ ング率、より低い破断伸びを持っていることがわかった。また、PrPi、PriBu と PrPr は近い引張 強度を持っているが、破断伸びが PrPi と PriBu のほうが長かった。すなわち、側鎖に短い分岐 エステル基を導入により、靭性が向上することが示唆された。これは、分岐側鎖の導入により、 分子鎖間の絡み合い濃度が増加することによると考えられる。

1.3.4. 結言

本節では、炭素数が4~7の二分岐エステル基と炭素数が5の三分岐のエステル基を導入し たパラミロン分岐状エステル誘導体を合成し、側鎖炭素が 3 ~ 7 のパラミロン直鎖状エステル 誘導体の熱物性および機械物性と比較した。分岐状エステルにもかかわらず、置換度は3とな り、完全に分岐エステル化することに成功した。TGA の結果より、原料のパラミロンの 5 %質量 減少温度が 298 ℃ であるのに対して、パラミロン分岐状エステル誘導体の熱分解温度は約 20 °C~30 °C 高いことが分かった。DSC 測定より、全てのパラミロン分岐状エステル誘導体は融 点(Tm = 126 ~ 339 °C)を持ったことから、いずれも結晶性ポリマーであることがわかった。その うち、PrPiと PriBu は特に高い融点(ca. 340 ºC)を持つことが分かった。分岐状エステル誘導体 のガラス転移温度(Tg)は 41 ~ 173 ℃ であり、短鎖のものは石油合成プラスチックである PET (Tm = 270 °C; Tg = 70 °C)よりも高かった。直鎖状エステル誘導体の値と比較すると、同じ炭素 数の場合では分岐状エステル誘導体はより高い Tm と Tg を持つことが分かった。また、分岐状 エステル誘導体は直鎖状エステル誘導体と同じように、側鎖炭素数の増加につれて、TmとTa が減少した。分岐状エステル誘導体のキャストフィルムの引張試験を行った結果、同じ炭素数 の場合では、直鎖状エステル誘導体より高い引張強度と弾性率を持つことが分かった。分岐状 エステル誘導体は直鎖状エステル誘導体と同じように、側鎖炭素数が増加するとともに、引張 強度とヤング率が減少し、破断伸びが増加する傾向にあった。すなわち、分岐状エステル誘導 体も側鎖の炭素数を変えることにより、熱物性と機械的特性をコントロールすることができる ことが分かった。



図 1-11 パラミロン分岐状エステル(左)と直鎖状エステル(右)の応力-ひずみ曲線

		Tensile strength	Elongation at break	Young`s modulus
		(MPa)	(%)	(MPa)
	PriBu	28.6±2.0	67.5±28.0	470±170
	PrPi	35.7±1.3	28.7±4.6	580±64
	PriVa	15.5±1.4	52.2±20.2	250±56
	PriHe	18.6±2.1	180.1±21.4	280±50
	PriHep	5.0±0.6	348.8±64.0	46±14
	PrPr	35.7±4.6	6.0±0.6	740±100
	PrBu	20.0±2.3	113.0±36.0	330±49
	PrVa	15.0±2.3	113.8±22.0	150±31
	PrHe	7.8±0.2	448.8±56.6	30±15
	PrHep	4.8±0.3	1150.9±50.0	11±2

表 1-11 パラミロン分岐状および直鎖状エステル誘導体の機械物性

1.4. α-1,3-glucan エステル誘導体の合成と物性評価

1.4.1. はじめに

本節では、これまでに検討してきたセルロース(β-1,4-glucan)やパラミロン(β-1,3-glucan)に 加え、さらなる多糖類種の多様化による物性カバー領域の拡大を目指し、α-1,3-glucan に関し てエステル誘導体の合成と物性評価を実施した結果について述べる。

α-1,3-glucan は、口内連鎖球菌である Streptococcus 類が産生する多糖であり、菌類や酵母の細胞壁に構造多糖として存在する。近年、東京大学・岩田研究室において、Streptococcus Salivarius (ATCC25975)のα-1,3-glucan 合成酵素である GtfJ 遺伝子をクローニングし、大腸菌発現系を利用して GtfJ 酵素を作製、そして、それをスクロース溶液へ添加することで、完全直鎖状のα-1,3-glucan を得ることに成功した。α-1,3-glucan は、安価なスクロースを原料にし、水系ワンポットで合成できることから、低コストかつ環境負荷が小さいポリマーだと言える。また、合成温度を変化させることで重量平均分子量を20万から70万の間で制御できることも報告された。分子量は高分子材料の性能に大きな影響を与える因子であり、それを制御できるα-1,3-glucan は材料として非常に有望である。しかし、そのままの状態ではセルロースやパラミロンと同様に熱可塑性を持たないため、プラスチック素材として活用するためにはエステル化が必要となる。

本節では、従来の直鎖状エステルに加え、末端または根本が分岐したエステル基を α-1,3-

glucan へ導入し、熱・機械物性及びその結晶構造を評価した。さらに、その結晶弾性率を測定し、結晶構造と機械物性の相関を検討した。また、直鎖状と分岐状のエステル基を混合して、α-1,3-glucan の側鎖へ導入することで、新規物性の付与を目指した。多糖エステルにおいては、 水酸基の置換度がその物性に大きな影響を与える。よって、置換度を制御した α-1,3-glucan エ ステルの合成と基礎物性評価を行った。

1.4.2. 実験

<遺伝子組み換え大腸菌培養による GtfJ 酵素の生産とα-1,3-glucanの酵素重合>

Streptococcus salivarius ATCC 25975 からクローン化された、GtfJ を発現する pET-21a (+) (Novagen, USA)ベクターを含む、Escherichia coli BL21-Gold (DE3) (Stratagene, USA)を Luria-Bertani (LB)培地を用いて 37 °C で 16 時間培養した。培養した大腸菌を超音波処理により破砕し GtfJ 酵素を得た。

続いて、α-1,3-glucan の酵素重合を行った。反応液を 0.01% NaN3、100 mM 酢酸ナトリウム緩衝液、0.02 U/mL GtfJ、0.50M スクロース溶液とし、15°C で 2 週間攪拌した(図 1-12(a))。 溶液中に現れた白色沈殿を遠心分離によって回収し、凍結乾燥させ、白色粉末として α-1,3glucan を得た。分子量は、重量平均分子量(Mw)は 1.5×10⁵であり、多分散度(PDI=Mw/Mn) は 1.7 であった。

<α-1,3-glucan エステルの合成>

90 mlの任意のカルボン酸と、120 mlのトリフルオロ酢酸無水物(TFAA)をナスフラスコに入 れ、50 °C のオイルバス中で 5 分間撹拌した。得られた混合溶液に乾燥した 3.0 g の α-1,3glucanを加え、50°C で 1時間撹拌した(図 1-12(b))。反応後、茶色く透明な均一溶液になった。 この反応液を 1 L のメタノールと水の混合溶媒に注ぎ、目的物を沈殿させ、ろ過によって回収 した。回収した白色沈殿を 100 ml のクロロホルムに溶かし洗浄を行った。そのクロロホルム溶 液をメタノールと水の混合溶媒に再沈殿させ、ろ過によって回収した。再びメタノールと水で 洗浄した後、2 日間常温常圧で乾燥し、最後に 6 時間真空乾燥した。用いたカルボン酸は、直鎖 状(5 種)、末端分岐状(7 種)、根本分岐状(4 種)とした。カルボン酸の名称とそのエステル誘導 体の略称を以下に示す。

◎直鎖状カルボン酸:酢酸、プロピオン酸、酪酸、吉草酸、ヘキサン酸

(略称)α-1,3-glucan-Ac, α-1,3-glucan-Pr, α-1,3-glucan-Bu, α-1,3-glucan-Va, α-1,3-glucan-Hex

◎末端分岐状カルボン酸:

(二分岐)2-メチルプロピオン酸、3-メチル酪酸、4-メチル吉草酸、5-メチルヘキサン酸

(略称)α-1,3-glucan-2MPr, α-1,3-glucan-3MBu, α-1,3-glucan-4MVa, α-1,3-glucan-5MHex (三分岐)2,2-ヂメチルプロピオン酸、2,2-ヂメチル酪酸

(略称)α-1,3-glucan-22DMPr, α-1,3-glucan-33DMBu

<核磁気共鳴分光分析(¹H-NMR)による置換度の算出>

¹H-NMR は 1.3.節と同様の手法で測定した。エステル誘導体の置換度(DS)は、α-1,3-glucan のリングプロトンのピーク面積とアルキル側鎖末端のメチル基のピーク面積の比から算出した。 リングプロトンには7つ、直鎖状アルキル基及び根本分岐状アルキル基の最末端メチル基には 3つ、二分岐状アルキル基のメチル基には6つ、三分岐状アルキル基のメチル基には9つの水 素が存在する。よって、置換度は以下のように計算できる。

②直鎖状,根本二分岐状 DS =
$$\frac{I_{acyl}/_3}{I_{ringH}/_7}$$

③末端二分岐状 DS = $\frac{I_{acyl}/_6}{I_{ringH}/_7}$
③末端三分岐状 DS = $\frac{I_{acyl}/_6}{I_{ringH}/_7}$

<ゲル透過クロマトグラフィー(GPC)による分子量測定>

1.3.節と同様の手法で測定した。その結果、エステル化前の α-1,3-glucan は Mw 1.2 ×10⁵、 PDI 1.8 であった。また、各種 α-1,3-glucan エステルの Mw は 1.8 ~ 2.7×10⁵、PDI は 1.8 ~ 2.3 の範囲に収まっていた。



 \boxtimes 1-12 (a) Enzymatic polymerization of α -1,3-glucan and (b) chemical esterification of α -1,3-glucan to synthesize α -1,3-glucan ester derivatives. Abbreviations of α -1,3-glucan esters are also shown.

<キャストフィルムの作製>

ソルベントキャスト法により、α-1,3-glucan エステルのフィルムを作製した。0.30 g の α-1,3glucan エステルを 5 ml のクロロホルムに溶解させ、直径 54 mm のテフロンシャーレに流し込 んだ。常温・常圧で 3 日間静置し、溶媒を完全に揮発させ、キャストフィルムを得た。

<キャスフィルムの引張試験>

測定には卓上万能試験機 EZ-test(島津製作所)を用いた。キャストフィルムを長さ 25 mm、 幅 2 mm に切断し、サンプルとして使用した。引張速度は 10 mm/min、初期長は 10 mm とし た。測定は 5 回行い、それらの平均値を結果とした。

<キャストフィルムの光透過率測定>

紫外可視近赤外分光法(UV-Vis)によりキャストフィルムの光透過率を測定した。測定には U-2910(日立)を用いた。測定波長範囲は 190 ~ 1100 nm とし、スキャン速度は 400 nm/min とした。

<示差走查熱量測定(DSC)>

測定には DSC8500 (Perkin Elmer)を用いた。サンプルにはキャストフィルムを用い、重量は約2 mg とした。それぞれのサンプルを-30 ℃ から 380 ℃ までの昇温過程(1st run)において、融点を評価した。昇温速度は 20 ℃/min とした。

<動的粘弾性測定(DMA)>

直鎖状または末端分岐状エステルの測定には DVA-200s (ITK, Japan)を用いた。厚さ 0.6 ~ 1.0 mm のキャストフィルムを長さ 7 mm、幅 5 mm に切断しサンプルとした。測定条件は、窒素 雰囲気下で、剪断モード、温度範囲は 30 ~ 380 ℃、昇温速度は 2 ℃/min、測定周波数は 10 Hz とした。

根本分岐状エステルの測定には、DMA 8000 (PerkinElmer)を用いた。粉体サンプルをアルミ パン(マテリアルポケット)にはさみこみ、測定試料とした。測定条件は、窒素雰囲気下で、剪断 モード、温度範囲は 30 ~ 380 °C、昇温速度は 2 °C/min、測定周波数は 10 Hz とした。ただし、 マテリアルポケットを使用した本測定では、得られた結果(貯蔵弾性率、損失弾性率、tanδ)に 定量性はない。tanδ のピークを、ガラス転移点として決定することを主目的とした測定である。

<キャピラリーレオメーター>

測定には CFT-500EX(島津製作所)を用いた。サンプルにはエステル誘導体の粉体をペレット 状にしたものを用いた。また、比較対象として良好な熱成形性をもつことが知られているポリ プロピレン(PP)を用いた。サンプル重量は 1.5 g とした。測定開始温度はそれぞれのサンプルの ガラス転移点付近とした。開始温度で 300 秒間加熱した後、5 ℃/min で昇温した。サンプルが 全て流出した時点で測定を終了した。試験力は 10 kgf、ダイ穴径は 1 mm、ダイ長さは 1 mm と した。

<α-1,3-glucan エステルの溶融紡糸>

溶融紡糸は、メルトインデクサー (IMC-19F8, Imoto, Japan)を用いて行った。ダイの直径と L/D 比はそれぞれ 0.5 mm と 2 とした。粉末状のエステル誘導体を使用した。融点を約 30 ℃ 上 回る温度に炉の温度を設定し、粉体を投入してから、2 分後に 0.5 mm/s の速度で試料を押し 出した。押し出された試料はローラーによって巻き取った。ダイとローラーの距離は 40 mm と し、ローラーの巻き取り速度は 50 ~ 500 rpm(18 ~ 180 m/min に対応する)で制御した。 <偏光顕微鏡 (POM) による繊維の観察>

ECLIPSE E600 偏光顕微鏡 (Nikon, Japan)及び DFC450 charge coupled device (CCD) カメ ラ(Leica)を用いて繊維の観察を行った。

<溶融紡糸繊維の引張試験>

測定には、卓上万能試験機 EZ-test(島津製作所)を用いた。溶融紡糸繊維を長さ 25 mm に 切断し、サンプルとして使用した。引張速度は 10 mm/min、初期長は 10 mm とした。測定は 5 回行い、それらの平均値を結果とした。

<広角 X線回折による結晶構造の解析>

二次元回折図の X 線回折図を MicroMax-007HF system (Rigaku MicroMax-007HF)または 大型放射光施設の SPring-8 (Harima, Japan)において、BL40B2 と BL03XU のビームラインを用 いて行った。前者においては、40 kV, 30 mA, Cu K α 線 (λ = 0.15418 nm)を用い、サンプルと検 出器は真空チャンバー中に設置し、二者間距離を 83 mm とした。二次元回折図はイメージング プレート(Fujifilm Corp.; 2540 × 2540 pixels, 50 × 50 μ m² pixel⁻¹)に記録し、RAXIA-Di((Rigaku Corp.)により読み取り、2DP software (Rigaku Corp.)を用いて解析した。後者においては、 λ =0.1000 nm あった。また、配向度 f は回折図の強度-方位角プロファイルの半値幅 Wh を用い て下記式のように算出した。

②配向度 $f = \frac{(180 - Wh)}{180}$

二次元回折図の指数付けは、以下のように行った。まず、観測した各回折の座標 (x, y) から、 逆格子座標の (ξ, ζ) を算出した (力メラ長: R)。それらの値から、観測 d 値 (d_{obs}) を計算した。 次に、結晶系を斜方晶系あるいは単斜晶晶系と仮定して、任意の格子定数 (a, b, c, γ) 及びミ ラー指数 (hkl) の条件を満たす、計算 d 値 (d_{cal}) を算出した。以上より得られた d_{obs} と d_{cal} の 値の誤差が、可能な限り小さくなるように、格子定数及びミラー指数を決定した。誤差の程度 は、対応する d_{obs} と d_{cal} をそれぞれ X 軸と Y 軸にとり、線形近似曲線を作製し、その R² 値によ って評価した。R² 値が 1 に最も近い条件で、 d_{obs} と d_{cal} の誤差が最も小さくなると言え、そのと きの格子定数を採用した。いずれの結晶構造についても R² 値は、0.99 より 1 に近づくまで、格 子定数を調節した。

1.4.3. 結果と考察

<α-1,3-glucan エステルの合成>

いずれのカルボン酸を用いた不均一系反応においても、エステル化反応は円滑に進行した。 ¹H-NMR によって、α-1,3-glucan の水酸基がエステル基によって完全に置換され、置換度(DS) が 3.0 であることが分かった(図 1-13)。いずれの誘導体とも、エステル基側鎖の末端メチル基 (-CH₃) のピークは、最も高磁場側 (0.8 ppm-1.2 ppm) に現れた。それに加えて、根本分岐状エ ステルの場合は、1.7 ppm 付近に α 位メチル基のピークが現れた。TFAA は非常に強い酸であ るため、重合度の低下が観察されたが、得られた誘導体の重量平均分子量(*M*_w)はいずれも 20 万程度であり、材料化に十分な高分子量であった。



Z1-13 ¹H NMR spectra of α -1,3-glucan ester derivatives.

<キャストフィルムの引張試験>

直鎖状エステル、分岐状エステルのいずれからも無色透明なキャストフィルムを作製できた。 それらの引張試験の結果を図 1-14 に示す。

◎直鎖状エステル

α-1,3-glucan-Ac の最大応力が最も大きくおよそ 60 MPa に達した。側鎖長の増大と共に、 最大応力と弾性率が低下し、破断伸びが増加した。

◎末端分岐状エステル

末端二分岐状エステルは、同じ長さの側鎖長をもつ直鎖状エステルに比べ、高い弾性率を示し、硬く脆い傾向であった。末端三分岐状エステルにおいて、α-1,3-glucan-22DMPr は α-1,3-glucan-2MPr に近い機械物性を示した。一方で、α-1,3-glucan-33DMBuのキャストフィルムは、 脆すぎて引張試験を実施できなかった。

◎根本分岐状エステル

 α -1,3-glucan-3MBu を除く根本分岐状エステルのキャストフィルムは、直鎖状や末端分岐状 エステルのキャストフィルムより柔軟な傾向を示した。例えば、 α -1,3-glucan-2MVa の破断伸び は115±17%であり、直鎖状の α -1,3-glucan-Va (13±2%) や末端分岐状の α -1,3-glucan-4MVa (18±1%) に比べ、それぞれ、10 倍、5 倍以上の値であった。最大応力や弾性率は、側鎖長が同 等の誘導体では、側鎖の形状によって大きな差は観察されなかった。

以上より、末端に分岐がある場合に、最もフィルムに硬さを付与でき、根本に分岐がある場

合は、フィルムに柔軟性を付与できることが示された。



Image 1.14 Stress strain curves of cast films of α -1,3-glucan ester derivatives.

<キャストフィルムの光透過率測定>

作製したキャストフィルムの可視光領域の光透過度を図 1-15 に示した。二分岐状の α-1,3-glucan-2MPr と三分岐状の α-1,3-glucan-22DMPr の光透過率は、可視光領域でおよそ 80 ~ 90 %であった。この値は、直鎖状エステルより高く、比較として測定したポリエチレン(PE)やポリエチレンテレフタレート(PET)に匹敵した。光学用途に用いるガラスやアクリル樹脂の光透過率ははおよそ 90 %であり、それに近い値であると言える。また、芳香環をもつ PET は 300 ~ 400 nm 付近で著しく透過度が低下したが、α-1,3-glucan エステルはその領域においても高い光透過率を維持した。

また、直鎖状エステルは、側鎖が長いほど光透過率が低下した。側鎖が長いほど結晶化度が 低下するため、透過率が上昇すると予想されるが、それとは逆の傾向を示した。この現象の明 確な原因は特定できていない。考えられる原因として、側鎖長が大きい誘導体のほうが大きい 結晶を形成し、それが可視光領域の波長に相当し、光透過率を低下させたことが挙げられる。

α-1,3-glucan-22DMPrについては、熱プレスフィルム(280 ℃、1 min)の光透過率を測定した。 キャストフィルムと比べると、熱処理により低波長領域で光透過率の減少が観察された。しか し、その透過率は、直鎖状エステルのキャストフィルムと同等以上であり、十分に高い透明性を 維持した熱プレスフィルムが作製できたと言える。



I (a) UV-Vis spectra of cast films of α -1,3-glucan ester derivatives together with PE and PET. Photographs of cast films of (b) α -1,3-glucan-2MPr and (c) α -1,3-glucan-22DMPr. (d) UV-Vis spectra of melt-quenched films of α -1,3-glucan-22DMPr.

<示差走査熱量測定(DSC)> α-1,3-glucan 直鎖状及び分岐状エステルの DSC 曲線を図 1-16 に示した。



Temperature (

(b) Terminally branch (Bi-branch) 3-glucan-2MPr Tm=251°C ΔH=7.7 j/g -3MB Tm=292°C ΔH=6.9 j/g an-4MVa Tm=306°C ΔH=2.6 j/g can-5MHe -Endotherm (Tri-branch Tm=307°C ∆H=3.2 j/g ,3-glucan-33DMB Tm=348 ∆H=15.7 80 130 180 230 280 330 Temperature °C)



150 200 250



I-16 DSC 1st run curves of α -1,3-glucan ester derivatives.

◎直鎖状エステルの融点

°C)

α-1,3-glucan-Hex を除くすべての誘導体の DSC 曲線において、融点に帰属できる吸熱ピー クが観察された。α-1,3-glucan-Ac の融点は 339 °C と非常に高かった。側鎖長が増大するにつ れ、融点が低下し、α-1,3-glucan-Va は 252 °C に融点が観察された。また、より側鎖が長い α-1,3-glucan-Hex は側鎖の内部可塑効果により、結晶性が消失したと考えられる。

α-1,3-glucan-Bu 及び α-1,3-glucan-Va の DSC 曲線には、二つの吸熱ピークが観察された。 このような現象はカードラン(β-1,3-glucan)プロピオネートにおいても報告されている。例えば、 カードランプロピオネート (CDPr) のキャストフィルムは、158 °C と 225 °C に融点を持つ。そし て、その二つの融点の間の温度 (≥160 °C) で熱処理を行うと、らせん構造が 6 回らせんから、 5 回らせんへ転移する。すなわち第一融点(158 °C)は 6 回らせんの結晶由来であり、第二融点 (225 °C) は 5 回らせんの結晶由来であることが報告された。よって、α-1,3-glucan-Bu 及び α-1,3-glucan-Va も 2 種類の結晶構造をもつため、2 つ吸熱ピークが観察された可能性がある。 これに関しては、X 線結晶構造解析の結果を後述する。

◎末端分岐状エステルの融点

合成したすべての末端分岐状エステルの DSC 曲線に吸熱ピークが観察された。いずれの二 分岐状、三分岐状エステルにおいても、側鎖長の増大と共に、吸熱ピークが現れる温度は上昇 した。具体的には、二分岐状で最も側鎖が短い α-1,3-glucan-2MPr の吸熱ピークは、251 ℃ で あり、直鎖状エステルの α-1,3-glucan-Pr (292 ℃)より顕著に低かった。しかし、側鎖が長い末 端分岐状エステルの α-1,3-glucan-4MVa の吸熱ピークは 306 ℃ であり、直鎖状の α-1,3glucan-Va (252 ℃)より顕著に高かった。

結晶性の有無を評価するため、広角 X 線回折測定を行った(詳細は後述)。α-1,3-glucan-2MPr は、明瞭な回折を示したが、それ以上側鎖の長い末端分岐状エステルにおいては、明瞭 な回折は観察されなかった(cf. 図 1-27)。長鎖末端分岐状エステルは、結晶性が非常に低く、 広角 X 線回折測定では、ピークが観測されなかった可能性がある。

結晶性が非常に低いものの、結晶性があるという説を採用すれば、これらの吸熱ピークは融

点に帰属できる。通常、側鎖長が増大するにつれ、側鎖の内部可塑剤としての機能が向上し、 融点が低下する。しかし、末端分岐状エステルにおいては、それと逆の結果が得られたことに なる。このような傾向は、他の多糖エステルにおいては報告例がない。よって、その結晶構造は 特異的な側鎖のパッキング体系をもつことが予想される。

一方で、結晶性が無いと仮定すると、分岐状エステルを導入したことにより、主鎖に剛直性 がもたらされ、サーモトロピック液晶性をもったとも考えられる。この場合、吸熱ピークは液晶-等方性液体転移点温度として帰属できる。

いずれの末端分岐状エステルのキャストフィルムとも、吸熱ピーク温度以下のオーブン熱処 理においては、形状を維持した。逆に、吸熱ピーク以下では熱成形できなかった。つまり、吸熱 ピークが融点であるにしても、液晶-等方性液体転移点温度であるにしても、側鎖が長いほど、 末端分岐状エステルの熱安定性は向上した。一方で、熱成形は困難になった。

◎根本分岐状エステルの融点

α-1,3-glucan-2MHex を除くすべての誘導体の DSC 曲線において、融点に帰属できる吸熱 ピークが観察された。側鎖長の増大に伴い融点は低下した。根本分岐状エステルの融点は、直 鎖状及び末端分岐状エステルに比べ低い傾向にあった。例えば、根本分岐状エステルの α-1,3glucan-2MVa の融点は 123 °C であったのに対し、直鎖状の α-1,3-glucan-Va の融点は 252 °C と大幅に高かった。融点は結晶構造に起因するものであり、結晶構造に基づいた考察を後述 する。

<動的粘弾性測定(DMA)>

DSC 曲線の 2nd run からガラス転移点を測定する場合もあるが、多糖エステルは緩和速度 が非常に遅く、また側鎖長によって緩和速度が大幅に異なるため、DSC では同じ条件(昇温速 度)で測定が行えなかった。そこで、本実験では DMA を用い、得られた tanδ 曲線のピークトッ プをガラス転移点として採用した(図 1-17)。



Implies 21-17 Tan δ curves of α -1,3-glucan esters.

◎直鎖状エステルのガラス転移点

側鎖長の増大と共に、直鎖状エステルのガラス転移点は低下した。長い側鎖を導入すると、 主鎖間距離が増大し、分子間凝集力が低下すると考えられる。例えば、 α -1,3-glucan-Acのガラ ス転移点は 140 °C であり、 α -1,3-glucan-Hex は 49 °C であった。以前報告された Puanglek ら の結果におおよそ一致した。しかし、 α -1,3-glucan-Ac のガラス転移点について、Puanglek らは、 DSC の 100 °C/min で行った 2nd run から、168 °C と見積もったが、本実験で得られた値はそ れより明らかに小さかった。これは、Puanglek らは、DSC の 100 °C/min という非常に速い測 定速度によりベースラインのシフトを観測したため、本実験の2 ℃/min で行われた DMA 測定 に比べ、より高くガラス転移点を見積もったと考えられる。

◎末端分岐状エステルのガラス転移点

直鎖状エステルと同様に側鎖長の増大と共に、ガラス転移点は低下した。未端分岐状エステ ルのガラス転移点は直鎖状エステルに比べ高い傾向にあった。とりわけ、α-1,3-glucan-2MPr と α-1,3-glucan-22DMPr のガラス転移点は非常に高く、200 ℃ 以上であった。これは、従来の 3 置換体の多糖エステル誘導体と比べ、最も高い値であった。また、200 ℃ を超えるガラス転 移点は、Nylon (47 ℃)や Polyethylene terephthalate (PET: 69 ℃)などの石油合成プラスチック を顕著に上回り、Polyether ether ketone (PEEK: 142 ℃)や Polyamide imide (275 ℃)などのス ーパーエンジニアリングプラスチックの領域に達した。

実際に PET と α-1,3-glucan-22DMPr のフィルムに熱処理を行った。すると、PET は結晶化に よりフィルムが白化したのに対し、α-1,3-glucan-22DMPr はその高い熱安定性のため透明性を 維持した(図 1-18)。



Z 1-18 Tm and Tg of α -1,3-glucan-2MPr and α -1,3-glucan-22DMPr together with conventional plastics and photographs of (a) films of PET and (b) cast films of α -1,3-glucan-22DMPr before and after annealing.

さらに、特徴的なのは α-1,3-glucan-2MPr と α-1,3-glucan-22DMPr は、200 ℃ を超える非 常に高いガラス転移点を持つにも関わらず、融点がそれぞれ、251 ℃、307 ℃ と比較的低いこ とである。通常、多糖エステルの熱分解開始温度はおよそ 300 ℃ である。よって、セルロースア セテートや α-1,3-glucan-Ac に代表される高い熱安定性をもつ多糖エステルは、熱分解温度以 下で熱流動せず、熱成形できない。一方で、本節で合成した高熱安定性樹脂は熱分解温度以下 で熱成形できる可能性を示した。

また、石油合成スーパーエンジニアリングプラスチックの多くは、主鎖骨格の芳香環によって 非常に剛直な構造をもつ。そのため、熱成形でなく、環境負荷の大きい有機溶媒を用いて成型 加工されている。つまり、200 ℃のガラス転移点と熱成形性の両立は、熱可塑性高分子材料と してはほとんど実現されておらず、需要の高い物性だと言える。

◎根本分岐状エステルのガラス転移点

本実験では、粉体試料をアルミパンに挟み込んで DMA 測定を行った。測定試料のサイズを 決定できないことに加え、アルミパンの影響も大きく作用するため、貯蔵弾性率及び損失弾性 率を定量的に測定できない。一方で、温度に対する弾性率の変化の様子は定性的に評価でき る。よって、他の側鎖形状の誘導体の場合と同様に、tanδ曲線のピークトップをガラス転移点 として採用した。

根本分岐状エステルのガラス転移点は、他の場合と同様に、側鎖長の増大に伴い低下した。 また、根本分岐状エステルのガラス転移点は、同様の側鎖長をもつ末端分岐状エステルと直鎖 状エステルの中間程度の値を示した。例えば、末端分岐状エステルの α-1,3-glucan-2MVa のガ ラス転移点は、77 °C であるのに対し、直鎖状エステルの α-1,3-glucan-Va は 66 °C であり、末 端分岐状エステルの α-1,3-glucan-4MVa は 131 °C であった。

以上より、α-1,3-glucan の側鎖に分岐形状を導入することで、直鎖状エステルに比べ、ガラ ス転移点が上昇することが分かった(図 1-19)。さらに、末端に分岐がある場合と根本に分岐 がある場合では、前者のほうが、より高いガラス転移点をもたらすことが分かった。すなわち、 末端に分岐がある場合に、多糖主鎖が最も剛直になると考えられる。



21-19 Td-5%, Tm and Tg of α -1,3-glucan esters with (a) linear, (b) terminally branch, and (c) primary branch side chains. Thermal properties of conventional plastics are also shown.

<キャピラリーレオメーターによる溶融粘度測定>

結晶性プラスチックは、融点を基準にして、それを上回る温度で熱成形を行う。しかし、試料 が実際に流動を開始する温度は、必ずしも融点と一致するわけではない。そこで、本項では実 際に試料が実際に流動する温度を決定することを目的に、溶融粘度測定を行った。試料には、 高いガラス転移点を持ちながらも、熱分解温度(300 °C)以下に融点をもつ、α-1,3-glucan-2MPr またはα-1,3-glucan-22DMPr を用いて、熱成形性を評価した(図 1-20)。

α-1,3-glucan-2MPrは、融点を少し超えた270 ℃付近で著しく粘度が低下した。この結果は、 結晶性プラスチックの一般的な傾向である。一方で、α-1,3-glucan-22DMPr は、ガラス転移点 と融点の間の240 ℃付近で著しく粘度が低下した。これは、α-1,3-glucan-22DMPr の結晶性 が低いことによると考えられ、非晶性プラスチック様の熱成形が可能であることが示唆された。 以上より、ガラス転移点が200 ℃を超える α-1,3-glucan-2MPr と α-1,3-glucan-22DMPr は、 300 ℃以下で熱成形できることが示された。



21-20 Melting viscosity of α -1,3-glucan-2MPr and α -1,3-glucan-22DMPr.

<溶融紡糸繊維の作製と引張試験> ◎直鎖状エステルの溶融紡糸繊維

α-1,3-glucan-Pr、α-1,3-glucan-Bu、α-1,3-glucan-Va の溶融紡糸繊維を作製し、偏光顕微鏡 による写真を図1-21に示した。α-1,3-glucan-Pr ($T_m = 294$ °C) は 300°C、α-1,3-glucan-Bu (268 °C) は 270 °C、α-1,3-glucan-Va (252 °C) は 270 °C で、それぞれ装置の最大巻き取り速度の 180 m/min で紡糸することができた。これまでに、α-1,3-glucan エステルの熱成形に関する報 告例はなく、本研究で初めて溶融紡糸繊維の作製に成功した。しかし、α-1,3-glucan-Ac は熱流 動温度が高すぎ、溶融紡糸できなかった。また、α-1,3-glucan-Hex は溶融粘度が低すぎ、紡糸 中にべたついてしまい、溶融紡糸できなかった。



(a) Photographs of melt-spun fibers of α -1,3-glucan-Bu and (b) POM image of the fibers of linear esters.

溶融紡糸繊維の引張試験の結果を図 1-22 に示す。いずれの誘導体も熱処理を行うことで、 弾性率が 3 倍程度に上昇した。側鎖が短い α-1,3-glucan-Pr が最も高い弾性率を示し、側鎖長 の増大と共に弾性率は減少した。溶融紡糸繊維の作製が報告された多糖エステルのパラミロ ン(β-1,3-glucan) エステルと比較すると、α-1,3-glucan エステルの弾性率は顕著に高かった。 例えば、熱処理を行なった α-1,3-glucan-Pr 繊維の弾性率は 4.63±0.47 GPa であり、同様の巻 き取り速度で得られた熱処理後のパラミロンプロピオネート(PAPr)繊維(1.64±0.30 GPa)のおよ そ3倍に匹敵した。この原因として、まずパラミロンエステル繊維の場合と同様に、熱処理後の α-1,3-glucan エステルの高分子主鎖の配向度が非常に高いことが挙げられる。実際、熱処理後
の PAPr 繊維の配向度は 95%と報告されており、α-1,3-glucan-Pr, Bu, Va の配向度は、それぞ れ 90%、91%、89%と、それに匹敵する値を示した。次に、結晶構造の違いが機械物性に影響し ていることが考えられる。結晶構造と機械物性の相関については、本節末尾で検討した。

α-1,3-glucan-Bu 繊維の最大応力は 200 MPa に達した。これは、セルロースエステル繊維に は及ばないが、パラミロンプロピオネート(PaPr, Tensile strength = 200±14 MPa)に匹敵した。 α-1,3-glucan-Bu 繊維においては、分子鎖の高い配向性によるタフネスと側鎖の内部可塑効果 による柔軟性がバランスよく発現され、高い機械物性が得られたと考えられる。



21-22 Stress strain curves of melt-spun fibers of α -1,3-glucan linear esters (a) before and (b) after annealing.

Sample	Diameter (µm)	Tensile strength (MPa)	Elongation at break (%)	Young's modulus (GPa)
α-1,3-glucan-Pr	96 ± 20	128.8 ± 4.7	11.5 ± 0.9	1.46 ± 0.14
α-1,3-glucan-Bu	77 ± 1	217.9 ± 8.6	15.3 ± 0.7	1.20 ± 0.09
α-1,3-glucan-Va	104 ± 2	79.4 ± 8.7	9.8 ± 2.3	0.68 ± 0.04
α-1,3-glucan-Pr_annealed	70 ± 9	115.1 ± 3.4	3.8 ± 0.9	4.63 ± 0.47
α-1,3-glucan-Bu_annealed	80 ± 6	213.5 ± 11.7	10.2 ± 1.7	3.93 ± 0.49
α-1,3-glucan-Va_annealed	60 ± 8	117.0 ± 4.3	8.3 ± 1.2	2.69 ± 0.20

表1-12 Mechanical properties of melt-spun fibers of α -1,3-glucan linear esters.

◎分岐状エステルの溶融紡糸繊維

溶融温度は融点及び前項のキャピラリーレオメーターによる溶融粘度測定を参考にして決定した。 α -1,3-glucan-2MPr、 α -1,3-glucan-22DMPr はそれぞれ 280 °C、270 °C で溶融紡糸することができた(図 1-23)。しかし、得られた繊維は脆く引張試験は行えなかった。また、 α -1,3-glucan-2MBu、 α -1,3-glucan-2MVa、 α -1,3-glucan-2MHex については、連続的な溶融紡糸繊維の作製には至っていないが、配向試料の作製には成功した。そこで、これらの配向試料を用いて、広角 X 線回折測定を行った。



21-23 POM image of melt-spun fibers of α -1,3-glucan-2MPr and 22DMPr.

<広角 X 線回折による α-1,3-glucan エステルの結晶構造の解析>

上記で作製した直鎖状及び分岐状の熱処理前後の溶融紡糸繊維を試料とし、広角 X 線回折 によってその結晶構造を解析した。熱処理については、いずれの試料に対しても結晶化温度 (およそガラス転移点と融点の中間温度)で1時間のオーブンアニーリングとした。

◎直鎖状エステルの結晶構造解析

α-1,3-glucan-Pr、α-1,3-glucan-Bu、α-1,3-glucan-Va の熱処理前後の二次元 X 線回折図を 図 1-24 に示す。α-1,3-glucan-Pr については、熱処理前は明瞭な回折は見えず、結晶性が低い ことが分かる。ところが、熱処理後は明瞭な回折が多く観測された。これは、熱処理によって結 晶化が顕著に進行したためである。また、第 3 層線の子午線上に強い回折が現れたことから、 3 回らせん構造をとることが示唆された。

α-1,3-glucan-Bu については、熱処理前においても配向結晶化による回折がみられた。また、 第 5 層線の子午線上に強い回折が現れたことから、5 回らせん構造をとると予想された。熱処 理により配向結晶化が進行し、より明瞭な回折を示した。さらに、第 3 層線の子午線上に強い 回折がみられたことから、3 回らせん構造をとると予想された。つまり、熱処理によって結晶の らせん構造が変化したと考えられる。

α-1,3-glucan-Va も、熱処理前は第 5 層線の子午線上に強い回折がみられたのに対し、熱処 理後は第 3 層線の子午線上に強い回折がみられた。すなわち、α-1,3-glucan-Bu と同様に熱処 理によってらせん構造が変化したと考えられる。

(a) Linear ester : Before annealing



α-1,3-glucan-Pr







α-1,3-glucan-Va

(b) Linear ester : After annealing





続いて、熱処理繊維の X 線回折の指数付け及び格子定数の決定を行った。まず斜方晶の結 晶構造を想定し、指数付けを行った。すると、得られた格子定数から算出された密度の計算値 は、実測密度に比べ、顕著に低かった。よって、 α -1,3-glucan-Pr、 α -1,3-glucan-Bu、 α -1,3glucan-Va の単位格子は斜方晶でないと結論付けた。次に、 α -1,3-glucan-Pr、 α -1,3-glucan-Bu、 α -1,3-glucan-Va の結晶構造を単斜晶($\gamma \neq 90^\circ$)として、指数付け及び格子定数の決定行った。 格子定数から算出される密度と実測密度が一致するように γ の値を変化させることで、合理 的な結晶構造のパラメーターを決定した。単位格子当たりの分子鎖数は 6 本と見積もられた。 側鎖長が増大するにつれ、a、b、c の値が増加し、単位格子が大きくなった。それに加えて、 γ も 増大し、単位格子のひずみが大きくなった。

また、下記 Polany 式(カメラ長: R, 層線番号: m)より求めた格子定数の c の値(繊維周期: /) から、単位格子当たり 3 残基のグルコースユニットが c 軸方向に配列されていることが分かっ た。つまり、いずれのエステル誘導体とも熱処理を行うことで、3 回らせん構造をとることが明 らかにされた。以上の結果から推論される結晶構造を図 1-25 に示した。



②Polany 式 $sin \varphi = \frac{y}{\sqrt{R^2 + y^2}}$ 、 $I = \frac{m\lambda}{sin \varphi}$

\square1-25 Schematic diagram of the molecular conformations and crystal structures of α -1,3-glucan-Pr, Bu, and Va.

次に、単位格子への分子鎖の充填様式を考察する。充填様式は、単位格子内の分子鎖の対象性、すなわち空間群によって分類される。結晶構造の空間群の決定や構造の精密化は、以下のような手順で行う。まず、X 線回折図の消滅則から、可能性がある空間群を調べる。次に、もっともらしい空間群を仮定して、結晶構造モデルを作る。そして、実測した各 X 線回折の強度と、仮定モデルの構造因子とを比較する。両者の差が最も小さい空間群を採用し、さらに、内部ねじれ角や分子鎖の相対位置を変えながら精密化を行う。本研究では、X 線回折の強度抽出は行っていないため、詳細な空間群の決定や構造の精密化は行っていない。

そこで、似た結晶構造を持つ高分子を参考にして、α-1,3-glucan 直鎖状エステルの ab 平面 の分子鎖の模式図を推定した(図 1-26)。具体的には、アイソタクチックポリスチレンの結晶構 造を参考にした。アイソタクチックポリスチレンは、α-1,3-glucan 直鎖状エステルと同様に、3 回 らせん構造をとり、単位格子当たり6本鎖が含まれる。そして、空間群は、C3v⁶-R3cまたはD3d⁶-R3cであることが報告されている。いずれの空間群においても、右巻きの分子鎖が左巻きの分 子鎖に取り囲まれている点は共通している。



II-26 Schematic diagram of the crystal structure of α -1,3-glucan-Pr.

◎直鎖状エステルの結晶構造と物性の相関

前項では、α-1,3-glucan-Bu と α-1,3-glucan-Va の結晶構造は、熱処理によって 5 回らせん 構造から 3 回らせん構造に変化することが示された。この結晶構造の変化が、DSC 曲線に現れ た二つの吸熱ピーク、すなわち二つの融点の原因だと考えられる。丸林らによる CDPr の熱処 理による結晶構造変化の報告から推測されるように、α-1,3-glucan-Bu、α-1,3-glucan-Va のよ り低温側に現れた融点は、より緩いらせん構造である 5 回らせん構造の結晶由来の融点であ り、高温側の融点は 3 回らせん構造の結晶の融点であると考えられる。

また、α-1,3-glucan-Pr の結晶構造は、3 回らせん構造のみであった。これは、α-1,3-glucan-Pr の融点が一つしか観測されなかったことと矛盾しない。カードランにおいては、結晶構造の 転移が観察されたのは CDPr のみであり、CDBu や CDVa の結晶構造は 5 回らせんのみであっ た。そして、CDBu や CDVa の融点も一つだけであった。

溶融紡糸繊維の引張試験において α-1,3-glucan 直鎖状エステルの繊維は、熱処理によって 弾性率が著しく上昇し、パラミロンエステル繊維と比較し、顕著に高い弾性率を示した。この物 性の差は、結晶部のらせん構造の差に起因する。つまり、熱処理後の α-1,3-glucan エステルの らせん構造が 3 回らせんであり、より緩いらせん構造である 5 回らせんのパラミロンエステル より剛直な結晶を形成したためである。らせん構造の差が機械物性にもたらす影響について、 詳細な検討は本節末尾で行った。

◎分岐状エステルの結晶構造解析

 α -1,3-glucan-2MPr、 α -1,3-glucan-2MBu、 α -1,3-glucan-2MVa、 α -1,3-glucan-2MHex、 α -1,3-glucan-22DMPrの熱処理前後の二次元 X線回折図を図 1-27 に示した。二分岐状の α -1,3-glucan-2MPr については、熱処理前後とも、第8層線の子午線上に強い回折が現れ、8回らせん構造であることが示唆された。また、第2層線の子午線上にも回折が現れた。そこで、繊維をX線の照射方向に傾斜させて測定を行った。8回らせんの場合、第8層線の回折が強まる傾斜角度は、ブラッグの式(2dsin θ =n λ 、d と λ は既知)によると 11°であり、その条件を採用した。結果、第2層線の子午線上の回折が弱まり、第8層線の子午線上の回折が強まった(図 1-28)。よって、 α -1,3-glucan-2MPr が、8回らせん構造であることが支持された。

α-1,3-glucan-2MBu、α-1,3-glucan-2MVa、α-1,3-glucan-2MHex は熱処理前後とも、第 5 層 線の子午線上に回折が現れ、5 回らせん構造であることが示唆された。α-1,3-glucan-2MHex は、DSC では融点は観察されなかったが、わずかに結晶性を持つと考えられる。

三分岐状の α-1,3-glucan-22DMPr は、熱処理前は配向結晶化による回折は現れなかったが、 熱処理後は、第 3 層線の子午線上に回折が現れ、3 回らせん構造であることが示唆された。分 岐状エステルにおいては、直鎖状エステルのような熱処理による結晶構造の変化は観察され なかった。

続いて、熱処理後の X 線回折の指数付け及び格子定数の決定を行った。直鎖状エステルの 結果に従って、単位格子は単斜晶(γ ≠ 90°)と仮定して計算した。格子定数から算出される密度 と実測密度が一致するように γ の値を変化させ、合理的な結晶構造のパラメーターを決定した。直鎖状エステルの場合と同様に、単位格子当たりの分子鎖数は 6 本であり、側鎖長が増大 するにつれ、γ の値が増大し、単位格子のひずみが大きくなった。

Polany 式より求めた格子定数の c の値 (繊維周期: /)から、 α -1,3-glucan-2MPr は単位格子 当たり 8 残基、 α -1,3-glucan-2MVa、 α -1,3-glucan--Hex は単位格子当たり 5 残基、 α -1,3glucan-22DMPr は単位格子当たり 3 残基のグルコースユニットが c 軸方向に配列されている ことが分かった。すなわち、 α -1,3-glucan-2MPr は 8 回らせん、 α -1,3-glucan-2MVa、 α -1,3glucan-2MHex は 5 回らせん、 α -1,3-glucan-22DMPr は 3 回らせん構造であることが明らかに された(図 1-29)。

(a) branched ester : Before annealing



α-1,3-glucan-2MPr



α-1,3-glucan-22DMPr

(b) branched ester : After annealing





α-1,3-glucan-2MBu



α-1,3-glucan-2MVa



α-1,3-glucan-2MHex



α-1,3-glucan-2MPr





α-1,3-glucan-2MBu



α-1,3-glucan-22DMPr

α-1,3-glucan-2MVa

Z1-27 2-D X-ray fiber diagrams of α -1,3-glucan branched



I-29 Schematic diagram of the molecular conformations and crystal structures of α -1,3-glucan-2MPr and 2MVa.

<分岐状エステルの結晶構造と熱物性の相関>

前項より α -1,3-glucan 二分岐状エステルは、8 回らせんや 5 回らせん構造をとり、3 回らせん構造の直鎖状エステルと比較すると、緩いらせん構造をとることが示された。また、直鎖状、 分岐状とも単位格子当たりの分子鎖数は 6 本であった。その結果、直鎖状エステルに比べ、分 岐状エステルの密度は低い傾向にあった (α -1,3-glucan-Pr: ρ_{cal} =1.18、 α -1,3-glucan-2MPr: ρ_{cal} =1.15、 α -1,3-glucan-Va: ρ_{cal} =1.08、 α -1,3-glucan-2MVa: ρ_{cal} =1.07)。

結晶密度の低下は、結晶が溶融するためのエンタルピー (ΔH_f)低下に寄与する。融点は Tm =ΔH_f/ΔS_fとして定義されることから、結晶密度の低下は融点の低下をもたらす。したがっ て、分岐状エステルは、直鎖状エステルに比べ、低い融点を示したと考えられる。

一方で、分岐状エステルの高いガラス転移点については、分岐状側鎖はかさ高く、非晶部の 自由体積を減少させ、主鎖に剛直性をもたらしたためだと考えれば説明ができる。しかし、主 鎖の剛直性の直接的な評価は行っていないため、現時点では予想にとどまる。例えば、粘度法 により、Mark-Houwink-Sakurada 式 ([ŋ]=KM °) における、高分子の剛直性を表す定数 a を 評価すれば、剛直性の比較評価ができると考える。

実際に α -1,3-glucan エステルについて、粘度法を用いた研究の報告例はないが、未修飾の α -1,3-glucan は DMSO/3%LiCl 溶液において、a=0.9 であることが報告されている。これは、同 溶媒中におけるセルロース(a=0.7)と比べても高く、通常の良溶媒中の高分子(a=0.6 ~ 0.8)と比べても高い値である。この結果は、 α -1,3-glucan がセルロースを上回る非常に高い剛直性をもつことを示すとともに、 α -1,3-glucan エステル誘導体が、セルロース誘導体を上回るガラス 転移点をもつことを強く示唆し、本研究の結果を支持していると言える。

1.4.4. 結言

従来報告されていた直鎖状エステルに加え、完全に水酸基を置換した α-1,3-glucan 末端ま たは根本分岐状エステルの合成に成功した。いずれの誘導体からも無色透明なキャストフィル ムを作成できた。末端分岐状エステルのフィルムは、直鎖状エステルフィルムより硬く脆い傾向 にあった。一方で、根本分岐状エステルのフィルムは、直鎖状エステルよりも柔軟で、高い破断 伸びを示した。

熱物性については、いずれの分岐状エステルのガラス転移点とも、同じ側鎖長の直鎖状エス テルより高かった。特に α-1,3-glucan-2MPr、α-1,3-glucan-22DMPr のガラス転移点は、200℃ を超え、スーパーエンジニアリングプラスチックに匹敵した。末端分岐と根本分岐を比較すると、 末端分岐状エステルのほうが高いガラス転移点を示す傾向にあった。

末端分岐状エステルの熱流動温度は、側鎖が長くなるにつれ上昇した。これは他の多糖エス テルには見られない傾向であった。一方で、根本分岐状エステルの融点は、側鎖長の増大と共 に、低下した。そしてその融点は、同じ側鎖長の直鎖状エステルと比較すると、低い傾向にあっ た。この原因を広角 X 線回折測定により明らかにした。具体的には、直鎖状エステルが 3 回ら せん構造であるのに対し、根本分岐状エステルは 8 回らせんや 5 回らせんといったより緩いら せん構造をとり、結晶密度が低くなるため融点が低下したと考えられる。

熱成形によって、α-1,3-glucan 直鎖状エステルの溶融紡糸繊維の作製に初めて成功した。いずれの誘導体も熱処理によって高い配向度と、それに伴う高い弾性率を示した。特に α-1,3-glucan-Bu からは、最大応力が約 200 MPa の高い最大応力と約 4 GPa の高い弾性率を併せ持つ繊維が得られた。また、いくつかの分岐状エステルからも、熱成形によって配向結晶化試料を作製できた。

溶融紡糸によって得られた配向試料を利用し、直鎖状及び分岐状エステルの広角 X 線回折 測定により、結晶構造解析を行った。いずれの誘導体も、単斜晶の単位格子に 6 本の分子鎖を 含み、側鎖長と共に単位格子のひずみが増大することを示した。さらに、熱処理後の結晶構造 について、X 線回折の指数付けを行い、格子定数を決定した。また、直鎖状エステルの α-1,3glucan-Bu と α-1,3-glucan-Va は熱処理によって、結晶構造が 5 回らせんから 3 回らせんに変 化し、それぞれの結晶が異なる融点を持つことを明らかにした。

最後に、電子機器部品としての応用を考え、誘電率を測定した。α-1,3-glucan-Ac はセルロー スアセテートと同様な誘電率を示した。長鎖エステル基や分岐状エステル基を導入すると、さら に誘電率が低下することを明らかにした。特に、分岐状エステル基を導入した場合は、非常に 高いガラス転移点(200 °C)と低い誘電率(εr'=3)が両立するため、従来には報告例が少ない、高 透明性の高耐熱性低誘電率材料として、有望であることが示された。

以上から、α-1,3-glucan への分岐状側鎖の導入は、直鎖状側鎖の導入では得られない熱、機 械、電気物性をもたらすことが明らかにされた。さらに、分岐位置を制御したアルキル基側鎖 の導入は、他の多糖及びポリマーにおいても、新規物性の付与に有用であることが示唆された。

1.5. 射出成形体の大型放射光を用いた構造解析

1.5.1. はじめに

プラスチック製品の射出成形体は、成形体の形状によって分子鎖あるいは結晶の配向性が 異なることが予想される。それは射出成形を行う際、形状によりせん断のかかり具合が異なる ためと考えられる。同じ試料であっても、この射出成形体の形状による内部構造の違いを把握 することは、最終製品の物性を制御するために最も必要な情報の一つであると考えられる。部 材を破壊せずに、内部構造を解析する方法の一つとして X 線回折が挙げられる。しかしながら、 一般の実験室で用いている X 線では輝度(強度)が低く、厚みのあるサンプルを透過すること ができず、明確なデータを取ることはできない。そこで本実験では、通常の実験室レベルの X 線の 10 億倍以上の強度を有する大型放射光(SPring-8)を用いて、回折実験を行い、成形体の 形状による内部構造に違いがあるのかを検討することとした。

1.5.2. 実験

<パラミロンプロピオネート(PaPr)の射出成形体作製>

パラミロンプロピオネートから2種類の形状(図 1-30、短冊片とダンベル片)の射出成形体を作製した(図 1-31)。さらに、金型温度を 50 ℃ と 160 ℃ の 2 種類 に設定することで、合計4種類のサンプルを作製した。 溶融温度は 250 ℃と統一し、サンプルを炉に入れ始め た時間からカウントし、押出しを始めるまでを溶融時 間とした。実際の溶融時間は 3 ~ 5 分である。全ての サンプルを炉に入れて 30 秒間経過した後、射出圧: 500 bar (1 bar = 10⁵ Pa)、保圧: 250 bar に設定し、それ ぞれ 10 s 保持した。金型温度がガラス転移温度以下の 50 ℃ の時は、樹脂がすぐ固化するため、射出後直ち



図1-30 パラミロンプロピオネート の短冊片とダンベル片

に、金型からサンプルを取り出した。一方、結晶化温度に近い 160 ℃ の時は、30~60 分経過し た後に金型からサンプルを取り出した。



図 1-31 (左)射出成形機、(右)射出成形の模式図と金型

<大型放射光解析>

播磨大型放射光施設の BL03 ビームラインで広角 X 線回折実験を行った。X 線の波長は 0.1 nm を用い、カメラ長は約 10 cm にて測定を行った。照射時間は 1 ~ 10 秒とし、回折はピラタ スに記録した。

1.5.3. 結果と考察

図 1-32 に、短冊片(a)とダンベル片(b)の X 線繊維図とそれぞれの全環平均のプロファイルを 示す。金型温度が 50 ℃ の短冊片とダンベル片の回折を比較すると、いずれも2つのリングパ ターンのみが観察され、結晶性は認められるが、結晶配向性は認められなかった。この回折だ けを見ると、短冊片もダンベル片も同じ構造を取っていると考えられる。

しかしながら、金型温度が 160 ℃ の場合を比較してみると、明確な違いが認められた。短 冊片では結晶配向に由来する明確な分離した回折は認められなかった。しかし、ダンベル片で は、結晶が非常にきれいに配向していることを示す分離した回折が認められた。これは、短冊 片内では結晶の向きが揃っておらず無秩序に存在しているが、ダンベル片内では結晶は射出 成形の長手方向に平行に並んでいることを示している。これは、短冊片よりダンベル片の方が、 分子鎖が金型内に流動する時に、中心に向かってせん断力が集中しているのが原因であると 考えられる。

今回、大型放射光の強力 X 線を用いることにより、厚みのある短冊片とダンベル片の回折 を撮影することができ、その結果、ダンベル片の方が強く結晶配向していることが分かった。 さらに、160 ℃ 結晶化したサンプルの回折結果から、50 ℃ で成形したサンプル内でも分子鎖 は、結晶化はしていないが射出成形の流れ方向に配列していると予想される。これらの結果は、 最終サンプルの引張強度や曲げ強度等にも影響を及ぼすものと考えられ、今後も必要に応じ て大型放射光を用いて内部構造の解析をする必要があると考えられる。

(a) 短冊片



実証内容2.多糖類系バイオプラスチックの耐水性の検討

本業務では、住宅インテリア製品への適用を目指した多糖類系バイオプラスチックを開発す るにあたって、要求される耐水性、及び、その他物性を両立するベース樹脂 多糖類エステル誘 導体を検討することを目的とする。

昨年度までに、環境負荷が低い多糖類エステル誘導体の合成処方(酸クロリド法)を確立し、 その処方によって作製したセルロースエステル誘導体では、目標であるポリプロピレン相当以 上の機械強度と耐熱性を発現可能であることが明らかになった。一方、パラミロンエステル誘 導体では機械強度と耐熱性は目標未達となった。

耐水性については、射出成形体を 80 ℃ の温水に浸漬することによって異常をきたさない か確認する温水浸漬試験において、パラミロン、セルロース、いずれの多糖類エステル誘導体 についても、その試験水が目標 pH をクリアしており、また、長期耐水性にも問題がないことが 確認された。しかし、その試験水からは合成処方に用いた成分由来の溶出物質が検出され、メ タノールリンスによる洗浄によって一定の除去効果が確認されたものの、不完全であった。以 上の昨年度までの検討結果を踏まえて、今年度は最終目標達成に向けて下記3つの検討を行 った。

① パラミロンエステル誘導体の機械強度・耐熱性の改善

2.1.

② 多糖類エステル誘導体からの溶出物質除去を目指した洗浄処方の改善、及び、形状のある試作部材を用いた製品での試験評価

パラミロンエステル誘導体の機械強度・耐熱性の改善

③ 開発した多糖類エステル誘導体のマテリアルリサイクル性の評価

生成物組成			機械強度					耐熱性	
種類	長鎖 DS	短鎖 DS	曲げ 強度 [MPa]	80℃ 曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [MPa]	80℃ 曲げ 弾性率 [MPa]	^{シャル°-} 衝撃強度 [kJ/m²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]
目標(現行品)			32	8.3	900	254	5.3		48
パラミロン誘導体	He 1.2	Pr 1.8	23	0.6	743	121	9.7	73	45
セルロース誘導体	He 0.9	Pr 2.1	42	9.3	1400	467	9.8	101	58

表 2-1 昨年度の多糖類エステル誘導体の機械強度と耐熱性の評価結果

昨年度に実施した、パラミロンエステル誘導体、及び、セルロースエステル誘導体の評価結果 を表 2-1 に示す。酸クロリド法で誘導体を合成し、射出成形で試験片を作製してその機械物性 と耐熱性を評価した。機械物性では、曲げ強度、曲げ弾性率、シャルピー衝撃強度を、耐熱性で は、ガラス転移温度と荷重たわみ温度(HDT)を指標として目標値(現行品 ポリプロピレン)と の比較を行った。試験の雰囲気温度は、曲げ試験では 23 ℃、もしくは 80 ℃ とし、シャルピー 衝撃試験では 23 ℃ とした。また、荷重たわみ温度の曲げ応力は 1.80 MPa とした。

表 2-1 から、パラミロンエステル誘導体では全ての項目で目標未達となっているが、特に、 80 ℃ 環境下で著しく機械強度が低下していることがわかる。そこで、改善に向けてパラミロン エステル誘導体のガラス転移温度(Tg)を 100 ℃ 程度まで高めることで、80 ℃ 環境下での機 械強度を向上する方針を立てた。過去の知見を踏まえて Tg を高める側鎖構造の見直し検討を 行った結果、長鎖成分であるヘキサノイル基(He)と短鎖成分であるプロピオニル基(Pr)の比率を He: Pr = 0.3:2.7 (全体置換度は 3.0 を維持)に変更することで Tg を 100 ℃ 程度にまで高めることが可能であると予想した。そこで、この長鎖短鎖の結合比率になるように合成処方を検討し、パラミロンエステル誘導体を酸クロリド法で合成して再評価を実施した。合成したパラミロンエステル誘導体の ¹N-NMR 分析を行ったところ、その長鎖短鎖の結合比率は、He: Pr = 0.3:2.7、全体置換度 3.0 となっていることが確認された。

生成物組成		機械強度					耐熱性		
種類	長鎖 DS	短鎖 DS	曲げ 強度 [MPa]	80℃ 曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [MPa]	80℃ 曲げ 弾性率 [MPa]	^{シャル°-} 衝撃強度 [kJ/m²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]
目標(現行品)			32	8.3	900	254	5.3		48
パラミロン誘導体 (改善前,再掲)	He 1.2	Pr 1.8	23	0.6	743	121	9.7	73	45
パラミロン誘導体 (改善品)	He 0.3	Pr 2.7	45	15	1390	644	8.8	106	62

表 2-2 改善したパラミロンエステル誘導体の機械強度と耐熱性の評価結果

表 2-2 に改善したパラミロンエステル誘導体の機械強度と耐熱性の評価結果を示す。プロ ピオニル基の側鎖置換度を 1.8 から 2.7 に高めることで、ガラス転移温度は 106 ℃ となり、改 善前の 73 ℃ から約 30 ℃、高めることができた。その結果、80 ℃ 環境下での曲げ強度は 15 MPa(改善前に対して約 25 倍)、曲げ弾性率は 1390 MPa(約 2 倍)に向上した。シャルピー衝撃 強度はわずかに低下したものの、荷重たわみ温度は 62 ℃ に向上し、パラミロンエステル誘導 体でも全ての項目で目標値を達成できた。

以上の結果から、ポリプロピレン相当を目指す場合の多糖類エステル誘導体の適正な長鎖 短鎖の結合比率は、パラミロンエステル誘導体では He: Pr = 0.3:2.7(全体置換度 3.0)、セル ロースエステル誘導体では、He: Pr = 0.9:2.1(全体置換度 3.0)であることが明らかになった。

2.2. 多糖類エステル誘導体からの溶出物質除去

昨年度に実施した、多糖類エステル誘導体の耐水性・溶出性の評価結果を表 2-3 に示す。酸 クロリド法で合成したパラミロンエステル誘導体、セルロースエステル誘導体を用いて試験片 を射出成形で作製し、耐

水性と溶出性を評価し た。耐水性については、 試験片を密封容器中で 80 ℃の蒸留水に3時間 浸漬し、試験水の pH を 評価した。溶出性につい ては、この試験水を 80 ℃に30分間加熱して揮 発したガス成分を GC/MS 分析し、合成処 方由来の溶出物質を定 性的に評価した。

表 2-3	昨年度の多糖類エステル誘導体の耐水性、

浴出性の評価結果						
	生成物組成		耐水性		溶出性	
種類	長鎖DS	短鎖DS	80℃温水 3時間浸漬	常温 3か月浸漬	80℃温水 3時間浸漬	
目標(現行品)			pH 6∼7	著しい外観 異常なきこと	溶出なきこと	
パラミロン誘導体	He 1.2	Pr 1.8	pH 7	異常なし	溶出物質 有り	
セルロース誘導体	He 1.1	Pr 1.9	pH 7	異常なし	溶出物質 有り	

表 2-3 から、耐水性についてはいずれの多糖類エステル誘導体でも試験水の pH は 7 となっており目標を達成できた。しかし溶出性では、合成処方由来の物質が検出され、残課題となっていた。

表 2-4 に昨年度の溶出性評価において、GC/MS 分 析で検出された溶出物質を示す。これらのうち、ケトン 類(3-ペンタノン、3-オクタノン)とカルボン酸(プロピオ ン酸、ヘキサン酸)は、合成処方に用いた長鎖・短鎖成 分由来の物質であり、ピリジンは溶媒、4-エチルピリジ ン(もしくは、2,5-ジメチルピリジン)はピリジンが変性 した成分である。昨年度の溶出性評価結果によると、 これら6成分のうち特にケトン類が多く検出されてい た。また、合成後の誘導体にメタノールリンスによる洗 浄を施すと、一部の物質において一定の除去効果を確 認できたものの、ケトン類の除去は困難であった。この 昨年度の検討結果から、酸クロリド法で用いた合成処

表 2-4 昨年度の溶出性評価で 検出された溶出物質

GC/MS 検出成分
3-ペンタノン
ピリジン
3-オクタノン
4-エチルピリジン、
もしくは、2,5-ジメチルピリジン
プロピオン酸
ヘキサン酸

方成分は現状の洗浄工程を経た後にも誘導体中に残留しており、射出成形体にまで移行して いること、また、合成処方成分の中でも特に、長鎖・短鎖成分由来の物質が多いことが判明し た。過去の知見から、多糖類エステル誘導体をクロロホルムなどの有機溶媒に溶解させ、再沈 殿させる工程を数回行うことで GC/MS 分析で溶出物質が検出されないほど除去されたこと が明らかになっている。しかし、この方法は環境負荷が大きく、また、工業的にも不向きである。 そこで、なるべく簡便な残留物質の除去方法として、次の2つの方法を検討した。

① 多糖類エステル誘導体へのマイクロ波照射

② 水、もしくは、水・アルコール混合液による洗浄処方

合成後の誘導体にマイクロ波を照射することで、誘導体を乾燥しつつ残留物質を除去できる 可能性があり、効率的、かつ、低環境負荷であることから、まずマイクロ波照射について検討を 行った。

2.2.1. 多糖類エステル誘導体へのマイクロ波照射

最初に、多糖類エステル誘導体の射出成形体に含まれる残留物質量を定量化するため、溶 出試験、及び、浸出試験を実施した。溶出試験は、食品衛生法 370 号に定められた試験方法に 準拠した。浸出試験は、水道法に基づく試験方法(JIS S3200-7)に準拠した。パラミロンエステ ル誘導体(He: Pr = 0.3: 2.7、全体置換度 3.0)、及び、セルロースエステル誘導体(He: Pr = 0.9 : 2.1、全体置換度 3.0)の射出成形体を試験片とし、60 ℃ の蒸留水に 30 分間浸漬した試験水 を評価した。キッチン水栓などの製品を用いる試験では、製品中に試験水を封入し、所定時間 が経過した後に水を入れ替える慣らし操作(コンディショニング)を所定日数 繰り返した後に 評価するが、今回は残留物質量を把握することが目的のため、慣らし操作は行わずに評価を実 施した。

表 2-5 に溶出試験、浸出試験結果を示す。表 2-5 によると、過マンガン酸カリウム消費量、蒸 発残留物、及び、アミン類については基準値以下になっており、その中でも蒸発残留物とアミ ン類については測定限界以下であった。アミン類が検出されなかったことから、化学構造中に 窒素を含むピリジン、及び、4-エチルピリジン(もしくは、2,5-ジメチルピリジン)については、基 準値を超える溶出がなかったことがわかる。過マンガン酸カリウム消費量と全有機炭素量 (TOC)はほぼ同程度の検出量となったが、より厳しい基準値が設けられている TOC では基準 値を超える結果となった。特に、パラミロンエステル誘導体の TOC は 3.3mg/L と、基準値 0.5mg/Lを大きく超える結果となった。昨年度の GC/MS 分析結果から、この主成分はケトン類 (3-ペンタノン、3-オクタノン)とカルボン酸(プロピオン酸、ヘキサン酸)であると考えられる。以 上の結果から、TOC を基準値以下にするために必要な低下幅と、留意すべき成分がケトン類と カルボン酸であることが判明した。そこでこれらを踏まえてマイクロ波照射の検討を行った。

試験項目		統		
		パラミロン 誘導体	セルロース 誘導体	日標(基準)
溶出試験	過マンガン酸カリウム消費量(µg/mL)	3	1	10以下
	蒸発残留物(µg/mL)	10未満	10未満	10未満
	全有機炭素量(TOC)(mg/L)	3.3	1.8	0.5以下
浸出試験	アミン類(mg/L)	0.01未満	0.01未満	0.01以下

表 2-5 多糖類エステル誘導体の溶出試験、浸出試験結果

溶出物質	沸点(°C)	
3ーペンタノン	101	
3ーオクタノン	167	
プロピオン酸	141	
ヘキサン酸	205	

表 2-6 長鎖・短鎖成分由来の溶出物質の沸点

マイクロ波の照射タイミングは、多糖類エステル誘導体を合成し、再沈殿・濾過した後の乾燥 工程で行うことを想定している。従って、誘導体の状態は、再沈殿に用いるメタノール水混合 液を含んだ湿体、もしくは、ある程度乾燥が進んだ粉体である。そこで、マイクロ波照射サンプ ルは、乾燥粉体と湿体の2水準を検討した。湿体については、多糖類エステル誘導体にメタノー ル水混合液を含ませ、30L スケールでの合成実績に合わせて湿体/乾燥粉体の比率を 2.4 とし てサンプルを作製した。多糖類エステル誘導体には、先の浸出試験において TOC が大きかった パラミロンエステル誘導体(He: Pr = 0.3: 2.7、全体置換度 3.0)を用いた。

表 2-6 に長鎖・短鎖成分由来の溶出物質とその沸点を示す。溶出物質の沸点はいずれもメタ ノールや水より高い 100°C 以上である。再沈殿・濾過後の誘導体に含まれるメタノールや水を 揮発させながら効率的にマイクロ波によって溶出物質を揮発させるため、マイクロ波照射中の 雰囲気温度を、湿体では照射開始時にメタノールの沸点(65 °C)以上である 70 °C とし、その 後、水の沸点である 100 °C まで昇温した。粉体では雰囲気温度を 100 °C とした。マイクロ波の 照射時間はいずれも 120 分とした。マイクロ波の周波数は 2.45 GHz とし、サンプルに均一にマ イクロ波を照射するため、撹拌羽でサンプルを撹拌した。撹拌速度は 60 rpm とした。また、1 L/ 分の窒素フローを行った。表 2-7 にマイクロ波照射条件を、図 2-1 にマイクロ波照射処理の様 子を示す。また、図 2-2 に各サンプルの温度プロファイルを示す。

サンプル	マイクロ波照射条件
パラミロン誘導体 (粉体)	100 ℃ 中で 120 分照射
パラミロン誘導体 (湿体)	70 ℃ 中で 30 分照射後、 100 ℃ 中で 90 分照射

表 2-7 マイクロ波照射条件



図 2-1 マイクロ波照射処理の様子 →



マイクロ波を照射したパラミロンエステル誘導体を用いて、射出成形によって試験片を作製し、80 ℃の蒸留水に 3 時間浸漬した。この試験水を 80 ℃ で 30 分間加熱して揮発したガス成分を GC/MS 分析し、溶出物質の定性分析を行った。マイクロ波を照射しなかったパラミロンエステル誘導体でも同様の分析を行い、比較した。

図 2-3 にマイクロ波処理なし、粉体へマイクロ波処理、湿体へマイクロ波処理した射出成形試 験片の外観を示す。マイクロ波処理の有無によって、

射出成形体の外観に違いは見られなかった。

表 2-8 に溶出性評価において GC/MS 分析で検出 された溶出物質を、図 2-4 に GC/MS 分析チャートを 示す。マイクロ波処理なし、マイクロ波処理(粉体)、マ イクロ波処理(湿体)のいずれにおいてもケトン類、ピ リジン系物質、カルボン酸が検出されており、マイク ロ波照射の有無、サンプルの乾燥状態に関わらず溶 出物質に違いはなかった。また、これらの中でもケト ン類(3-ペンタノン、3-オクタノン)が多く検出された。

表 2-8 溶出性評価で検出 された溶出物質

GC/MS 検出成分
3-ペンタノン
ピリジン
3-オクタノン
4-エチルピリジン、
もしくは、2,5-ジメチルピリジン
プロピオン酸



図 2-6 GC/MS ビージェリア (左)ビリシノ、(中央)4-エテルビリシノ、(石)ノロビオノ酸

次に、各溶出物質のGC/MSピークエリアを比較した結果を図 2-5、及び、図 2-6 に示す。図 2-5 図 2-6 から、3-ペンタノン、3-オクタノン、ピリジンについてはマイクロ波照射の有無、及び、 サンプルの乾燥状態(粉体/湿体)によって差は見られず、マイクロ波処理の効果を確認でき なかった。一方、4-エチルピリジンでは 10 ~ 20 %程度、プロピオン酸ではおよそ 50 %の除去効 果が確認された。また、サンプルの乾燥状態(粉体/湿体)で比較すると、いずれも湿体の方が やや大きな除去効果が認められた。

しかし、一定の除去効果が表れた2物質(4-エチルピリジンとプロピオン酸)よりもケトン類の 溶出量が圧倒的に多いため、全体としてはマイクロ波による顕著な除去効果は期待できず、今 回行った処理条件下では TOC を基準値以下に低下することは難しいことが判明した。

この結果は、そもそも誘導体中に含まれる溶出物質量が誘導体量に対して極めて少ないた め、マイクロ波を有効に溶出物質に照射することが難しかったことが要因の一つとして考えら える。また、乾燥工程での照射を前提に検討を行ったため、マイクロ波の周波数や温度条件が 水やメタノールの揮発には向いている条件ではあったものの、溶出物質の除去にはミスマッチ だったことも考えられる。従って、マイクロ波による溶出物質の除去については、有効なマイク ロ波の照射方法や条件についてさらに検討を行うことで効果を高められる可能性がある。し かしそのためには、より詳細な検討を要すると判断し、2つ目の方法である洗浄処方の検討に 移った。

2.2.2. 水、もしくは、水・アルコール混合液による洗浄処方の検討

多糖類エステル誘導体に含 まれる合成処方の残留物質を 除去する2つ目の方法とし て、水、あるいは、水とアルコ ールの混合液による洗浄処方 を検討した。製造時の効率を 可能な限り落とさない処方と するため、水と混合する洗浄 液には誘導体合成後のクエン チに用いるメタノールを候補 とした。これまでの検討結果 から、多糖類エステル誘導体 に含まれる合成処方の残留物

質は、温水やメタノール リンスによって一定の 除去効果があることが 明らかになっている。各 溶出物質の水やアルコ ールへの溶解性を表 2-9 に示す。いずれの溶出 物質も水やアルコール 表 2-9 溶出物質の水とアルコールに対する溶解性

溶出物質	水	アルコール
3ーペンタノン	可溶 (1.7g/100g,20 °C)	エタノールに可溶
3ーオクタノン (2ーオクタノン)	情報なし (0.09g/100g)	エタノールに易溶
プロピオン酸	易溶	エタノールに可溶
ヘキサン酸	可溶 (1.1g/100g)	エタノールに易溶
ピリジン	易溶	エタノールに易溶

表 2-10 洗浄場処方

洗浄処方	洗浄液	洗浄条件
温水洗浄	イオン交換水	80 ℃、180 分
メタノール・水 混合液洗浄	メタノール:イオン交換水=1:1 (体積比)	60 °C、180 分

(エタノール)に易溶、もしくは、可溶である。メタノールへの溶解性については情報がないものの、過去の検討結果も踏まえるとエタノールへの溶解性と同様の傾向と予想される。そこで、 洗浄液には水とメタノールを選定し、表 2-10 に示す2つの洗浄処方を考案した。

温水洗浄の温度条件については、セルロースエステル誘導体の Tg が 101 ℃、パラミロンエ ステル誘導体が 106 ℃ であることを踏まえ、誘導体にダメージを与えないように配慮して 80 ℃ とした。メタノール・水混合液の温度条件については、メタノールの沸点(65 ℃)を鑑みて 60 ℃ とした。パラミロンエステル誘導体(He: Pr = 0.3 : 2.7, 全体置換度 3.0)、及び、セルロース



エステル誘導体(He: Pr = 0.9: 2.1. 全体置換度 3.0)を2つの洗浄処方によって洗浄した後、

図 2-7 過マンガン酸カリウム消費量の評価結果

図 2-8 全有機炭素量(TOC)の評価結果

図 2-7 に過マンガン酸カリウム消費量、図 2-8 に TOC の評価結果を示す。セルロースエステ ル誘導体の過マンガン酸カリウム消費量は、検出限界である 1 未満であった。過マンガン酸カ リウム消費量について2つの洗浄処方を比較すると、パラミロンエステル誘導体、セルロースエ ステル誘導体のいずれも同等の結果となった。TOC については、パラミロンエステル誘導体で は両洗浄処方の間でほぼ差は見られなかったが、セルロースエステル誘導体では温水洗浄の 方が、メタノール・水混合液洗浄と比べておよそ 1/2 の TOC となった。TOC の結果がパラミロ ンエステル誘導体とセルロースエステル誘導体で異なったのは、合成処方に用いた長鎖・短鎖 成分の仕込み比率の違いが現れたと考えられる。

以上の結果から、2つの洗浄処方の効果はパラミロンエステル誘導体についてはほぼ同等、 セルロースエステル誘導体ではやや温水洗浄の効果が大きいと判断した。そこで、洗浄処方と して温水洗浄を選定し、温水洗浄工程を追加することによって各種物性に影響が現れないか を確認した。

種類	生成物組成			機械強度					耐熱性	
	長鎖DS	短鎖DS	分子量 (Mw)	曲げ 強度 [MPa]	80℃ 曲げ 強度 [MPa]	曲げ 弾性率 [MPa]	80℃ 曲げ 弾性率 [MPa]	シヤル゚ー 衝撃強度 [kJ/m²]	ガラス 転移温度 Tg[℃]	荷重 たわみ温度 HDT[℃]
目標(現行品)				32	8.3	900	254	5.3		48
パラミロン誘導体 洗浄なし	He 0.3	Pr 2.7	68万	45	15	1390	644	8.8	106	62
パラミロン誘導体 洗浄あり	He 0.3	Pr 2.7	88万	52	16	1380	703	8.0	104	68
セルロース誘導体 洗浄なし	He 0.9	Pr 2.1	22万	42	9.3	1400	467	9.8	101	58
セルロース誘導体 洗浄あり	He 0.9	Pr 2.1	25万	42	9.2	1310	437	14	101	57

表 2-11 温水洗浄を行った多糖類エステル誘導体の物性評価結果一覧

表 2-11 に温水洗浄を行わなかった多糖類エステル誘導体、及び、温水洗浄を行った誘導体 の各種物性評価の結果一覧を示す。パラミロンエステル誘導体、セルロースエステル誘導体の いずれにおいても、全ての項目で目標値を達成できた。また、概ねの項目で温水洗浄を施した 水準は、温水洗浄を行わなかった水準と同等の物性値を示した。温水洗浄を施した水準の方 が施さなかった水準より低い値を示した項目が一部見られるものの、これはバラツキの範囲 内であり同等の結果と判断した。以上の結果から、温水洗浄工程を追加することによって各種 物性に悪影響を及ぼすことはないことが確認された。そこで、形状のある試作部材を用いた製 品での試験評価を行った。

2.3. 浄水器向け試作品としての試験評価

本実証事業における水回りの住宅建 材の具体的な用途として、キッチン水栓 の内部に用いられる浄水カートリッジを 想定している(図2-9)。そこで、TOCが多 かったパラミロンエステル誘導体(He: Pr=0.3:2.7,全体置換度3.0)を用いて 浄水カートリッジのキャップ部品を射出 成形で作製し、浄水カートリッジを組み 立ててキッチン水栓製品でのTOCを評 価した。



図 2-9 想定用途(浄水カートリッジ部材)

水道法(JIS S3200-7)の試験 方法に則って、試作品を取り 付けたキッチン水栓製品中に イオン交換水を封入し、所定 時間が経過した後に封入水 を入れ替える慣らし操作(コ ンディショニング)を 18 日間 行った。試験環境温度は 23° C とした。慣らし操作で採取 された試験水の TOC を測定







開発樹脂を組み込んだ 浄水カートリッジ水栓への取り付けの様子

図 2-10 試作品と試験評価の様子

し、経時変化を評価した。基準値は 0.5mg/L である。図 2-10 に試作品と試験評価の様子を示す。

温水洗浄を行わなかったパラミロンエステル誘導体を用いた試作品の TOC 経時変化を図 2-11 に示す。慣らし操作の初期に基準値 0.5mg/L を大きく上回る TOC となり、その後、徐々に 低下して 14 日後に基準値を下回った。この結果から、消費者が製品を使用し始めた段階では、 基準値以上の溶出が発生する恐れがあることが判明した。





図 2-12 温水洗浄を行った試作品の TOC 経時変化

温水洗浄を行なったパラミロンエステル誘導体を用いた試作品の TOC 経時変化を図 2-12 に示す。慣らし操作の初期から基準値 0.5mg/L を下回り、10 日経過後にはほぼゼロとなった。 従って、温水洗浄を行うことで消費者の製品使用開始段階から溶出量を基準値以下に抑制す ることができ、さらに、ある程度使用していくとほぼゼロとなることが明らかになった。この結 果から、キッチン水栓製品用途においては多糖類エステル誘導体の製造工程に温水洗浄工程 を追加する必要性があると判断した。

2.4. 多糖類エステル誘導体のマテリアルリサイクル性の評価

開発した多糖類エステル誘導体は、それが用いられた各種製品の寿命を終えた後にはリサイクルすることを目指しているため、各誘導体のマテリアルリサイクル性を評価した。パラミロンエステル誘導体(He:Pr=0.3:2.7、全体置換度3.0)、及び、セルロースエステル誘導体(He:Pr=0.9:2.1、全体置換度3.0)の射出成形体を作製し、凍結粉砕した後、再溶融してペレット状に加工し、再び射出成形体を作製するサイクルを5回まで繰り返し、各種物性に及ぼす影響を調べた。パラミロンエステル誘導体の射出成形温度は220 °C、再溶融温度は215 °C とし、セルロースエステル誘導体では射出成形温度を195 °C、再溶融温度を185 °C とした。リサイクル時にはバージン材を混合せず、リサイクル材率100%とした。図2-13 にリサイクル性の評価に用いた装置、図2-14 にリサイクルした射出成形体の外観を示す。



図 2-13 リサイクル性の評価に用いた ラボ用小型混練機(左) 及び、小型射出成型機(右)

図 2-14 リサイクルした射出成形体の外観



図 2-15 にリサイクル回数と多糖類エステル誘導体の重量平均分子量(Mw)の関係を示す。 どちらの多糖類エステル誘導体においても、リサイクルを繰り返すほど分子量は低下傾向を示 した。セルロースエステル誘導体ではリサイクル 1 回ごとに約 10 %減少し、リサイクル5回後に は約 30 %の減少となった。パラミロンエステル誘導体ではやや減少幅が大きく、リサイクル1回 ごとに約 20 %減少し、リサイクル5回後には約 60 %の減少となった。いずれの誘導体も全体置 換度と長鎖短鎖の結合比率に変化はなかったため、糖主鎖の切断が分子量低下の要因と考え られる。



図 2-16 にリサイクル回数と多糖類エステル誘導体の溶融粘度の関係を示す。測定方法は、 JIS K 7210-1(B法)に準拠した。温度は 220 °C、荷重は 1.2kgf とし、測定数 2 回の平均値で評 価した。どちらの多糖類エステル誘導体においても、リサイクルを繰り返すほど溶融粘度は一 定の上昇傾向を示し、総じてセルロースエステル誘導体の方が大きな値を示した。

分子量と溶融粘度の測定結果を基にして、これらの関係を図 2-17 に示す。分子量と溶融粘度の間には負の相関が見られた。各誘導体それぞれの分子量範囲において、分子量の低下に伴って上昇する溶融粘度の程度は、パラミロンエステル誘導体の方がセルロースエステル誘導体より緩やかであった。







続いて、リサイクル回数と機械強度の関係を評価した。図 2-18 に曲げ強度、図 2-19 に曲げ 弾性率、図 2-20 にシャルピー衝撃強度の結果を示す。いずれも試験環境温度は 23 ℃ とした。 曲げ強度、及び、曲げ弾性率では、どちらの多糖類エステル誘導体についてもリサイクル回数 5 回まででは低下することなく横ばいを示し、目標値以上を維持した。一方で、シャルピー衝撃 強度は、いずれの多糖類エステル誘導体でも低下傾向となった。特に、パラミロンエステル誘 導体ではリサイクル回数5回で目標値を下回る結果となった。図 2-15 に示したように、リサイ クル回数の増加に伴って分子量は低下するが、約 15 万前後の範囲までにおいては、曲げ強度 や弾性率は比較的維持され、衝撃強度の方が影響を受けやすいことが判明した。

本節で使用したラボ用小型混練機は2軸のもので、材料にかかるシェアが比較的高いもので ある。一方、実施内容4において実施したリサイクル検討では材料に係るシェアが小さな1軸の 押出機を用い、リサイクル5回でも物性が 90%維持される傾向を見出している。そのため、本 節のようなリサイクル回数の増加に伴う機械特性、分子量などの低下はリサイクル(リペレット) 時の混練シェアや熱履歴に起因していると推測される。

実際の事業において、使用後の製品から回収された多糖類エステル誘導体をリサイクルする際には、リサイクル材の供給量(回収量)の観点から、適切な割合でバージン材との混合などの処置を施す必要がある。この点は、本実証事業終了後、事業化に向けての検討課題である。

2.5. 本実証事業終了後の開発方針

今年度は、まずパラミロンエステル誘導体の物性を向上するための分子設計を行い、機械強 度と耐熱性を改善して全項目で目標値を達成した。次に、射出成形体から水へ合成処方由来 の物質が溶出する課題に対して、誘導体合成後に温水洗浄工程を追加することで残留物質を 除去でき、かつ、機械強度や耐熱性などの物性に影響を及ぼさないことを確認した。また、開 発した樹脂を用いて浄水カートリッジを試作し、キッチン水栓製品に組み付けて水道法(JIS S3200-7)の溶出試験を行った結果、全有機炭素量(TOC)の基準値をクリアした。すなわち、水 回りの住宅建材に適用するために必要な耐水性とその他物性の両立を実現し、最終目標を達 成できた。さらに、開発樹脂のマテリアルリサイクル性をリサイクル回数 5 回まで評価した。材 料に係るシェアが大きな2軸混練機を用いてリサイクルを繰り返すと分子量は徐々に低下し、 その結果、曲げ強度・弾性率は維持されるものの、衝撃強度はリサイクル回数5回で目標値を 下回ることが判明した。

以上の成果を踏まえて、本実証事業終了後の開発方針として、リサイクル実現(リサイクル材 のサプライチェーンや衝撃強度調整など)に向けたリサイクル材とバージン材の複合化検討を 行う予定である。 実証内容3. 多糖類系バイオプラスチックの量産性の検討

本業務では、電子機器や住宅インテリア製品へ適用可能な多糖類系バイオプラスチックの量 産性と経済性について検討することを目的とする。昨年度までに、パイロットスケールプラント (501 kg/2DAY/Batch)の多糖類系バイオプラスチックの製造工程の内、排液工程の技術課題を 抽出、および経済性を把握した。今年度は、はじめにパイロットスケールプラントの残りのプロ セスであるエステル化工程、析出工程、洗浄工程(図 3-1 の赤枠部分)、並びに用役供給設備、 空間インフラ設備に関して、技術課題を抽出、および経済性の把握を行うことでパイロットプラ ントのプロセス全体の設計を実施した。



図 3-1 多糖類系バイオプラスチックの誘導体化プロセス

加えて、パイロットプラントを基に、最終目的である年間 20 万トン生産スケールである商業 プラントの設計を可能にする実証プラントの規模を決定し、設計を行った。最後に、実証プラントの設計結果を基に係数倍にて商業プラントのFSを実施し、現時点で想定される商業プラントの経済性の把握を行った。本項目での実施事項の略図を図 3-2 の①~④に示す。



図 3-2 今年度実施内容の略式図

3.1. パイロットスケールプラントにおける合成設備の設計

設計を行うパイロットスケールプラント生産量は、生産量 501 kg/バッチ、1 バッチの運転時間を 2 日間(48 時間)とした。これは、昨年先行して実施した廃液回収蒸留設備設計の廃液処理量 200 kg/時間に対応したものである。合成反応のマテリアルバランスは、表 3-1 に記した内容に従っている。また、設計における用役の条件は、表 3-2 の通りとした。すべての用役は配管あるいは配線により供給あるいは戻される。

IN	kg/kg-BM	OUT	kg/kg-BM
長鎖脂肪酸	0.19	酸クロ化副生ガス	0.67
短鎖脂肪酸	0.57	廃液	19.17
酸クロル剤	0.83	BM(バイオマテリアル)	1.00
パラミロン	0.52		
NMP	6.10		
ピリジン	0.81		
メタノール[析出溶媒]	5.33		
水[析出溶媒]	1.49		
メタノール[洗浄溶媒]	4.44		
水[洗浄溶媒]	0.56		

表 3-1 パイロットプラントでの合成反応のマテリアルバランス設定

表 3-2 パイロットプラントの用役条件

用役	圧力(MPaG)	温度(℃)	電圧
蒸気	1.6	204.3(飽和蒸気)	
冷却水	0.3	入口32 出口37	
計装空気	0.6		
電力(動力)			220V x 3Φ x 60Hz
電力(制御用)			110V x 60Hz

3.1.1. 合成における工程のプロセスフロー

設計条件に基づき、プロセスフローを構築した。フローは、反応攪拌槽・析出攪拌槽、洗浄・ろ 過、乾燥、熱媒系、プロパン冷凍系の5つのパラミロンエステル合成設備プロセスフローダイア グラム(PFD)で構成される。各プロセスを主要機器に従い説明する。

<反応>

反応攪拌槽はパラミロンエステル合成反応行う機器である。原料である固体パラミロンと酸クロ剤を溶媒の NMP とピリジン混合溶液下でエステル化反応を行う。この反応は発熱反応で 1,709 kJ/kg-パラミロンと推定される。

反応はジャケット付きグラスライニング、6枚タービン翼(回転数毎分 150)でバッフル無しの 攪拌槽 1 基で計画した。これはテスト装置の仕様を踏襲している。PFD を図 3-3 に示す。

<析出>

反応攪拌槽で合成されたエステル化合物は溶媒中に混合液として存在し反応後、析出攪 拌槽へ移送する。析出時の液量は反応時の液量に較べ 1.75 倍と大きくなり、またエステル 化反応でホスゲンを使用し、塩酸の副生があるためである。析出攪拌槽の生成液にメタノー ルを投入してクエンチを行う。その後純水を投入しパラミロンエステルを析出する。エステル を析出した混合液をデカンテーションすることで、軽液を析出攪拌槽外に分離し、パラミロ ンエステルの固体が濃縮された重液を析出攪拌槽に滞留させる。PFD を図 3-3 に示す。 <洗浄・ろ過>

次にパラミロンエステルの固体が濃縮された重液を洗浄する。洗浄操作は6回行い、洗浄 液はメタノールと純水の混合液で向流洗浄とし、各洗浄後に固液の分離を行う。第一回の洗 浄は析出攪拌槽で行い、固液の分離も攪拌洗浄をデカンテーションで実施する。第一回洗浄 後の混合物は粘稠であり、ろ過が困難であるとのテスト結果が反映された。第二回から第六 回の洗浄と固液の分離はそれぞれ第一・第二洗浄槽およびろ過機供給槽と加圧ろ過で実施 する。

洗浄液と固体は洗浄槽で攪拌洗浄され、洗浄後ろ過機供給槽へ移送される。ろ過機は加 圧型ろ過機で、ろ過機供給槽との組合せでこの機器を循環しながらろ過が行われる。

析出操作で分離された溶媒と第一回洗浄液は廃液タンクに貯留される。ろ過機で分離された洗浄液は、向流洗浄液として再使用するため第一~五洗浄液タンクに貯留される。

あらかじめ洗浄液が仕込まれた洗浄槽が、ろ過で分離されたケーキを受入る。洗浄槽は ケーキの受入とろ過機への送液の2操作が重なるために2基設置される。5回のろ過を終え たケーキは乾燥工程へ移送される。PFD を図 3-4 に示す。

<乾燥>

6回の洗浄、5回のろ過で洗浄・ろ過された固体ケーキは 34.9 重量%の湿分(大半は洗浄 液)を含んでおり、乾燥機で乾燥され製品としてフレコンバックで出荷される。乾燥機はナウ ター乾燥機で、湿性ケーキは攪拌を受けながらジャケットでスチーム加熱(100 °C)されケー キに含有された洗浄液は固体から蒸発し、バグフィルターを経由しコンデンサーで凝縮しド レンタンクに回収される。乾燥機は減圧下(200 mmHG)で運転され、ドレンタンクでドレンを 分離した気体は真空ポンプで吸引される。コンデンサーの冷却媒体は低温熱媒(-20 °C)が使 用される。PFD を図 3-5 に示す。

<熱媒>

熱媒系は同一の熱媒(総研化学社製 NeoSK 170 相当品)で4レベルの温度を設置した。低 温域(-20°C)、冷却用(40°C、61.3°C)の二系統および加温用(50~110°C)である。熱媒は反 応攪拌槽のジャケットへ4レベルで使用され、かつ乾燥機のコンデンサーに低温域が使用さ れる。低温域の熱媒の冷却にはプロパン冷凍が使用され、冷却用は二系統とも冷却水が使 用される。加温用には低圧(0.15 MPa)スチームが使用される。PFD を図 3-6 に示す。

<プロパン冷凍>

低温域の熱媒を冷却するのはプロパン冷凍が使用される。プロパン冷凍はプロパン圧縮 機、プロパン凝縮器、キックバック冷却器、プロパンガスタンクおよびプロパン冷媒タンクで 構成される。プロパンガスタンク(2,000 kPa、-25.3 °C)のプロパンガスはプロパン圧縮機で 昇圧され(14,000 kPa、67.4 °C)プロパン凝縮器で液化冷却(14,000 kPa、40.4 °C)されプロパ ン冷媒タンクに貯留される。液体のプロパンは使用先に減圧冷却(2,000 kPa、-25.3 °C)後供 給され、冷熱を供給し、気化昇温されプロパンガスタンクへもどる。

キックバック冷却器は過剰の昇圧高温プロパンガスを冷却し、プロパンガスタンクへ戻る。PFD を図 3-7 に示す。



図 3-3 パイロットプラント反応攪拌槽・析出攪拌槽 PFD



図 3-4 パイロットプラント洗浄・ろ過 PFD







図 3-6 パイロットプラント熱媒系 PFD



図 3-7 パイロットプラントプロパン冷凍系 PFD

3.1.2. 運転スケジューリング

パラミロンエステル合成設備は下記の4工程で構成される。

- ① 合成工程
- ② クエンチ・析出工程
- ③ 洗浄工程·ろ過工程
- ④ 乾燥工程

①合成工程

合成工程は下記の 10 ステップからなる。[]内の数値は各ステップの運転時間(分)を示す。合成工程に掛かる時間は、合計で 1,584 分(26 時間 24 分)である。

- ステップ 01 [30] パラミロン投入
- ステップ02 [30] 窒素置換
- ステップ03 [30] NMP・ピリジン投入
- ステップ 04 [480] 攪拌・膨潤
- ステップ05 [111.7] 合成前冷却
- ステップ06 [297] 酸クロ剤投入
- ステップ07 [197] 昇温
- ステップ08 [240] 反応(攪拌)
- ステップ09 [147.5] 合成後冷却
- ステップ 10 [20] 合成槽から析出槽への移送

②クエンチ・析出工程

クエンチ・析出工程は下記の5ステップからなる。[]内の数値は各ステップの運転時間(分) を示す。クエンチ・析出工程に掛かる時間は、合計で139分(2時間19分)である。 ステップ 01 [30] メタノール投入

ステップ02 [39] 純水投入

ステップ 03 [10] 析出の攪拌

ステップ 04 [30] 析出の静置

ステップ 05 [30] 析出後の軽液分離

③洗浄・ろ過工程

洗浄・ろ過工程は下記の25ステップからなる。[1内の数値は各ステップの運転時間(分) を示す。洗浄・ろ過工程に掛かる時間は合計で 1,223.6 分(20 時間 24 分)である。 ステップ01 [30] 洗浄液(第二回洗浄で使用した回収洗浄液)を析出槽へ投入 ステップ 02 [30] 第一回洗浄を析出槽での攪拌洗浄 ステップ 03 [30] 第一回洗浄後析出槽で静置 ステップ 04 [30] 第一回洗浄後析出槽の軽液排出 ステップ05 [30] 洗浄液(第三回洗浄で使用した回収洗浄液)を洗浄槽へ投入 ステップ06 [30] 第一回洗浄後析出槽の重液を洗浄槽へ重力移送 ステップ07 [30] 第二回洗浄を洗浄槽での攪拌洗浄 ステップ08 [30] 洗浄槽液をろ過機供給槽へ移送 ステップ09 [30] 洗浄液(第四回洗浄で使用した回収洗浄液)を洗浄槽へ投入 ステップ 10 [30] 第一回ろ過 ステップ 11 [30] 第三回洗浄を洗浄槽での攪拌洗浄 ステップ 12 [30] 洗浄槽液をろ過機供給槽へ移送 ステップ13 [30] 洗浄液(第五回洗浄で使用した回収洗浄液)を洗浄槽へ投入 ステップ 14 [30] 第二回ろ過 ステップ15 [30] 第四回洗浄を洗浄槽での攪拌洗浄 ステップ16 [30] 洗浄槽液をろ過機供給槽へ移送 ステップ17 [30] 洗浄液(第六回洗浄で使用した回収洗浄液)を洗浄槽へ投入 ステップ 18 [30] 第三回ろ過 ステップ19 [30] 第五回洗浄を洗浄槽での攪拌洗浄 ステップ20 [30] 洗浄槽液をろ過機供給槽へ移送 ステップ 21 [30] 新洗浄液を洗浄槽へ投入 ステップ 22 [30] 第四回ろ過 ステップ23 [30] 第六回洗浄を洗浄槽での攪拌洗浄

ステップ24 [30] 洗浄槽液をろ過機供給槽へ移送

ステップ 25 [30] 第五回ろ過

④乾燥工程

乾燥工程は下記の 3 ステップからなる。[]内の数値は各ステップの運転時間(分)を示す。 乾燥工程に掛かる時間は合計で 142 分(2 時間 22 分)である。

ステップ01 [30] 恒率乾燥

ステップ02 [30] 減率乾燥

ステップ 03 [30] 乾燥ドレン移送

図 3-8 から図 3-27 にて、PFD に運転スケジュール上の時間と対象となる付番機器を示す。



図 3-8 運転スケジュール1ステップ1



図 3-9 運転スケジュール2ステップ2-1



図 3-10 運転スケジュール3ステップ2-2



図 3-11 運転スケジュール4ステップ3



図 3-12 運転スケジュール5ステップ4



図 3-13 運転スケジュール6ステップ5-1



図 3-14 運転スケジュール7ステップ5-2



図 3-15 運転スケジュール8ステップ5-3



図 3-16 運転スケジュール9ステップ6-1



図 3-17 運転スケジュール10ステップ6-2



図 3-18 運転スケジュール11ステップ6-3



図 3-19 運転スケジュール12ステップ7-1







図 3-21 運転スケジュール14ステップ8-1






図 3-23 運転スケジュール16ステップ9-1







図 3-25 運転スケジュール18ステップ10



図 3-26 運転スケジュール19ステップ11



図 3-27 運転スケジュール20ステップ12

3.1.3. マテリアル・ヒートバランス

<合成・析出工程のマテリアル・ヒートバランス>

表 3-3 に示すマテリアル・ヒートバランスは反応攪拌槽と析出攪拌槽の設計を行うための前 提条件である。

反応攪拌槽	kg	kg/kg-BM	析出攪拌槽	kg	kg/kg-BM
長鎖脂肪酸	95.2	0.19	反応撹拌槽(液体)	95.2	0.19
短鎖脂肪酸	285.6	0.57	メタノール 「析出用]	285.6	0.57
酸クロ化剤	415.8	0.83	水[析出用]	415.8	0.83
パラミロン	260.5	0.52	析出攪拌槽(液体)	260.5	0.52
NMP	3,056.1	6.10			
ピリジン	405.8	0.81			
酸クロ化副生ガス	-335.7	-0.67			
反応撹拌槽(液体)	4,519.0	9.02			

表 3-3 合成・析出工程のマテリアル・ヒートバランス

200L 反応器の実験データから算出した結果、パラミロンの反応熱は 12,996 ~ 10,042 kJ と 算定された。すなわちパラミロンエステル合成反応の反応熱は 1,805 ~ 1,395 kJ/kg-パラミロ ンの発熱と算定される。反応熱の算出は、①ジャケット熱媒による除去熱、②反応槽内液の温 度変化による熱、および③攪拌機の動力からの入熱の和で算出した。

- ① ジャケット熱媒による除去熱は
- [熱媒流量(kg/min)] ④×[熱媒温度差の平均(°C)] ⑧×[熱媒比熱(kJ/kg/°C)] ①×[時間(min)] ①
- ② 反応槽内液の温度変化による熱量は

[容器内物質重量の平均(kg)] ①×[比熱(kJ/kg/K)] ③×[温度変化(k)] ①

3 攪拌機の動力

Aは推測値で、B、D、Eおよび田は測定値で、CおよびGは Aspen Plus での推算値である。

① ジャケットの熱媒による除去熱

熱媒であるエチレングリコール70wt%水溶液の密度1,125[kg/m3]、比熱2.93[kJ/kg/K](平 均温度-19.1°C での値)で流速は 1.0m/s は推定した。ただし熱媒配管上には手動弁があ り、その開度を100%とした場合、質量流量は24.7kg/minとなる。手動弁開度により流量 が絞られ、手動弁のタイプにより流量が変化する。この検討ではゲート弁(弁タイプ不明で、 グローブ弁、ゲート弁あるいはボール弁で中間の流量となる弁を選定)として算出した。 9:45~11:30 は実験記録に従い、11:30~以降は弁開度を50%とした。ジャケットからのエ チレングリコール水溶液による熱除去は[熱媒流量(kg/min)]×[流量%/100]×[熱媒温度差 の平均(°C)]×[熱媒比熱(kJ/kg/°C)]×[時間(min)]で算出される。 反応時刻 9:45~10:00 の 15[min]間の例を用いて説明する。

9:45 ジャケット出口温度-18.2 ℃、入口温度-20.1 ℃ で温度差 1.8 ℃、手動弁開度 10% 10:00 ジャケット出口温度-17.2 ℃、入口温度-18.3 ℃ で温度差 1.1 ℃、手動弁はボール 弁とすると、この間の平均流量は 5%(手動弁開度 100%に対し、添付エクセルの 弁開度と流量%のグラフ読み値)となる。

この間の温度差の平均は 1.45 ℃ (= (1.8 + 1.1) / 2)となる。

この間熱除去量は 78.8 kJ (= (24.7) × (5 / 100) × (1.45) × (2.93) × (15))と算定される。

② 反応槽内液の温度変化による熱量

パラミロン、NMP およびパラミロンの初期充填量 102.846 kg に塩化プロピオニルと塩化 ステアロイルが逐次投入される。比熱 1.484[kJ/kg/K](平均温度-9.3 °C での推定値)とし、 熱量の変化=[容器内物質重量の平均(kg)]×[比熱(kJ/kg/K)]×[温度変化(k)] で算出される。 反応時刻 9:45 ~ 10:00 の 15[min] 間の例を用いた説明する。 9:45 内温–11.6 °C、重量 102.846 kg 10:00 内温–12.5 °C、重量 103.7975 kg 熱量変化は–138.0 kJ(= (102.846 + 103.7975) / 2 × 1.484 × (–12.5 – –11.6))となる。

3 攪拌機の動力

200GL 反応器の攪拌機のモーター定格は 200V、2.2kW であり、この定格に対し 25%が反応液に入るとした(定格の半分が実際のモーター容量でその半分が入熱と仮定した)(表 3-4)

9:45~11:42 までを加算すると(薄青網掛け) 12,996 kJ となる。

11:42~12:50 までを加算すると(薄黄網掛け) 5,415 kJ となる。

12:50~16:50までを加算すると(薄緑網掛け)-42,035 kJとなる。

エステル化反応熱は発熱であることは間違いなく、酸クロライド添加時以降の 12:50 ~ 16:50 は無視した。

攪拌機の動力は 9:45 ~ 11:42 と 11:42 ~ 12:50 の 185 分を対象とし、6,106 kJ (= 2.2 × 185 × 60 × 0.25)となる。表にエステル化反応の反応熱算出表を示す。

実験時刻	実験時刻	時間	熱媒弁	熱媒流量	熱媒流量	熱媒温度	熱媒温度	熱媒温度	Process		酸クロ化剤	Ð	Process	熱媒による	7 ロセス	算定した	
			開度[%]	[%]		Inlet T	Outlet T	ΔT	内温	積算投入量	添加量	添加量	内液重量	熱量変化	熱量変化	反応熱	
[hour : mi	[min]	[min]			[kg/min]	[°C]	[°C]	[°C]	[°C]	[L]	[L]	[kg]	[kg]	[kJ]	[kJ]	[kJ]	
9:45	0		10	l.		-20.1	-18.3	1.8	-11.6	()		102.846				
		15	5	Ę	5 1.24			1.45			1	0.951538		78.8	-138		
10:00	15		10	1		-18.3	-17.2	1.1	-12.5	1	L		103.7975				
		15	5	Ę	5 1.24			5.40			1	0.951538		293.5	170		
10:15	30		25	i i		-26.5	-16.8	9.7	-11.4	2	2		104.7491				
		15	5	17.5	5 4.33			6.30			2	1.903077		1198.5	298		
10:30	45		50	1		-22.8	-19.9	2.9	-9.5	4	1		106.6522				
		15	5	50) 12.37			2.65			2	1.903077		1440.4	32		
10:45	60		70	1		-20.4	-18	2.4	-9.3	6	5		108.5552				
		15	5	77.5	5 19.17			2.55			1.5	1.427308		2148.3	114		
11:00	75		90	1		-18.6	-15.9	2.7	-8.6	7.5	5		109.9825				
		15	5	95	5 23.50			3.40			1.5	1.427308		3511.3	148		
10:15	90		100	1		-14.2	-10.1	4.1	-7.7	9	9		111.4098				
		15	5	100	24.73			2.60			2	2 1.903077		2826.4	0		
11:30	105		50	1		-23.4	-22.3	1.1	-7.7	11	L		113.3129				
		12	2	50) 12.37			1.35			2	1.903077		587.0	288		
11:42	117					-21.7	-20.1	1.6	-6	13	3		115.216	計 12084.2	912	12996.1	1805.0
		25	5		12.37			-2.95						-2672.4	-513		
12:07	142					2.9	-4.6	-7.5	-9				115.216				
		40)		12.37			-4.45						-6450.0	17115		
12:47	182					93.2	91.8	-1.4	91.1				115.216				
		3	3		12.37			-20.10						-2185.0	120		
12:50	185					93.4	54.6	-38.8	91.8				115.216	計 -11307.4	16721.9	5414.5	752.0
		60)		12.37			-19.35						-42070.0	-154		
13:50	245					91.8	91.9	0.1	. 90.9				115.216				
		60)		12.37			0.15						326.1	-103		
14:50	305					91.5	91.7	0.2	90.3				115.216				
		60	J		12.37			0.00						0.0	-17		
15:50	365					92.2	92	-0.2	90.2				115.216				
		60	J		12.37			0.00						0.0	-17		
16:50	425					91.6	91.8	0.2	90.1				115.216	-41743.8	-290.7	-42034.5	-5838.1

表 3-4 攪拌機の動力計算

<洗浄・ろ過工程のマテリアルバランス>

表 3-5 に示すマテリアルバランスは洗浄槽とろ過機の設計を行うための前提条件である。

操作		析出	洗浄	10	デカンラ	・ーション		洗浄2	20		5過1回		洗	浄 3回	ろき	過2回
流体名称		析出物	洗浄液1	析+洗1	軽液	重液	洗浴	液2	ケーキ+洗2	2 ろ 液	友 脱2	メ ケーキ	洗浄液3	ケーキ+洗3	ろ液	脱水ケーキ
		析出攪拌槽	析出措	記辞槽	析出	搅拌槽		洗浄			ろ過機		75	诗槽	5	過機
固形分	kg	501		501		5	i01		50	1		501		501		501
湿分	kg	1.487	2.505	3,920	2.479	1.4	41 :	2.505	3.946	6 3,6	677	269	2,50	5 2.774	2,505	269
合計	kg	1.988	2.505	4.420	2.479	1.9	42 :	2.505	4.44	7 3.0	677	770	2,50	5 3,275	2,505	770
固形	wt%	25.2		11.3		2	5.8		15.6	6		65.1		15.6		65.1
容量	m ³	2.256	3.085	5,251	3.053	1.9	06 3	8.085	5,210	4.5	29	0.755	3.085	3,836	3.085	0.755
密度	kg/m ³	881	812	842	812	1.0	19	812	854	4 8	812	1.019	81	2 854	812	1.019
移送先				フィルタ	廃液槽	洗浄	8		フィルタ	洗浄液	槽1	洗	浄槽	フィルタ	洗浄液槽2	洗浄槽
備考						重液を ビティ- ローで 槽へ移設	ブラ ·フ 新出 巻									
操作		洗	浄 4回		ろ過3回		洗泠	5回		ろ道	4回		洗浄 6回	(新液)	ろ過	5回
流体名称		洗浄液4	ケーキ+洗	4 ろ液	脱水ク	·-+ ;	先浄液5	ケーキ+	洗5	ろ液	脱水ケー	+ ;	洗浄液5	ケーキ+洗5	ろ液	脱水ケーキ
		沩	浄槽		ろ過機		洗	争槽		51	圖機		洗浄	槽	ろ道	機
固形分	kg		50	01		501		:	501		5	01		501		501
湿分	kg	2.505	5 2.77	4 2.5	05	269	2.505	2.	774	2.505	2	69	2,505	2.774	2,505	269
合計	kg	2.505	5 3.27	5 2.5	05	770	2.505	3.	275	2.505	7	70	2.505	3.275	2.505	770
固形	wt%		15	.6		65.1		1	15.6		6	.1		15.30		65.1
容量	m ³	3.085	3.83	6 3.0	85 0.	755	3.085	3.8	336	3.085	0.7	5	3.085	3.214	3.085	0.755
密度	kg/m ³	812	2 85	54 8	12 1	.019	812		854	812	1.0	19	812	1019	812	1.019
移送先		洗浄槽	フィル	> 洗浄液	8 3	洗浄槽	1	フィノ	レタ 洗	浄液槽4	乾燥機			フィルタ		乾燥機
備考												フI 洗 (5. wt	レッシュな 浄液 .0wt/BM- :)			乾燥機に固 形分を 500kg充填 し、2.1hで 乾燥

表 3-5 洗浄・ろ過工程のマテリアルバランス

<乾燥工程のマテリアルバランス>

表 3-6 に示すマテリアルバランスは乾燥機の設計を行うための前提条件である。

表 3-6	乾燥工程のマテリアルバランス
12 3-0	

脱水ケーキ	数	単位	固体	数	単位	成分	数	単位
重量	770	kg	重量	770	kg	メタノール	238.9	kg
容量	0.755	m	湿分物性	数	単位	水	30.1	kg
密度	1.019	kg/m³	重量	770	kg			

3.1.4. 主要機器リスト

(機番)機器数は表 3-7 に示す通り全数で62基である。

	合成・析 出工程	洗浄・ろ 過工程	乾燥 工程	合計
攪拌槽	2	3	0	5
タンク	11	6	2	19
熱交換器	6	0	0	7
ポンプ	10	3	1	14
圧縮機	1	0	1	2
攪拌機	2	3	0	5
その他の機械	2	7	2	11
合計	34	22	6	62

表 3-7 主要機器数

表 3-8 から表 3-28 に主要な機器の仕様を記載した。

ブ	ロジェクト名	バラミロンエステル合成			++	*~	+	ガレー	_ 日几			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成設備		AM	ተተ	八五1	<u> </u>		厌又			照査		日付		
1	ジョブ番号	D-3001			機器	リスト	CLASS	S "A" 🖠	乳拌機 秀	l.		承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	攪拌翼数	攪拌翼段数	サ 攪拌翼径 (mm)	イズ 攪拌翼径巾 (mm)	攪拌翼 回転数 (rpm)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定 格(kW)	勤力 軸動力 (kW)	攪拌槽内径 (mm)	適用法規	備考
	A-001	反応搅拌機	1	タービン翼	6	1	700	250	180	-15 / 120	195	7.5	5.24	1,700		グラスライニング
	A-002	析出提并機	1	タービン翼	6	1	800	250	300	80	10	75	63.20	2,200		SUS304

表 3-8 (機器リスト CLASS "A" 撹拌機類1)

表 3-9 (機器リスト CLASS "A" 撹拌機類2)

	ブロジェクト	ふうミロンエステル合成			±4	ナ 合対	+		一届少			作成	KS	日付		
	装置名称	ろ過・洗浄・乾燥設備		AN	ፐሳ	11五1	<u>т</u> т_	101	卅又			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3001			機器	リスト	CLAS	S "A" 🚦	免拌機 奥	I		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
а¢	け 機器番	号 機器名称	数量	型式	攪拌翼数	攪拌翼段数	サ 攪拌翼径 (mm)	イズ 授拌翼径巾 (mm)	攪拌翼 回転数 (rpm)	設計 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定 格(kW)	<u>動力</u> 軸動力 (kW)	攪拌槽内径 (mm)	材質	備考
Γ	A-021	第一洗净槽搅拌機	1	ツインスター翼	2	1	1,050	by vendor (250)	180	40	Full Liquid	30	24.00	2,000	SUS316	
	A-021	第二洗净槽搅拌機	1	ツインスター翼	2	1	1,050	by vendor (250)	180	40	Full Liquid	30	24.00	2,000	SUS316	
	A-022	ろ遥模供給槽搅拌機	1	ツインスター翼	2	1	400	by vendor (150)	180	40	Full Liquid	1.50	0.194	700	SUS316	
Γ																
Γ																

表 3-10 (機器リスト CLASS "C"ガス圧縮機類1)

Γ	プ	ロジェクト名	ハラミロンエステル合成			<u>ま</u> ず~	> 2+ ¬ _	_ガレー	누묘꼬		作成	KS	日付		
	1	装置名称	パラミロンエステル合成設備		-10	你儿工	⋜↑⊥_⊥⁻	-90,	,供又		照査		日付		
Γ	3	ジョブ番号	D-3001		00	器リスト	CLASS "	C" ガス!	王縮機類		承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
4	tâT	機器番号	機器名称	数量	型式	設計流量 (L/min suct P,T)	分子量 (-)	運転仕様 吸込圧 (kPaA)	吐出圧 (kPaA)	吸入温度 (°C)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
		X-001-C1	プロパン圧縮機	1+0	(Centri)	2,426.0	44.10	98.68	1298.70	-14.4	by Vender	30	24.7	高圧ガス	

表 3-11 (機器リスト CLASS "C"ガス圧縮機類2)

Γ	プロ	コジェクト名	ハラミロンエステル合成			性ナム	2+	ゲレキ	品で		作成	KS	日付		
Γ	444	麦置名称	ろ過・洗浄・乾燥設備			你式云	гт - т	<i>JU</i>	卅又		照査	KS	日付		
Ľ	Ŷ	ョブ番号	D-3001		横	器リスト C	LASS "C	" ガス圧	縮機類		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
Г								運転仕様				モーター			
đ		機器番号	機器名称	数量	型式	設計流量	分子量	吸込圧	吐出圧	吸入温度	材質	定格	BHP	適用法規	備考
L						(Chinin Soct P, T)	(-)	(KFaA)	(KFdA)	(0)		(KW)	(KVV)		
		X-C-041	真空ポンプ	1+0	オイルフリースクロー ル真空ポンプ	600.0	29.00	24	103.30	10.0	by Vender	2.2	1.8		
Γ															

_																	
7	ロジェクト名	パラミロンエステル合成					╆╧╌	<u>∽ ++ ¬ -</u>		十日九			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成設	#		1.MP		休れっ	∝↑⊥	-90	ノ 供文			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3001				機	器リス	K h CLA	ASS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
改訂	機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
	E 001	Shitt to Sh SR	4	S	熱媒		100.5	0.69	19.0	2 000	200	CS	140	550	Hot		
	E-001	カロ外米ノルトカロ・香油	· •	Т	スチーム		109.5	9.00	41U	2,000	300	CS	205	330&FV	Hot	1	
	E 002	Babiti or -	4	S	プロパン		42.2	11.01	19.0	2 000	250	SUS304	-40 / 60	300&FV	Cold	京広ボス	
	E-002	M098 7 7	1 C	Т	熱媒	H-BRU	43.2	11.01	50U	2,000	350	SUS304	-35 / 60	600	Cold	「「「「」」へ	
Г	E 003	络卜教徒乡甘泥	1	S	熱媒	07-54	14	0.15	19.0	650	片体尔 90	CS	120	550	OS		
	E-003	35 1038/TI AP 88	· *	Т	冷却水		1.4	0.15	2hair-pins	000	77812 00	CS	60	480	No		
	E 004	依一截40xA±052	4	S	熱媒		94.6	25.00	19.0	2 000	500	CS	75	550	OS		
	E-004	第一款来作叫音	· *	Т	冷却水	H-AEU	04.0	35.00	147U	2,000	500	CS	60	480	No		
	X-E-001	プロパン等線器	1	S	プロパン	HAFII	71.04	6.45	19.0	2 000	250	CS	100	1,430	No	高圧ガス	
	X-L-001	> Second fait	1	Т	冷却水	I HAEO	71.04	0.45	27U	2,000	230	CS	60	480	No	minux	
	X E 000	プロパンキックバック冷却		S	プロパン	H ATH	4.04	0.55	19.0	500	2000	CS	120	330&FV	No	****	
1	X-E-002	器器	1	т	冷却水	1 H-AEU	1.64	0.55	10U	500	200	CS	60	480	No	商圧カス	

表 3-12 (機器リスト CLASS "E"熱交類1)

熱交換器形式



表 3-13 (機器リスト CLASS "E"熱交類2)

Γ	プロジェクト名	ハラミロンエステル合成					<u>性</u> ポイ	∽ /+ ¬ -		十四			作成	KS	日付		
Г	装置名称	ろ通・洗浄・乾燥設備		1	10		「不式」		-90	ノ 県又			照査	KS	日付		
Г	ジョブ番号	D-3001				機	暑リス	K H CLA	SS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
ð)	1 機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
Г	X OLL EL	and a state of the		S	冷温熱媒	VIDEM	70.0	7.41	19.0	2 000	200	SUS304	-35 / 60	600	Cold		
	X-041-E1			Т	メタノール+水	V-DEM	70.0	1.41	31U	2,000	300	CS	-5/70	FV	Cold		
Г																	
																1	
Г																	

表 3-14 (機器リスト CLASS"P"ポンプ類1)

7	ロジェクト名	バラミロンエステル合成			+	**~	→ + ¬	ガレエ	EЛ			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成設備		1 MM	1	不式云	1	905	厌又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3001			機器	トリスト	CLASS	"P" ポ	ンプ 類			承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	仕 設計容量 (L/min)	集 揚程 (m)	圧 吸込 (kPaG)	力 吐出 (kPaG)	運転温度 温度 (°C)	密度 (kg/m3)	粘度 (cP)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	P-001	NMPポンプ	1+0	渦巻ポンプ	148.00	16.3	3	173	20	1032.7	1.853	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	2.2	1.3	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-002	ピリジンポンプ	1+0	渦巻ポンプ	13.76	16.5	3	167	20	982.8	0.974	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	1.1	0.7	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-003	酸クロ剤ポンプ	1+0	ダイヤフラム ポ ンプ	2.43	10.0	0	90	20	892	1.153	Casing : by vendor Internal : by vendor	0.2	0.047	防爆仕様	
	P-004	反応機絆槽ポンプ	1+0	渦巻ポンプ	199.73	38.3	3.0	409	60	1046	20	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	5.5	3.5	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-006	メタノールポンプ	1+0	渦巻ポンプ	112.60	33.8	2.4	273	20	790.8	0.58	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	1.8	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-007	純水ポンプ	1+0	渦流ポンプ	19.20	32.5	3.0	332	20	998.2	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	2.2	1.4	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-008	加熱熱媒ポンプ	1+0	渦巻ポンプ	758.40	48.8	44.0	435	105.7	791.2	0.42	Casing : CI Internal : CS	11.0	8.5	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-009	低温熱媒ポンプ	1+0	渦巻ポンプ	673.20	47.6	50.0	480	-17.9	891.3	2.33	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	8.5	防爆仕様	メカニカルシール付き
	P-010	冷却熟媒ポンプ	1+0	渦巻ポンプ	745.90	45.4	44.8	415	90	804.4	0.47	Casing : CI Internal : CS	15.0	9.3	防爆仕様	メカニカルシール付き
	注:渦流ボン:	プの演量 XX+YY XX:プロセス要S	れ流量、	YY:ミニフローパイパ	1 7											

7	「ロジェクト名	ハラミロンエステル合成			+	**~	+	ガレキ	en			作成	KS	日付		
	装置名称	ろ過・洗浄・乾燥設備			1	不式云1	<u>11</u>	505	厌又			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3001			機器	リスト	CLASS	"P" ポ	ンプ 類			承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	仕 設計容量 (L/min)	様 揚程 (m)	圧 吸込 (kPaG)	力 吐出 (kPaG)	運転温度 温度 (℃)	密度 (kg/m3)	粘度 (cP)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	P-021	洗浄液ポンプ	1+0	キャンドポンプ	155.0	19.7	3	165	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	2.2	1.300	防爆仕様	
	P-022	ろ遺機供給ポンプ	1+0	キャンドポンプ	264.0	30.0	5	261	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	7.900	防爆仕様	
	P-023	ろ過機循環ポンプ	1+0	キャンドポンプ	417.0	69.8	5	600	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	8.200	防爆仕様	
	P-041	ドレンポンプ	1+0	キャンドポンプ	23.2	69.8	3	195	10	637	0.472	Casing : SUS304 Internal : SUS304	1.1	0.730	防爆仕様	
Γ																
	注:渦流ボンフ	の波量 XX+YY XX:プロセス要3	求洗量、	YY:ミニフローパイノ	12											

表 3-15 (機器リスト CLASS"P"ポンプ類2)

表 3-16 (機器リスト CLASS "T"槽類1)

プ	ロジェクト名	パラミロンエステル合成			+ 4 -+*	· _ + -	ユ _ガI	노마			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成設備		1.M	怀式	,云11-	エークレ	ノ厥			照査		日付		
:	ジョブ番号	D-3001			機器リ	リスト	CLASS "1	「"槽	類		承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	·容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	T-001	NMPタンク	1	Cone Roof	2,100	4,200	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	危険物 第三石油類	ρ=1.033
	T-002	ピリジンタンク	1	Cone Roof	1,100	2,200	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	危険物 第一石油類水溶 性液体	ρ=0.983
	T-003	メタノールタンク	1	Cone Roof	1,700	3,400	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=0.791
	T-004	純水タンク	1	Cone Roof	1,100	2,200	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO		<i>р</i> =0.998
	T-005	加熱熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,000	3,000	cs	106	0	135	Full Liquid		НОТ		ρ=0.791
	T-006	低温熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,000	3,000	SUS 304	-18	0	-30 / 60	Full Liquid		Cold		ρ=0.891
	T-007	第一冷却熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,000	3,000	CS	90	0	110	Full Liquid		нот		ρ=0.804
	T-008	第二冷却熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,000	3,000	cs	44	0	110	Full Liquid		НОТ		ρ=0.841
	T-009	固体原料ホッパー	1	V-Conical (see process sketch)	1,000	1,300	SUS 304	常温	0	60	Full Powder		NO		ρ=0.602
	X-001-T1	プロパンガスタンク	1	V-Cylindrical	600	1,800	SUS 304	-25.3	98.7	-35 / 60	190 & FV		Cold	高圧ガス	
	X-001-T2	プロパン冷媒タンク	1	V-Cylindrical	500	1,500	CS	40.4	1,299	60	1,430 & FV		Operating Stability	高圧ガス	ρ=0.467

ブ	ロジェクト名	ハラミロンエステル合成			±±÷∡	<u>∽ →+ ¬</u> .	_ <i>H</i> L	上即			作成	KS	日付		
	装置名称	ろ過・洗浄・乾燥設備			你工い」		-90	ノ 展文			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3001		•	農器リ	スト CI	LASS "T"	槽 類			承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイス 内径 (mm)	(·容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	T-021A	第一洗浄液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,600	1,290	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-021B	第二洗浄液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,600	1,290	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-021C	第三洗浄液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,600	1,290	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-021D	第四洗浄液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,600	1,290	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-021E	第五洗浄液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,600	1,290	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-022	廃液タンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	1,800	1,350	SUS 304	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	X-041-T1	ドレンタンク	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	800	1,000	SUS 304	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-061	廃液回収タンク	1	Cone Roof	2,000	4,000	SUS 304	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000

表 3-17 (機器リスト CLASS "T"槽類2)

表 3-18 (機器リスト CLASS "V"攪拌槽類1)

ブ	ロジェクト名	パラミロンエステル合成			抽	· - ++ -	ューゲー	十四			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成設備		A.M	1本 工(· エ↑ エ-	1-9L	/) 供又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3001			農器リ	スト C	LASS "V"	攪拌梢	類		承認	FI	日付	2021/8/17	Preliminary
					サイズ	·容量		運転	条件	設計	条件				
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	内径 (mm)	T-T長さ (mm)	材質	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	V-001	反応攪拌槽 (see process sketch)	1	V-Cylindrical	1,700	2,100	アルミキルト・鋼+ グラスライニング	-4 / 90	5	-15 / 120	195		Hot & Cold		
				(シ* + ケ ッ ト)	1,726	1,900	7ルミキルト・鋼	-20 / 110	196	-30 / 140	600		Hot & Cold		ジャケット 間隙: 50mm
	V-002	析出 搅拌槽 (see process sketch)	1	V-Cylindrical	2,200	2,700	CS+ETFEコー ティング	60	Full Liquid	80	Full Liquid		NO		with 4 Baffles (SUS304)
		1													

表 3-19 (機器リスト CLASS "V"攪拌槽類2)

	プロジェクト名	バラミロンエステル合成			+± -+	· _ + -	1	.上即	b.		作成	KS	日付		
	装置名称	ろ過・洗浄・乾燥設備		AM	作工	,∽1-	1-91	ノノ供文	L.		照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3001			機器リ	スト C	LASS "V"	攪拌相	曹類		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改	初 機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	・容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	V-021A	第一洗浄槽	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	2,000	2,410	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ = 1,000kg/m3
	V-021B	第二洗浄槽	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	2,000	2,410	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ = 1,000kg/m3
	V-022	ろ過機供給槽	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	700	960	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ = 1,000kg/m3

ジェク	7卜名	パラミロンエステル合成			-+-	>++ - H	上品		1	作成	KS	日付		
置名	称	ろ過・洗浄・乾燥設備	t –	AM 1	TLI	エーン	レノ殿			照査	KS	日付		
ョブ番	号	D-3001		機器	リスト	CLASS "M"	特殊機器类	Į.		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
				T (-1)				運車	运条件	設計	条件	駆動機	動力	
dX al	機器番号	機器名称	数重	型式		サイズ	材質	温度 (°C)	比刀 (kPaG)	温度 (℃)	止力 (kPaG)	モーター定格 (kW)	軸動力 (kW)	備考
	M-001	ドラム反転機	1	京町産業車両株式会社製 同等品										
		均等荷重(kg):250					2							
		前輪内幅(mm):680					1							
		全幅(mm):1180					1							
		全長(mm):1180				- 44								
		全高(mm):1920							0	25	A			
		ストローク(mm):0~14	400(ドラ	ム底面)			JK-HDD-250	D	+	-	-			
		車輪径(mm)前輪/後	ιά :φ20	0(ジエン)/ø150(ゴム)			3		<		3			
		前脚外幅(mm):880				0 0			1	1	JK-HDS-2	00		
		前脚長さ(mm):870												

表 3-20 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類1)

表 3-21 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類2)

ジェク	卜名	パラミロンエステル合成			+++			L		作成	KS	日付		
置名	陈	ろ過・洗浄・乾燥設備		AM	休エ	会在ユーク	レナ馬	Ž		照査	KS	日付		0
ゴ番	号	D-3001		U V	機器リス	LASS "M"	特殊機器	類		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
							1100	運動	条件	設計	条件	駆動機	動力	
Q(ā)	機器番号	機器名称	数重	型式		サイズ	材質	温度 (℃)	止刀 (kPaG)	温度 (℃)	住力 (kPaG)	モーター定格 (kW)	神助力 (kW)	備考
	X-002	ロータリーパルブ	1	アイシン産業株式会 同等品	ま社製	RM-80						0.2		
		豊富な機種揃えで、最多 RMシリーズ ドロ・	の実績を許 yブスルータ・	やる標準ロータリーバルブ イプ	Our most popular sta	dard natary valve anailable with a large variety of pro RM series (Drops thro	duct lineups ugh type)							
					主な仕様 Main w フランジー Flange type	ecifications # PM(2,12) -PA((4)12) #M (point) and FA (eclangular)								
					Coliber 7 = 3 > 7 Cosing moteria $\Box = 9 = 1$ Rator type		helicol,							
					D - 9 - 1 Rotor moterio	dogen perce, reduced coporty, route t ord meth-pocket FC/SS-SCS/SUS-ウレタン・ネオブレン・ アルネ・プラステック、世 FC/SS-SCS/SUS, unifione, recipiene, o	luminum,							
		特長 Features = 圧力シールで優れた性能を	発揮		標準仕様 Standa	d specifications								
		 口径50~750まで各サイス 口径は各サイズ共、丸型と声 Excellent performance with A wide range of products h Round flange and rectorgular 	(ラインナップ A型フランジあ) pressure sealing om 50 to 750 Range types for	9 mm in colliber the value of each colliber	BER-DB D-P-4 ModelCellue Bater demain PM-50 100 RM-80 125 RMAI-100 150 RMAI-125 125	□	28/92289 Ground nature XXW 7 0.1~~ 4 0.2~~ 0 0.2~							·
		-	En in	2	SWI-120 110 RMLAI-150 200 NRMIAI-200 200 RMLAI-200 250 RMLAI-200 250 RMLAI-200 250 RMLAI-200 250 RMLAI-200 250 RMLAI-200 400 RMLAI-350 450	L. 87, L. 7 1. 800 L.	4 0.4~ 4 0.4~ 0.4~ 0.4~ 0.75~ 0.75~ 1.5~ 1.5~							
		-	V	HMIA:-600 500 RMIA:-450 550 RMIA:-500 800 RA-600 800 RM-750 850 (1) PMAR9:275:>516.9 850 (2) PMAR9:275:>516.9 (3)	Tr2-05 432.38 807.76 1207.111 93.765 56.751 1127.102 187.715 136.7114 82.768 163.7137 245.7205 299.7281 101.7157 323.2513 446.437 935.7382 216.7217 412.7434 702.7651 7. ±252.850 108.7147 422.7434 702.7651 7. ±252.850 908.7146 ±2.69.984 ±4.69.984. 1. mage sps. Specification offer time to does an coldb 101.7157 101.7157	2.2~ 2.2~ 3.7~ 3.7~	-		-					
		 サェーン駆動式で長年使用しの駆動用りのデザインを一新 回転都の踏出かりなく安全 増指数のチェーンカバー(頃 軽量化:省スペース化、を実 標準タイプと同様な用途で付 	ていた朝板装の 性が向上 2全カバー)を打 現 使用可能	Dチェーンカバー (安全カバー) i用することにより	 Completely renevidine section, whi Improved safety v Achievement of a link chain cover (safety Usable for the same Sizes ranging how 	ed design for the tael safety cover around t th was used with chain drive valves for more th less exposure of the rotating section ghweight and space saving design by using a cover) applications as the standard type 1.50 to 300 cavilable	he chain y years esin	-						
		= 5/4,212160~300					İ							

ジェク	小名	パラミロンエステ	ル合成			+++ -+ ~	>++	- л. – Е	л		作成	KS	日付		
置名	称	ろ過・洗浄・	乾燥設備		A	怀式コ			ا لح		照査	KS	日付		
ョブ番	号	D-3001			0	機器リスト	CLASS "X"	特殊機	器類		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名	名称	数量	型式		サイズ	材質	運転 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定格 (kW)	動力 軸動力 (kW)	備考
	X-021- M1	ディストリビ	2—9	1	山本機械株式会社 同等品	シュ- 分散数: シュート中 経 排出ノズ,	−ト径 : 150Φ 3 高さ: 800mm 心間距離 : 700mm : 1,000mm ルサイズ : 100mm	SUS304	40	АМВ	80	190	0.4		
		時間 搬送物のコンタ	ミ防止	用途 集合タン	構造 ク上に設置 内部シュ	ートが回転し、各々									
		搬送時間の短期			のシュー	トへ排出します									
			1		200										
				Į.											
				1	1										
		寸法 Ⅲ攤送物に	より、回転シュー)	ト角度が変わ	る為、A 寸法が変わる場合があります。										
		シュート径	¢150		¢250 ¢300	¢ 380									
		分核数	$4\sim 20$		4~20 4~20	4~20									
		A mm	800 ~ 1300	85	i0~1680 850~1750	1070 ~ 2070									
		B寸法	700 ~ 1300	83	0~2200 820~2370	1430 ~ 2890									
		C 4 #	1100 ~ 1700	13	00~2680 1300~2850	1790 ~ 3450									
		仕様 駆動モーター	0.4kw ブレーキ	付線型GM	A 直路 回転数 2.5rpm 60Hz	, 2.1rpm 50Hz									

表 3-22 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類3)

表 3-23 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類4)

بت	ル名	ペラミロンエステル合成		- +4	+					作成	KS	日付		
置名	称	ろ通・洗浄・乾燥設備		17 M	「	エエーク	レナ版			照査	KS	日付		
コブ者	号	D-3001		横器	リスト C	LASS "X"	特殊機器	顀		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
ah PT	推出平口	捕服友新	왕고드	# 1 +			++85	運転	条件	設計	条件	駆動機	動力	进来
UX 8 J	做發展方	波奇石桥	<u>x =</u>	24	+	ナイズ	Mg	(°C)	(kPaG)	(°C)	(kPaG)	モーター定倍 (kW)	(kW)	199-75
	X-021- M2A	第一スクリューコン ペア	1	三和コンペア株式会社製 同等品	シュー 分散数:3 シュート中心 径:1 排出ノズル L:2	ト径:150Φ 高さ:800mm 間距離:700mm 0,000mm ・サイズ:100mm 2000mm	SUS304	40	АМВ	80	190	0.75		
	X-021- M2B	第二スクリューコン ペア	1	三和コンペア株式会社製 同等品	シュー 分散数:3 シュート中心 径:1 排出ノズル L:2	ト径:150Φ 高さ:800mm 間距離:700mm ,000mm ,サイズ:100mm 2000mm	SUS304	40	АМВ	80	190	0.75		
	X-021- M2C	第三スクリューコン ペア	1	三和コンペア株式会社製 同等品	シュー 分散数:3 シュート中心 径:1 排出ノズル L:3	ト径 : 150 Φ 高さ : 800 mm 間距離 : 700 mm ,000 mm ,サイズ : 100mm 3000mm	SUS304	40	АМВ	80	190	0.75		
						SUS304 g z SOP 315 40 L SOP	(ステンレス) D1 G-M2 48.660.5 G-M2 68.676.5 G-M2 68.787.5 G-M2 78.377.5 G-M2 78.377.5 G-M2 78.377.5 G-M2 78.377.5 G-M2 78.377.5 G-M2 114.3 G-M2 23.0 G-M2 23.0 G-M2 24.5 G-M2 49.5 40.96 D1.7	ケーシー 第 140 16 第 190 21 1 第 240 26 第 240 26 第 375 40 26 第 320 8 335 12 430 12 430 12 440 12 540 16 カッコ内の寸法	ング t4、軸 t4、 33 P 5.2 120 3 6.3 160 3 7.4 200 3 5.5 240 4 5.6 260 4 5	マナ、服助部(チン 第一日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日日	ンケース・モー ンケース・モー ンケース・モー ンワース・モー ンワロ(1500-4) シリロ(1500-4) シリロ(1500-4)	-9-≺-ス), W/1 500)* 200 225 225 300)* 220 225 225 305 300 5 300 320 5 190 240 5 190 240 5 240 240 5 240 240 5 240 240 5 240 240 5 300 350 15 300 350 15 300 350 15 300 320	L3 L4 L5 23 170 52 293 170 52 306 173 52 305 170 52 305 170 52 307 180 52 307 201 52 509 509 50 509 500 50 509 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 500 500 50 5	B CP S1 30 1652 425 210.4 425 210.4 455 515.5 500 355.6 500 400.4 B 17.6 76107/5117 76107/5127 7/6107/5117 76117/5127 117/9127 1117/9127 3117/5127 3117/5127 9117/5127 9117/5127

宣名称 万通・洗浄・乾燥設備 古ブ音号 D-3001 微器 報号 機器名称 数量 型式 中イズ 特殊機器類 (°C) (KPac X-021- M3 第砕機 1 アイシン産業株式会社製 同等品 SKC type SUS304 40 AME	照査 承認 設計 温度 (°C) 80	KS FI 計条件 (kPaG)	日付 日付 駆動材 モーター定格 (kW)	2021/10/22 ^{援動力} 軸動力 (kW)	Preliminary 備考
#了選号 D-3001 機器リスト CLASS "X" 特殊機器類 改訂 機器番号 機器名称 数量 型式 サイズ 材質 運転条件 次訂 機器番号 機器名称 数量 型式 サイズ 材質 運転条件 X-021- M3 第砕機 1 アイシン産業株式会社契 同等品 SKC type SUS304 40 AME	承認 設計 温度 (°C) 80	FI 計条件 (kPaG)	日付 駆動材 モーター定格 (kW)	2021/10/22 ^{援動力} 軸動力 (kW)	Preliminary 備考
改訂 機器番号 機器名称 数量 型式 サイズ 補質 運転条件 温度 圧力 (kPaC X-021- M3 第砕機 1 アイシン産業株式会社契 同等品 SKC type SUS304 40 AME	設: 温度 (°C) 80	計条件 圧力 (kPaG)	駆動 モーター定格 (kW)	^數 動力 <mark> 軸動力</mark> (kW)	備考
(水) (水) (水) (水) (水) (水) (水) (水) (水)	(°C) (°C)	(kPaG)	(kW)	(kW)	1/8 1/5
X-021- M3 解砕機 1 アイシン産業株式会社製 同等品 SKC type SUS304 40 AME	80	190			
			0.4		
解砕機(ほぐし機) 寸法表 Lump crusher dimension table (SKC/SKS)	्र Unit of dim	法単位: mm ension: mm			
型式 A H L1 L2 M Approximate	kg) 適用減速總 weight With Redu	村モーター[kW] Joer Motor kW]			
SK□-150 150A 330 217 461 365 120	(0.4~			
SKE-200 200A 380 426 532 450 150 SKE-250 250A 440 270 588 490 180	0	1.5~			
SK⊡-300 300A 490 304 631 490 230		1.5~			
SK⊡-400 4004 700 510 410 SK⊡-400 4004 700 590 545 560		2.2~			
30C type		•1			
	ΞΖ.				
	all				
	A				
BETRE/Rotoing Blode (UB/Comb 201->/Screen					
	1 1				
	Ĩ	T	5		
	_				

表 3-24 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類5)

表 3-25 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類6)

ジェク	ト名	パラミロンエステル合成		● ++ -	*~+	1. J			[作成	KS	日付		
置名	称	ろ過・洗浄・乾燥設備			い云か	17-2	レナ敗			照査	KS	日付		
ゴ番	号	D-3001		機器リン	zh C	LASS "X"	特殊機器舞	l I		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式		サイズ	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定格 (kW)	動力 軸動力 (kW)	備考
	X-021- M4	脱水ケーキ禁出ダブ ルパルブユニット	1	日阪製作所 粉体用メタル タッチニ方ボール弁 同等品	PIF パリ ノ	PE : 600 mmL レブ1&2 : 150A バルブ3 : 25A	SUS304	40	600	80	800	バルブ1 & 2 : 0.4 x 2 バルプ3 : 0.2		
		*1&バルブ2		A2 D D D D D D D D D D D D D D D D D D D										
	•	88											1	
									バルブ1		A			
			13		<u></u>				99	, 			·73	
			ボール形法 Boll Type ンジッド部	NOTE-HT THE WALK AS PRESS TO THE "ANROW"DINE	200	_			バルフ2					
		Reference C	2014 274+27+ Core Cavity H430395 e a Atal CodeH-		1	522 d L H A5 A	2 81 82 P 8 85 97 D	g C n h t	1 100 000		150	*		
		Weil d L H C A1 A2 B1 125 5 127 320 724 284 657 393 53 150 6 152 284 744 326 657 303 150	B2 P 233 3/1 10 233 3/1 11	I Display G C n h f F </td <td></td> <td>15 1/2 13 100 277 237 10 20 1/2 19 117 280 237 11 25 1 25 127 251 231 11</td> <td>a 50 50 70 70 1 5 15 2 50 a 50 50 70 1 6 15 2 50 a 50 50 70 1 7 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5</td> <td>51 70 4 15 12 35.1 60.5 4 86 11.2 56 75 4 15 14 42.9 69.8 4 16 11.2 67 80 4 19 14 90.8 79.2 4 16 11.2</td> <td>1 8 % 4 9 % 1 8 %</td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td> <td></td>		15 1/2 13 100 277 237 10 20 1/2 19 117 280 237 11 25 1 25 127 251 231 11	a 50 50 70 70 1 5 15 2 50 a 50 50 70 1 6 15 2 50 a 50 50 70 1 7 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5 1 5	51 70 4 15 12 35.1 60.5 4 86 11.2 56 75 4 15 14 42.9 69.8 4 16 11.2 67 80 4 19 14 90.8 79.2 4 16 11.2	1 8 % 4 9 % 1 8 %					

ジェク	ト名	ハラミロンエステル合成			+4	++~	×- /	<u>с. т</u> е	л		作成	KS	日付		
置名	称	ろ過・洗浄・乾燥設備	ł	AN	17	下八五1	ロエーク		又		照査	KS	日付		
ョブ番	号	D-3001		3	機器	判スト (CLASS "X"	特殊機	器類		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式		÷	ナイズ	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設言 温度 (℃)	┼条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定格 (kW)	動力 軸動力 (kW)	備考
	X-041- D1	ナウター乾燥機	1	ホソカワミクロ 同等品	ン製	水張容 A:1 B:2 C:3 概略重	量:1,000 L ,650 mm ,270 mm 3,600 mm 量:2,500 kg	SUS304 / JACKET : SUS304	60/ JACKET: 100	180& FV / JACKET : 101	120/ JACKET: 205	180& FV / JACKET : 330&FV	自転:5.5 公転:0.75		
			A												
			T												
		T													
		K K													
		в		C											
		K	> /												
			R/												
		<u> </u>)												

表 3-26 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類7)

表 3-27 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類8)

<u>ت</u> تار	小名	パラミロンエステル合成		• +++ -	キムサコーガレ	ᆂᇞ			作成	KS	日付		
置名	称	ろ過・洗浄・乾燥設備			に会社ユークレ	ノ戻			照査	KS	日付		
ョブ番	号	D-3001		機器リン	スト CLASS "X" 🛊	寺殊機器 類	i		承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	<u>設計</u> 温度 (°C)	·条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定格 (kW)	题力 軸動力 (kW)	備考
	X-041-F1	バッグフィルター	1	ホソカワミクロン パルスジェットコレクタHP型 同等品	HP 6-4 720 mmDIA x 2,630 mmH	CASING : SUS304	42	26.7	90	FV & 800	-		
					<u>}</u>	標準仕様 ろ布長さ4フィー 型式 う通画積 フィルタ本数 電磁件線数 標準必要空気級 標準研訂法	H (i) (·) (·) (·) (·) (·) (·) (·) (·) (·) (·	P- 4 n ²) 1.8 1 4 1 2 1L/min) 50 Pa) FA 1m) 52 1m) 24 1m) 45	4 64 6 27 6 2 2 50 7.∼1M ² a 0 720 00 72830 0 650	9-4 16 4.0 7.2 9 16 3 4 80 10 	-4 25-4 11.2 25 5 0 130 20 1280 50 3200 0 1100	37-4 45 16.4 20. 37 45 7 7 180 184 1380 154 3310 355 1200 144	4 51-4 1 22.7 51 9 0 230 10 1780 50 3740 30 1550
			2			 概略質量 ろ布長さらフィー 型式 ろ適面積 フィ・レクオ教 	H2 (n (k - ト H (n	nm) 19 g) 40 P- 44 n ²) 2.1	50 1980 0 700 5 6-6 7 4.0	2000 20: 800 11: 9-6 16 6.0 10:	50 2100 00 1900 -6 25-6 .7 16.8	2110 211 2100 300 37-6 45- 24.8 30.	50 2190 50 4100 6 51-6 2 34.0
		ž 🔶			-	フィルメ 平政 電磁弁個数 標準必要空気量 標準耐圧度	(-) (-) (-) (-) (-) (-)	2 IL/min) 50 Pa) EA	2 50 /~1MPa	5 16 3 4 80 10	5 0 130	37 43 7 7 180 180	9 0 230
		圧空: 50NL/min × 60r 逆洗頻度:90sec 3000NL/h+40l →平均值50NL/r	min/h= なので4 回/h=7 min	3000NL/h 10@/h 5NL/90sec		- (R+10)Log 概略す法 概略質量 注) 原準必要空			00 720 00 3330 00 650 50 2680 00 800 別別圧は 0.6MPa, (2)	820 100 3450 365 750 90 2700 275 1000 130 各パリレブ作動は90	20 1280 50 3900 0 1100 50 2800 000 2200 0秒/サイクル	1380 150 4010 423 1200 140 2810 283 2500 350	80 1780 50 4440 50 1550 50 2890 50 4700
		_											

ジェク	ト名	パラミロンエステル合成		+#	+ ~ + ~ /				作成	KS	日付		
置名	陈	ろ過・洗浄・乾燥設	8	AM 17	式会社エーク	レナ版		2	照査	KS	日付		
ゴ番	号	D-3001	222	機器	JAL CLASS "X"	特殊機器類			承認	FI	日付	2021/10/22	Preliminary
3h PT		48 88 47 14-	*** =			++ 55	運動	法条件	設	計条件	駆動機	動力	it the
ckā)	機器番号	被 器名称	数重	型式	サイズ	村眞	温度 (℃)	注力 (kPaG)	温度 (°C)	住力 (kPaG)	七一夕一定格 (kW)	軸助力 (kW)	偏考
	X-021-F1	ろ遺儀	1	加圧ブローパックフィルター 三菱化工機 同等品	H : 1,710 mm W : 2,238 mm D : 1,068 mm	CASING : SUS304	42	26.7	90	FV & 800	7.5		
				8B									
		▶ 機械	構	告	【各部名 ①フィルター	5 称] ドラム							
				× 13	②主駆動モ· ③主軸受け	-9-							
		6 1	4	I BAI	④チェーンカ	バー							
		2	- An	2 Par	⑤ 土和 ⑥ 洗浄ろ液	非出管							
		1 PM			⑦ う 過 う 液 指 ⑧ ケーキ洗 消	作出官 申管							
		74	K	Fr K-	⑨ケーキシュ ⑩スラリーバ	ートット							
		Ch-	T	10	11 加圧ケーション 12 フレーム	シング							
		4 5		7 9	13脱液ケーキ	F							

表 3-28 (機器リスト CLASS "X"特殊機械類9)

3.1.5. ユーティリティサマリー

パラミロンエステル合成設備で使用する用役の消費量は、下記のとおりである。運転スケジ ューリングに従い、ユーティリティサマリーを算出した。運転スケジューリングは、①合成・析出 工程および②洗浄・ろ過・乾燥工程の二工程ごとに作成している。対象とした用役は①電力、 ②スチームおよび③冷却水である。

電力はモーターの最大定格容量を 63.2kW で、***V、3Phase、60Hz とした。ーバッチにおける電力消費量の推移は、図 6-1 および 6-4 に示した。電力合計消費量は合成・析出工程で 375kW・hr、洗浄・ろ過・乾燥工程で 337kW・hr の 712kW・hr である。ピーク消費量は合成・析出工程で 70.2kW、洗浄・ろ過・乾燥工程で 60.2kW となる。

スチームは 250kPaA、飽和蒸気とした。ーバッチにおけるスチーム消費量の推移は図 6-2 および 6-5 に示した。スチーム合計消費量は、合成・析出工程で 316kg、洗浄・ろ過・乾燥工程で 155kg の 471kg である。ピーク消費量は合成・析出工程で 181kg/h、洗浄・ろ過・乾燥工程で 87kg/h となる。

冷却水は循環冷却水で供給温度 32°C、戻り温度 37°C で計画した。ーバッチにおける冷却水 量の推移は図 6-3 および 6-6 に示した。冷却水合計消費量は合成・析出工程で 101ton、洗浄・ ろ過・乾燥工程で 38ton の 139ton である。ピーク消費量は合成・析出工程で 18ton/h、洗浄・ ろ過・乾燥工程で 18ton/h となる。

他の用役としては計装空気と窒素がある。

表 3-29 に用役の合成・析出工程とろ過・洗浄工程のピーク時の消費量とバッチ当たりの消費 量を示す。

	ピー (1時間	・ク量 当たり)	消費 (1バッチ	貴量 「当たり)	合計
	合成·析出	洗浄・ろ過	合成·析出	洗浄・ろ過	
スチーム[kg]	181	86.9	316	155	471
冷却水[ton]	18	18.3	101	38	139
電力[kWh]	70.2	60.2	375	337	712
計装空気[Nm]					40
窒素[Nm ³]			10		10

表 3-29 各種用役のピーク量および消費量

3.1.6. 概略配置計画図

パイロットプラントの概略配置計画図を図 3-28 から図 3-33 に示す。 合成設備の配置に必要な面積は、建屋部が 330 m² (22 × 15 m)で屋外部 130 m² (10 × 13 m)である。建屋部と屋外部は 7 m の間隔を置き、建屋の高さは 16.5 m で 4 階建てとした。

反応攪拌槽は 1F に設置し、パラミロンの投入は 3F からグラビティ-フローとした。析出攪拌 槽は 4F に設置し、洗浄槽は 1F に設置した。第一回洗浄後のパラミロンエステルと洗浄液の混 合物をグラビティ-フローで洗浄槽に送液する様計画した。ろ過機は 4F に設置し、乾燥機は 2F に設置した。脱液後のケーキがグラビティ-フローとスクリューコンベアで乾燥機に供給される。 乾燥機の下にドラム缶を置き、パラミロンエステル製品として回収する。そのため乾燥機は 2F の設置とした。熱媒およびプロパン冷凍の設備は、反応攪拌槽に近い建屋側に設置した。T-001 NMP タンク、T-002 ピリジンタンク、T-003 メタノールタンク、T-004 純水タンクおよび T-061 廃液回収タンクはいずれもコーンルーフ型で屋外設置とした。



図 3-28 パイロットプラント 合成設備機器配置設計図1(1階)







図 3-31 パイロットプラント 合成設備機器配置設計図4(屋外タンク貯蔵所)



図 3-32 パイロットプラント 合成設備機器配置設計図5(立面図1)



3.2. パイロットスケールプラントの全体設備の設計

昨年度設計を実施した排液工程に加えて、前節では今年度実施したエステル化工程、析出工 程、洗浄工程の設計について報告した。本節では両設備に共通して必要となる用役供給設備 と空間インフラ設備に関して、設計を実施することでパイロットプラントの全体の設計を実施し た内容を報告する。

パラミロンエステル合成プロセス全体共通設備はパラミロンエステル合成設備および廃液回 収蒸留設備で必用とする用役の供給設備とその設備サイトを構成する空間インフラに関するも のである。

用役供給設備は下記のもので構成される。

① 電気設備

- ② 用水処理設備
- ③ 蒸気設備
- ④ 冷却水設備
- ⑤ 計装空気·窒素設備

空間インフラは次のもので構成される。

- ⑥ 排水設備
- ⑦ 制御設備室·電気設備室
- ⑧ 防消火設備
- ⑨ 固体原料·製品貯蔵場所
- ⑩ 外構等土木·建築構造物
- 3.2.1. 設備仕様

主要な用役設備を下記に説明する。

① 電気設備

400V の受電設備を設置する。電気は機器のモーター、加熱用電気、屋内・外照明、制御用 機器への供給電源、屋内のエアコン用電源等に配電される。危険場所に設置する電機 品は防爆仕様とする。

電気の仕様は下記のとおり。

水を生成し各供給先に送られる。

- 電力 動力 400V × φ3 × 60Hz 制御用 110V × 60Hz 避雷設備を設ける。
- ② 用水処理設備

用水源としては水道水を使用することで計画した。使用先はプロセス水、ボイラー給水 および冷却水供給である。プロセス水およびボイラー給水には純水、冷却水供水には脱 塩素された水道水が使用される。

水道水供給量 : 2,694 kg/h 冷却水給水 : 1,741 kg/h プロセス水(合成用): 1 kg/h (必要量の 5%を供給、間欠使用) ボイラー給水 : 954 kg/h 水道水は用水ろ過器で塩素を活性炭で除去し、軟水装置で硬度を下げ、純水装置で純

③ 蒸気設備

蒸気は 1.6MPaG と 0.15MPaG の二系統で構成される。 蒸気の消費量は下記のとおり。 パラミロンエステル合成用 : 181.0 kg/h(ピーク消費量) 廃液回収蒸留用 : 568.1 kg/h 合計最大使用量 : 688.1 kg/h 1.6MPaG スチームはパッケージボイラーから供給される。使用先は廃液回収蒸留設備の リボイラー熱源と 0.15 MPaG スチームへのレットダウンである。リボイラー熱源で使用 された 1.6MPaG スチームコンデンセイトは 0.5 MPaG スチームドラムに集められ、スチ ームが回収され、0.15 MPaG スチームへ供給される。0.15 MPaG スチームへのレットダ ウンされたスチームはデスパーヒーターで飽和蒸気となり使用先に供給される。

④ 冷却水設備

循環冷却水の使用量は下記のとおり。 パラミロンエステル合成用 : 18.3 ton/h(ピーク消費量) 廃液回収蒸留用 : 56.9 ton/h 合計最大使用量 : 75.2 ton/h 循環冷却水は冷却水循環ポンプで供給先に送られる。冷却に使用された循環冷却水 は冷却塔で蒸発により冷却され、冷却水として循環使用される。冷却水の汚れ防止対 策として循環量の 10%をフィルター処理する。

⑤ 計装空気·窒素設備

計装空気の使用量は下記のとおり。 パラミロンエステル合成用 : 40 Nm³/h 廃液回収蒸留用 : 25 Nm³/h 共通設備用 : 5 Nm³/h 合計最大使用量 : 70 Nm³/h

窒素の使用量は下記のとおり。

パラミロンエステル合成用 : 8 Nm³/Batch (反応攪拌槽のパージ用)

廃液回収蒸留用 : 0 Nm³/h

共通設備用 : 0 Nm³/h

: 0 Nm³/Batch 合計最大使用量

計装空気は空気圧縮で昇圧後、圧縮空気冷却器で40°Cまで降温し圧縮空気ドレーナ ーで凝縮を分離する。凝縮水を分離した圧縮空気は圧縮空気除湿装置で水分を吸着分 離して露点-20 °C 以下とし、ストレーナーを通して計装空気槽に貯留され各供給先に送 られる。

窒素ガス窒素ガスシリンダ-から 0.6MPa に減圧され供給先に送られる。3 シリンダーが 常備され、1シリンダーあたり5バッチの反応攪拌槽の酸素パージに使用できる。

その他の共有設備に関して、下記のものを考慮した。

·消防火設備

- ·排水設備
- ·事務所
- ·制御室
- ·電気室
- ・倉庫

・屋内メンテナンススペース

・屋外メンテナンススペース

それぞれの用役に関し、モーターのリストを表 3-30 に、PFD を図 3-33 から図 3-36 に示した。

表 3-30 それぞれの用役に関するモーターリスト

対象機器		MOTOR	運転モード			
Item No. Service Name		定格[kW]				
A-001 合成攪拌機		7.5	間欠			
A-002 析出搅拌機		75.0	間欠	X-0/1-D 於母母 白新田	5.5	65 Az
P-001 NMPポンプ		2.2	間欠	へつ41-0 20時間 日報/円	0.8	間欠
P-002 ビリジンポンプ		1.1	間欠	メール111111111111111111111111111111111111	2.2	問力
P-003 酸クロ剤ポンプ		0.2	間欠	A-041-VI 異生小ノノ P-021 後海波ポンプ	2.2	間々
P-004 反応攪拌槽ポンプ		5.5	間欠	F-021 元庁広小ノノ P-022 天漫爆供給ポンプ	11.0	間欠
P-006 メタノールポンプ		3.7	間欠	F-022 うど彼氏的ホンプ D-022 X:温暖熱於ポンプ	11.0	問人
P-007 純水ポンプ		2.2	間欠	P-023 つ週候向計小ノノ P-041 ドレンポンプ	11.0	間欠
P-008 加熱熱煤ポンプ		11.0	間欠	P-041 ドビンホンプ P-101 マルノール原用体供給ポンプ	1.1	间入
P-009 低温熱媒ポンプ		11.0	間欠	P-101 メタノール回収増供給小ノノ P-102 メタノール回収塔体産ポンプ	0.4	进机
P-010 冷却熱媒ポンプ		15.0	間欠	P-102 メタノール回収増増速小ノノ D-102 メタノール回収体体頂ポンプ	0.4	进机
X-001-C プロパン圧縮機		30.0	間欠	P-103 メダノール回収増増損小ノノ	0.4	建筑
X-002 固体原料ロータリーパルフ	1	0.2	間欠	P-104 州田塔塔彫領環小ノフ D-105 デカンターと展済ポンプ	0.4	建筑
A-021A 第一洗浄槽攪拌機		30.0	間欠	P-105 デガンター上層液小ンン P-105 デカンター工層液ポンプ	2.2	連続
A-021B 第二洗浄槽攪拌機		30.0	間欠		0.4	进机
A-022 ろ過機供給攪拌槽		1.5	間欠	P-201 ビリンノ回収増増速小ノノ P-202 ビリジン回収体体頂ポンプ	0.4	进机
P-021 洗浄液ポンプ		2.2	間欠	P-202 ビリンノ回収増増現小ノノ D-202 初始期時期回回体営店ポンプ	0.4	进机
P-022 ろ過機供給ポンプ		11.0	間欠	P-203 短期間が範囲収着確認小ンフ	0.4	建筑
P-023 ろ過機循環ポンプ		11.0	間欠	P-204 短期間的取回収増増リホンフ P-205 NMP回回装装まずにデ	0.4	进税
X-021-F:ろ過機		7.5	間欠	P-205 NMP回収準確認小ンフ	0.2	进机
X-021-M ディストリビュータ		0.4	間欠	P-200 NMP 图状瘤瘤顶小 27	0.4	建机
X-021-M第一スクリューコンペア		0.8	間欠	P-207 ビリシン再回収増増速ホンフ P-208 ビリジン再回収増増速ポンプ	0.2	建稅
X-021-M第二スクリューコンペア		0.8	間欠	P-208 ビリシン再回収増増損ホンフ P-208 豊計ソーがポンプ	0.4	建烷
X-021-M第三スクリューコンペア		0.8	間欠	P-208 前社ソータホンフ	0.2	建皖
X-021-M解碎機		0.4	間欠	VP-201 具述ホンフ	11.2	建税
X-021-M脱水ケーキ排出ダブルババ	レプユニット V1	0.4	間欠	パッケーンホイフ・送風機	2.2	建税
	V2	0.4	間欠	注水小ノフ	0.0	建税
	V3	0.2	間欠	P-321 冷却水循環ホンフ 込む株 ヨーン	15.0	建税
				冷却階 ファン	3.7	建税
				定 又口: 和前便	11.0	28.82

空気乾燥機

3.0

連続



図 3-33 用水



図 3-34 スチーム



図 3-35 冷却水



図 3-36 計装空気·窒素

3.2.2. ユーティリティサマリー

共通設備で使用する用役の常用運転時の消費量とパラミロンエステル合成および廃液回収 蒸留のそれぞれの合計消費量を表 3-31 に示す。合成系は 1 Batch 48 時間の消費量で、廃液回 収蒸留および共通設備は連続運転で時間当たりである。原単位の算出に当たっては、年間の 稼働日数 330 日を基準にして年間の変動費で計算する必要がある。詳細なユーティリティサマ リーは、表 3-32 に示す。

用役	単位	合成 (/Batch)	廃液回収蒸留	共通設備	合計 (/Batch)
電力	[kW]	471	15.6	31.2	2,716.4
蒸気	[kg/h]	712	568.1	-869.1	0
冷却水	[ton/h]	139	54.8	1.4	2,836.6
計装空気	[Nm3/h]	1,920	25	5	3,360
窒素	[Nm3/h]	10	0	0	10
燃料LPG	[kg/h]	0	0	53.7	2,577.6

表 3-31 ユーティリティサマリー

*蒸気は共通設備にて算出される量を消費量に対してマイナスの値として表示している。

	2021/11/30	0	F.Iwamoto	S.Ishita	K.Satake		emarks																		
	Date	Rev. No.	Approved by	Checked by	Design		œ																		
						計装空気		ų/ _E mN																5	
						燃料(LPG)		kg/h	53.7															53.7	
						arG Sat.)	Max	kg/h																0.000	
						蒸気(16B。	Nor	kg/h	-869.1															-869.1	Note 4
1				受辅			Δt	ပ											5	5					
リティサマリ			レナ殿回	小合成 共通器		治却水	展り	kg/h											378	1,032				1,410	
ユーデ	03002-005	33002	*式会社ユーク	パラミロンエステ			供給	kg/h											378	1,032				1,410	Note 3
	DOC. No. 1	Job No.	Customer	Project	ocation	電力	動力	9.60	6.90			3.30						8.70	2.70					31.20	
								15.00	2.0 + 5.0	07.771	13.41	3.70	0.06	9.87	17.07	2.93		11.00	3.00	2.64					
				ユーティリティサマリー	AVE ENGINEERING CORPORATION	Equipment	SERVICE	冷却水循環ポンプ	1.6MPaG パッケージポイテー	0.5MPac メナームトフム	斗装空気槽	おまた	冷却塔サンドフィルター	用水ろ過装置	軟水装置	カートリッジフィルター	純水装置	空気圧縮強	圧縮空気除退装置	圧縮空気冷却器	圧縮空気ドレナー	計装空気フィルター		Total	
		AND T	M		WA		ITEM No.	P-321	X-311-B1	1-311	T-331	X-321	X-322	X-341-F1	X-341-W1	X-341-F2	X-341-W2	C-331	X-331	E-331	X-331-DS1	F-331A/B			

表 3-32 ユーティリティサマリー詳細

4: 16 bargの飽和凝縮水基準 5:電力消費量はモーターKWの90%

NOTE 1 用役類は外部より供給されるものとする
 :消費
 -:生成
 -:生成
 2: 上記消費量は初期設計時のものであり、詳細設計並びに外部からの供給条件により多少の変動があります。
 3: 冷却水供給遺度=32oC, 尿り遺度37oC

89

3.2.3. 主要機器リスト

(機番)機器数は表 3-33 に示した通り、全数 で 14 基である。表 3-34 から表 3-40 の機器リ ストに主要な仕様を示した。

表 3-33 主要機器数

基数
2
1
1
1
1
1
2
5
14

表 3-34 (機器リスト CLASS "P" ポンプ類)

7	ロジェクト名	パラミロンエステル合成プロセス全体共	直設備設計		-	* -* ^	** -	FI	en.			作成	KS	日付		
	装置名称	用役		1.M	1	木式会	在ユー	クレナ	烘 又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3002			機 봄	* リスト	CLASS	"P" ポ	ンプ 類			承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	仕: 設計容量 (L/min)	様 揚程 (m)	任 吸込 (kPaG)	力 吐出 (kPaG)	運転温度 温度 (℃)	密度 (kg/m3)	粘度 (cP)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	借考
	P-321	冷却水循環ポンプ	1+0	渦巻ポンプ	1463	26.8	0	270	32	995	0.8	Casing : CI Internal : CI	15.0	10.0	防爆仕様	
	注:満流ポンフ	の支量 XX+YY XX:プロセス	要求流量、Y	Yミニフローパイパ	2											

	「ロジェクト名	パラミロンエステル合成プロセス全体共通	20121					18. 1				作成	KS	日付		
	装置名称	用發				株式会	社ユー	-クレナ	殿			照查		日付		
	ジョブ番号	D-3002			捕费	リスト	CLASS	"B" #	イラー 類			承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
					(休田広古	1011-10-8	運転温度	燃料消費量	送風機	給水機	機器重量			SIZE		
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	(MPaG)	(kg/h)	温度 (°C)	(kW) (kg/h)	モーター (kW)	モーター (kW)	(kg)	材質	巾 (mm)	奥行 (mm)	高さ (mm)	備考
	X-311-B1	1.6MPaG パッケージポイラー	1+0	LPG ポイラー	1.60	826.00	0	681 53.7	2.2	5.5	2,670	CS (by Vendor)	2,545.0	1,580.0	2,690	
	注:渦流ポンフ	。 「の流量 XX+YY XX:プロセス要!	R洗量、Y	Yミニフローパイパ	2											

表 3-35 (機器リスト CLASS "B" ボイラー類)

	プロジェクト名	ハラミロンエステル合成フロセス全体共	通設備	1			±± _+ ∕	<u>∽++ ¬</u>	- <i>H</i> L -	上品			作成	KS	日付		
	装置名称	用役			A.M		「不工しっ	∽↑⊥⊥-	-90	ノ 供文			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3002				機	器 リ 2	۲.ト CL/	ASS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
34 21	100.00.00.00	神風なか	8h =		海社名	1 11-1	熱負荷	伝熱	亿/大新	仕様	S 11 42	++ 52	設計	条件	/9.19	溶用注胡	/# 46-
LOCAL	彼奇雷亏	成番石杯	× ·		泥种街	21	(kW)	(m ²)	(mm/-)	(mm)	(mm)	何興	,∞(m) (℃)	(kPaG)	PK-400	通用从外	18.17
	E-221	压缩灾气冷却暴	1	S	圧縮空気	U. BELL	0 0 1 0	1 20	19.0	2 000	200	CS	180	780	PP		
	2-551	(工作日本) X((行) A(作品)	1	т	冷却水	THEEO	2.201.2	1.50	5U	2,000	200	CS	60	480	NO		
																	1
																	1
																	1
																1	

表 3-36 (機器リスト CLASS "E" 熱交類)

熱交換器形式



表 3-37 (機器リスト CLASS "T" 槽類)

Γ	プロ	コジェクト名	パラミロンエステル合成プロセス全体共通数	業設計		±± =*	· 4- ++ -	י	十四			作成	KS	日付		
Γ	404	麦置名称	用役		A.M	个工	, Z 11-	エー・クレ	/ 川 枳又			照査		日付		
Γ	Ÿ	ョブ番号	D-3002			機器リ	ノスト	CLASS "1	"槽	類		承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
ą	âT	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	·容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	·条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
		T-311	0.5MPaG スチームドラム	1	V-Cylindrical	700	2,100	CS	158.8	500	190	FV 680		Hot		
ſ																
		T-331	計装空気槽	1	V-Cylindrical	600	1,800	cs	40	600	60	780		NO		
Γ																

表 3-38 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類1)

プロ	ジェクト名	ハラミロンエステル合成プロセス全体	共通設備	A ++	ナムナ+ -	л_ <i>Н</i>	`г. 	- E.L		作成	KS	日付		
装置	名称	用役		- TA	式云社-				照査	KS	日付			
ÿs	ブ番号	D-3002		機器!	機器リスト CLASS "X" 特殊機器表			機器類		承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
改訂	機器番 号	機器名称	数量	型式	÷	イズ		流量 (m3/h)	冷却水入口 温度 (℃)	設計条件 冷却水出口 温度 (°C)		ファン・モ・ モーター定格 (kW)	ータ動力 軸動力 (kW)	備考
	X-321	冷却塔	1	SPC-U100ASSD6 (シンワ冷却塔)相当品	L:2,8 W:1,850(mm) 2,14	190(mm) 10(mm)	H:	90	37	32		3.7		
	X-322	冷却増サンドフィルター	1	NS500-U 相当品	D: 52 H: 70	20 (mm) 00(mm)		9	37			(-)		本体:FRP-ろ 村:60 g

Þ	プロジェクト名		バラミロンエステル合成プロセス全体共通設備		● 株式会社ューグレナ殿					作成	KS	日付			
*	して、	名称	用役			ᆪᅎᄮᅩ	-90	///	兴又		照査	KS	日付		
ž	ジョブ番号		D-3002		機器リスト CLASS "X"		"X" 🛊	特殊機器類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
ą	¢8T	機器番号	機器名称	数量	型式		イズ		流量 (m3/h)	用水温度 (℃)	設計条件 用水圧力 (MPaG)		ファン・モ モーター定格 (kW)	—夕動力 軸動力(kW)	備考
L											· · · ·		· · /		
		X-341-F1	用水る過装置	1	MA-400(三浦工業) 相当品	L: 1,19 W: 1,260(mm) 2,338	95(mm) 5(mm)	н:	6	40	0.39		バルブ駆動用 max 370W		
		X-341-W1	軟水装置	1	M₩-100(三浦工業) 相当品	L: 790(mm) 650(mm) 1,118	5(mm)	W: H:	0.9	40	0.39		AC200V		
		X-341-F2	カートリッジフィルター	1	V-Clyndrial	D: 216 H: 44	(mmΦ) 0(mm)		1	40	0.39				ハウジング: SUS304
		X-341-W2	純水装置		U-1000SE(三浦工業) 相当品	L: 1,18 W: 1,99 H: 1,91	85(mm) 90(mm) 70(mm)		1	40	0.39		AC200V		

表 3-38 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類2)

表 3-39 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類3)

プロ	ジェクト名	バラミロンエステル合成プロセス全体	共通設備	► ±±	국수가-	1 ゲ	`ı.+	- 屈凸		作成	KS	日付		
装置	i名称	用役		AY 17					照査	KS	日付			
ÿ∃	ブ番号	D-3002		機器	ノスト CLAS	S "X"	特殊	機器類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	÷J	イズ		流量 (Nm3/h)	処理空気温 度 (℃)	設計条件 処理空気圧 力 (MPaG)		加熱用(kW)		備考
	X-331	圧縮空気除湿装置	1	FD-4(丸谷化工樓) 相当品	L:1,3 W:1,160(mm) 1,80	50(mm) 0(mm)	H:	100	40	0.69		3 (加熱用)		

表 3-40 (機器リスト CLASS "M" 特殊機器類)

Ŭ1	ウト名	パラミロンエステル合成プロセス全体も	も通設備部	• •	● # # ☆ ☆ ㅋ _ グレ + 励					作成	KS	日付		
置名	称	用役										日付		
ブ	野	D-3002		W 機器リスト CLASS "M" 特殊機器類						承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	設計流量 (NL/min)	分子量 (-)	運転仕様 吸込圧 (kPaA)	吐出圧 (kPaA)	吸入温度 (°C)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	C-331	空気圧縮機	1+0	スクリュー圧縮機	1,600	29.00	101.3	700.00	20.0	by Vender	11	8.7		

3.2.4. パイロットプラントの配置計画

パイロットプラントの概略全体配置計画を図 3-37 に示す。パイロットプラントの配置に必要 な面積は 3,575 m² (65 × 55 m)である(駐車場は除く)。建屋は合成系設備(含む制御室、電気 室、事務所、倉庫) 390 m² (26 × 15 m)とユーティリティ設備建屋 115 m² (11.5 × 10 m)の2棟 である。

合成設備はプラント北西側、廃液回収蒸留設備は南西側、ユーティリティ設備は南東側、屋 外タンク貯蔵所は北東側に配置した。中央の東西方向に主パイプラックを設置し、西側でホス ゲンの供給を受けるものと想定した。設備の全周に 6 m 巾の舗装道路を設け、原料(固体およ び液体)と製品の入出荷に使う。また、その道路の全外周に緑地帯を設け、フェンスを設置した。 門は東南の位置に設置し 6 m 幅としている。参考として、パイロットプラントの鳥観図を図 3-38 に示す。



図 3-37 パイロットプラントの概略全体配置計画



図 3-38 パイロットプラント鳥観図

3.2.5. パイロットプラントの建設費と撤去費用概算

パイロットプラントの建設費は概算で22.34億円~24.06億円と見積もられる。詳細な建設費の積み上げを表 3-41 に示す。

		合成	設備	麂液回収	蒸留設備	ユーティリ	リティ設備	全体	設備		
	項目	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)		
Γ		搅拌槽	81,100	塔	41,830	用水·純水設備	7,000	变圧·分電盤	2,000		
		槽	66,422	槽	13,826	蒸気設備	7,400	-	-		
	設備費	ポンプ	10,572	ポンプ	13,255	冷却水設備	9,900	-	-		
		熱交換器	16,920	熱交換器	50,117	計装空気設備	7,800	-	-		
		圧縮機・ 真空ポンプ	11,500	真空ポンプ	4,050	消火設備	7,500	-	-		
直接		特殊機器類	56,815	スタティック ミキサー	182	排水設備	6,000	-	-		
Ŧ	設備費合計		約244,000		\$ 9123,300	\$ 946	,000	# 920,	000		
	現場工事費		\$ 9454,000		¥9229,000		約12	24,000			
	建屋費		約90,000		-	\$ 920,000					
	防油堤費		約10,000		-			-			
	パイプラック費		-		-	#930,000					
	舗装・フェンス・側溝、 外灯など		-		-		約40),000			
	直接工事費合計		約798,000		\$ 9352,300		約280),000			
								直接工事費 総合計	約1,431,000		
								間接工事費	\$9287,000		

表 3-41 パイロットプラントの建設費

0,000						
直接工事費 総合計	\$ 91,431,000					
間接工事費	\$ 9287,000					
工事費合計	# 91,718,000					
間接費	\$9516,000~ 688,000					
建設費合計	\$2,234,000~ 2,406,000					

パイロットプラントの撤去費は概算で 4.35 億円~4.71 億円と見積もられる。詳細な撤去費の 積み上げを表 3-42 から表 3-44 に示す。

ł	散去	費	建設費	撤去	費	
ſ		機器項目	金額 (千円)	金額 (千円)	比率	備考
ſ	1	直接工事費				
	1.1	機器費				
		機器費合計	約123,300	-		
	1.2	現場工事費	約229,000	約69,000		・建設時の直接工事費の労務費をペースとして撤 去費を試算 ・労務費は直接工事費から機器費を除いた金額で 工事材料費と案分(50%想定)で推算 ・撤去時の労務費は建設時の60%程度と想定
		直接工事費合計	約352,300	約69,000	100%	
	2	間接工事費		約140,00	20%	
		工事費合計		約83,000	120%	
	3	間接費		約17000~ 25,000		一般管理費、予備費等 (工事費合計の20%~30%想定)
		撤去費合計		約100,000~ 108,000		

表 3-42 パイロットプラントの撤去費1

表 3-43 パイロットプラントの撤去費2

撤去	費	建討	投費	撤去到	ŧ				
	機器項目	金額 (千円)		金額 (千円)	比率	備考			
1	直接工事費								
1.1	機器費								
	機器費合計	約244,000		-					
1.2	現場工事費	約454,000				・建設時の直接工事費の労務費をベースとして撤			
1.3	建屋費	約90,000	約534,000	約167,000		去質を試算 ・労務費は直接工事費から機器費を除いた金額で 工事材料費と案分(50%規定)で推算			
1.4	防油堤費	約10,000				・撤去時の労務費は建設時の60%程度と想定			
	直接工事費合計	約798,000		約167,000	100%				
2	間接工事費			約34,000	20%	仮設費・工事管理費等 直接工事費の20%とした			
	工事費合計			約201,000	120%				
3	間接費			約41,000~ 61,000		一般管理費、予備費等 (工事費合計の20%~30%想定)			
	撤去費合計			約242,000~ 262,000					

撤去	·費	ユーティリティ 設備建設費	全体設備 建設費	撤去費	t用	
	機器項目	金額 (千円)	金額 (千円)	金額 (千円)	比率	備考
1	直接工 事費					
1.1	設備費					
	設備費合計	約46,000	約20,000		35%	
1.2	現場工事費	約86,000	約38,000		65%	・建設時の直接工事費の労務費を
1.3	建屋費	約20,000				ペースとして撤去費を試算 ・労務費は直接工事費から機器費を 除いた全額で工事は料券と客公
1.4	パイプラック費		約30,000			(50%想定)で推算 ・撤去時の労務費は建設時の60%程
1.5	舗装・フェンス・側溝、 外灯など		約40,000			度と想定
	直接工事費合計	約152,000	約128,000	称 165,000	100%	
2	間接工事費			約13,000	20%	仮設費・工事管理費等 直接工事費の20%とした
	工事費合計			約78,000	120%	
3	間接費			約16,000~ 24,000		設計費、一般管理費、予備費等 (工事費合計の30%~40%想定)
	建設費合計			約94,000~ 102,000		

表 3-44 パイロットプラントの撤去費3

3.3. 実証スケールプラントの設計

前項にて設計を行ったパイロットスケールプラントの内容を基に、最終目標である商業プラント(生産量 20 万 t/年)を設計可能にするために必要となる実証プラントのスケール検討を行った。実証プラントのスケールを 1 万 t/年と 5 千 t/年に仮置きし、主要機器の系列数と機器製作の最大値から検討を行った。

それぞれの規模から商業プラントに対する Scale-up Factor は、1万 t/年の場合は 20 倍、5 千 t/年の場合は 40 倍である。常識的な倍率としては 1万 t/年の 20 倍を採用が好ましい。

機器製作において律速となるのは、加熱冷却が必要な反応槽であり、その製作可能な容量 の上限が 300 m³である。反応槽を 300 m³とすると、用役平準化のため実証プラントの反応槽 を 3 系列とした場合、それぞれの反応槽容量は 150 m³と 75 m³となる。反応槽の伝熱は運転 時間に対する最も大きなリスクファクターであり、実証プラントの反応槽は、製作可能な容量上 限の 1/2 サイズの 150 m³とする方が好ましい。

以上から実証プラントの設備容量は、1万 t/年が適当と判断し、設計を行った。

3.3.1. プロセスフロー設計

実証プラントの規模を1万 t/年とした際の設計条件は下記の通りとなる。

パラミロンエステル:	年産 10,000 トン
廃液回収蒸留供給量:	24,194 kg/h
年間稼働日数:	8,000時間 (333.3日)
合成工程のバッチの運転時間:	2 日間(48 時間)

また、合成、析出・洗浄、廃液回収蒸留プロセス設計の条件となるマテリアルバランス、用役 条件は、パイロットプラント設計時のものと同じである。

設計にあたっては、図 3-39 に示すようにパイロットプラントではバッチ式であった、洗浄・ろ 過工程と乾燥工程を連続式に変更した。ろ過、乾燥工程を連続化することで機器サイズの大幅 な削減と、乾燥用スチームと冷却水使用量の削減が可能となった。

パイロットプラントの合成工程は、工程時間の精査により 1Batch が 48 時間以内で達成でき るという結論に至っていた。実証プラントでは、合成工程を 3 系列化し、各系列を 16 時間ずら しで運用することとした。これによりパイロットプラントでは 48 時間 1Batch で設計するのに対 し、Utilities の設備能力の平準化による設計容量の縮小が可能となった。合成工程での縮小は 電力(60%)、スチーム(67%)、冷却水(48%)と計算された。



図 3-39 プロセス設計条件(上:パイロットプラント、下:実証プラント)

設計条件に基づきプロセスフローを構築した。フローは下記のパラミロンエステル合成と廃 液回収蒸留で構成される。プロセスを主要機器に従い説明する。

<パラミロンエステル合成反応>

反応攪拌槽はパラミロンエステル合成反応行う機器である。原料である固体パラミロンと酸 クロ剤を溶媒の NMP とピリジン混合溶液下でエステル化反応を行う。この反応は発熱反応で 1,709 kJ/kg-パラミロンと推定される。

反応攪拌槽はジャケット付きでハステロイ C のクラッド鋼で製作され、6 枚タービン翼(回転 数毎分 150)でバッフル無しの攪拌槽で計画した。攪拌槽は 3 基設置され 1Batch、48 時間で運 転される。3 基の攪拌槽は 16 時間の間隔をもって運転開始される。

エステル化反応は下記のステップで行われる。

- ① パラミロンの投入
- ② NMP とピリジン混合溶液でパラミロンの溶解
- ③ ②の溶液の冷却(-10°C)
- ④ 酸クロ剤の添加
- ⑤ 酸クロ剤の添加後、昇温(90°C)
- ⑥ 昇温(90°C)の4時間保持
- ⑦ ⑥溶液の降温(60°C)

反応時、攪拌槽の温度を変え、かつ発熱反応を制御する必要があり、攪拌槽のジャケットに同一の熱媒を流すことで制御を行う。

<クエンチ・析出>

反応攪拌槽で合成されたエステル化合物は溶媒中に混合液として存在し反応後、析出攪拌 槽へ移送する。析出攪拌槽の溶液にメタノールを投入してクエンチを行う。その後純水を投入 しパラミロンエステルを析出する。析出時の液量は反応時の液量に較べ 1.75 倍と大きくなり。 このため、クエンチ・析出は析出槽で行われる。析出後の溶液は軽液と重液にデカンテーション で分離し、軽液を析出攪拌槽から廃液回収タンクへ分離送液し、パラミロンエステルの固体が 濃縮された重液を析出攪拌槽に滞留させる。

この残留重液に第一回目のろ過操作で分離されたろ液(洗浄液タンク(1)の液)を注入混合される。析出攪拌槽で攪拌・混合され洗浄させる。この洗浄でゲル状の固体が溶液中に生成され 攪拌操作を停止しデカンテーションを行い、軽液とゲル状の固体を含む重液に分離する。軽液 を析出攪拌槽から廃液回収タンクへ分離送液し、ゲル状の固体を含む重液を析出攪拌槽に滞 留させる。

この残留ゲル状の固体を含む重液に第二回目のろ過操作で分離されたろ液(浄液液タンク (2)の液)を注入・攪拌混合される。この混合液を3基の洗浄槽 A/B/C(1)へ定流量で送液する。

<洗浄・ろ過>

この工程でパラミロンエステルの固体を洗浄・ろ過する。洗浄・ろ過操作は5回行い、洗浄液 はメタノールと純水の混合液で向流洗浄とし、洗浄後に固液の分離を行う。この5回の洗浄・ろ 過に加え、析出攪拌槽で行う攪拌洗浄・デカンテーションの操作を加えると6回の洗浄・ろ過操 作となる。

第一回洗浄後の混合物は粘稠であり、ろ過が困難であるとのテスト結果が反映された。第二 回から第六回の洗浄と固液の分離はそれぞれ洗浄槽 A/B/C およびろ過機供給槽と加圧ろ過機 で実施される。

洗浄液と固体は洗浄槽で攪拌洗浄され、洗浄後ろ過機供給槽へ移送される。洗浄槽は各3 基設置され、①洗浄液およびろ過機のケーキ受入れ、②攪拌洗浄、③ろ過機への供給をサイク リックに行い、洗浄・ろ過の連続運転を実現する。ろ過機は加圧型ろ過機で、ろ過機供給槽との 組合せで、ろ過機供給液を循環しながらろ過が行われる。

ろ過機で分離された洗浄液は、向流洗浄液として再使用するため第一〜五洗浄液タンクに 貯留され、前の洗浄操作に再使用される。最終の第五回目の洗浄液は新し洗浄液(メタノール と純水)が使用される。

5回のろ過を終えたケーキは乾燥工程へ移送される。

<乾燥>

6回の洗浄、5回のろ過で洗浄・ろ過された固体ケーキは 34.9 重量%の湿分(大半は洗浄液) を含んでおり、乾燥機で乾燥され製品としてフレコンバックで出荷される。乾燥機はナウター 型乾燥機で、湿性ケーキは攪拌を受けながらジャケットでスチーム加熱(100 °C)されケーキに 含有された洗浄液は固体から蒸発し、バグフィルターを経由しコンデンサーで凝縮しドレンタン クに回収される。乾燥機は減圧下(200mmHG)で運転され、ドレンタンクでドレンを分離した気 体は真空ポンプで吸引される。コンデンサーの冷却媒体は低温熱媒(-25.0°C)が使用される。 乾燥機は各3基設置され、①最終のろ過機からケーキ受入れ、②乾燥、③乾燥製品の排出を サイクリックに行う。

<熱媒>

熱媒系は同一の熱媒(総研化学社製 NeoSK 170 相当品)で4レベルの温度を設置した。低温 域(-25 °C)、冷却用(40 °C、61.3 °C)の二系統および加温用(50 ~ 110 °C)である。熱媒は反応 攪拌槽のジャケットへ4レベルで使用され、かつ乾燥機のコンデンサーに低温域が使用され る。低温域の熱媒の冷却にはプロパン冷凍が使用され、冷却用は二系統とも冷却水が使用さ れる。加温用には低圧(0.15 MPa)スチームが使用される。

<プロパン冷凍>

低温域の熱媒を冷却するのはプロパン冷凍が使用される。プロパン冷凍はプロパン圧縮機、 プロパン凝縮器、キックバック冷却器、プロパンガスタンクおよびプロパン冷媒タンクで構成さ れる。プロパンガスタンク(175kPa、-16.6 °C)のプロパンガスはプロパン圧縮機で昇圧され (14,000 kPa、67.4 °C)プロパン凝縮器で液化冷却(14,000 kPa、40.4 °C)されプロパン冷媒タン クに貯留される。液体のプロパンは使用先に減圧冷却 (175 kPa、-28.7 °C)後供給され、冷熱 を供給し、気化昇温されプロパンガスタンクへもどる。

キックバック冷却器は過剰の昇圧高温プロパンガスを冷却し、プロパンガスタンクへ戻る。

<廃液回収蒸留>

廃液回収蒸留フローはメタノール回収・排水分留と他溶液回収の2つの蒸留ブロックから構成される。それぞれのプロセス説明を下記に示す。

(1)メタノール回収・排水分離

メタノール回収塔、抽出塔の2塔とデカンターで構成される。

廃液はメタノール回収塔へ供給され、塔頂液としてメタノールが蒸留分離される。回収メタ ノールには若干の塩酸が含まれるが、回収メタノール冷却器により40°Cに冷却されされる。 塔頂受槽は66.6°Cであり若干のメタノール蒸気が放出される可能性がありベントコンデンサ ーで冷却凝縮回収し系外への排気を極力減らしている。塔底運転温度は115.1°Cとなる。

メタノール回収塔塔底液は抽出塔へ供給され、塔頂液としてピリジン/水の共沸物とエントレ ナーであるヘキサンが蒸留分離される。塔頂蒸気はコンデンサーで凝縮されさらに留出液冷 却器により40°Cまで過冷却され、デカンターで上層液と下層液の2相に分離される。上層 液はピリジン、水とヘキサンの混合物で、抽出塔のフィード段へ還流される。下層液はピリジ ン、メタノールおよびヘキサンを微量含む水である。水の純度は99.5 重量%以上であり排水と して BL へ送液される。抽出塔は若干の正圧で塔頂は66.5°C の温度で運転される。デカンタ ーで若干のヘキサン蒸気が放出される可能性がありベントコンデンサーで冷却凝縮し系外へ の排気を極力減らしている。塔底運転温度は184.2°Cとなる。

へキサンはエントレナーとして循環使用され、運転開始時にエントレーナータンクから供給される。また装置の定修時等でヘキサンを装置外へ排出する場合はエントレーナータンクに回収 される。

(2)他溶液回収

抽出塔塔底液はピリジン、短鎖脂肪酸、NMP、長鎖脂肪酸およびピリジン塩酸塩の混合溶液 である。これらの溶液を低沸点順に順次蒸留操作により分離回収する。

抽出塔塔底液はピリジン回収塔へ供給され、塔頂液としてピリジンが蒸留分離される。 回収ピリジンは回収ピリジン冷却器により40 °C に冷却されピリジンタンクに送液される。 ピリジン回収塔は塔頂で負圧-89.5 kPaG、54.9 °C で運転される。塔底の運転温度は149.0 °C
となる。塔が負圧で運転されるのは塔底の温度を下げるためで、出来るだけ低い圧のスチーム を熱源に使用するためである。このことにより溶液が高温になることを避け温度劣化を防ぐこ とになる。

ピリジン回収塔塔底液は短鎖脂肪酸回収塔へ供給され、塔頂液として短鎖脂肪酸が蒸留分離される。回収短鎖脂肪酸は回収短鎖脂肪酸冷却器により40 °C に冷却され脂肪酸の酸クロ 化工程(他社の設計範囲)に送液される。短鎖脂肪酸回収塔は塔頂で負圧-89.5 kPaG、83.8 °C で運転される。塔底運転温度は141.8 °C となる。

短鎖脂肪酸回収塔塔底液は NMP 回収塔へ供給され、塔頂液として NMP が蒸留分離される。回収 NMP は回収 NMP 冷却器により 40°C に冷却され NMP タンクへ送液される。NMP 回収塔は塔頂で負圧-89.5 kPaG、131.7 °C で運転される。塔底運転温度は 163.7 °C となる。

NMP 回収塔塔底液は長鎖脂肪酸とピリジン塩酸塩の混合物である。ピリジン塩酸塩からピ リジンを回収するため苛性ソーダ水溶液を注入しスタティックミキサーで混合することにより、 ピリジンと NaCI に中和しピリジンを分離する。この中和された液はピリジン再回収塔へ供給 され、塔頂液としてピリジンと水の共沸物として回収し、抽出塔のフィードにリサイクルされ る。塔底液は長鎖脂肪酸ナトリウム、NaCI および水の混合廃液で廃液冷却器により40°C に 冷却され BL に送液される。ピリジン再回収塔は若干の正圧で、塔頂は101.6°C の温度で運 転される。塔底運転温度は116.8°C となる。

実証プラントの PFD を図 3-40 から 図 3-50 に示す。

Stream No on DFD			0	e	4	Ľ	y	7	×	σ	10	11	121	12	14	15	16	17	18
SIM No	単位	FFD	23	65		\$10	S4	S13	26	S15	\$16	S11	\$12	S14	S17	519	22	10	18
這度	C	40.0	66.6	115.1		40.0	42.1	42.1	183.0	53.8	149.0	82.7	141.8	130.5	163.7	40.0	97.5	116.8	40.0
圧力	kPag	65	10	23		10	10	10	23	06-	39	06-	-85	06-	-85	15	10	16	0
平均MW		38.9	32.1	50.2		76.2	86.0	18.1	97.4	79.1	100.1	74.1	100.9	99.1	117.2	21.6	20.8	59.8	18.2
モル流量	kmol/hr	621.840	387.402	234.458		2142.637	1832.363	310.252	100.957	12.660	88.277	2.556	85.723	77.575	8.149	170.415	176.763	8.482	177.239
質量流量	kg/hr	24193	12421	11772	15444	163205	157597	5607	9836	1001	8835	189	8645	7690	955	3686	3671	507	3225
NMP	kg/hr	7,699	0	7,699	7,699	0	0	0	7,699	0	7699	0	7,698	7,690	6	00	0	6	0
ドリジン	kg/hr	391	0	391	1,022	277	257	20	1,002	1,001	0	0	0	0	0	556	631	0	0
メタノール	kg/hr	12,331	12,326	5	5	11	7	5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
水	kg/hr	2,545	4	2,541	5,582	5,655	73	5,582	0	0	0	0	0	0	0	2,687	3,041	9	2,903
塩酸	kg/hr	91	91	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
ビリジン塩酸塩	kg/hr	921	0	921	921	0	0	0	921	0	921	0	921	0	921	0	0	0	0
短鎖脂肪酸	kg/hr	189	0	189	189	0	0	0	189	0	189	189	0	0	0	0	0	0	0
長鎖脂肪酸	kg/hr	25	0	25	25	0	0	0	25	0	25	0	25	0	25	0	0	0	0
ヘキサン	kg/hr	0	0	0	0	157,261	157,261	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	465	0
NaCI	kg/hr	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	323
長鎖脂肪酸升小加	kg/hr	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	24	0	18	0
密度	kg/cum	909.1	742.0	1003.7		651.8	642.0	991.3	938.0	947.9	996.0	931.0	1006.1	933.5	3693.4	1069.4	949.7	1466.8	1062.0
質量分率																			
NMP		0.3182	0.0000	0.6539	0.4985	0.0000	0.0000	0.0000	0.7826	0.0000	0.8714	0.0012	0.8905	1.0000	0.0091	0.0021	0.0000	0.0171	0.0000
ピリジン		0.0162	0.0000	0.0332	0.0662	0.0017	0.0016	0.0036	0.1018	8666.0	0.0000	0.0019	0.0000	0.0000	0.0000	0.1509	0.1718	0.0000	0.0000
メタノール		0.5097	0.9923	0.0004	0.0003	0.0001	0.0000	0.0008	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
×		0.1052	0.0003	0.2159	0.3614	0.0347	0.0005	0.9954	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.7290	0.8282	0.0123	0.9000
埴酸		0.0038	0.0074	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
F. リジン 油酸 値		0.0381	0.0000	0.0783	0.0597	0.0000	0.0000	0.0000	0.0937	0.0000	0.1043	0.0000	0.1066	0.0000	0.9645	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
短鎖脂肪酸		0.0078	0.0000	0.0161	0.0123	0.0000	0.0000	0.0000	0.0192	0.0002	0.0214	0.9969	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
長鎖脂肪酸		0.0010	0.0000	0.0021	0.0016	0.0000	0.0000	0.0000	0.0026	0.0000	0.0029	0.0000	0.0029	0.0000	0.0264	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
ヘキサン		0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.9636	0.9979	0.0001	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.9166	0.0000
NaCI		0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.1000
長鎖脂肪酸ナトリウム		0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0065	0.0000	0.0353	0.0000

表 3-45 実証プラントでの廃液回収蒸留工程 マテリアルバランス



図 3-40 実証プラント反応攪拌槽 PFD



図 3-41 実証プラント析出攪拌槽 PFD



図 3-42 実証プラント固液分離工程(ろ過機第1)PFD



図 3-43 実証プラント固液分離工程(ろ過機第2、3)PFD



図 3-44 実証プラント固液分離工程(ろ過機第4、5)PFD



図 3-45 実証プラント乾燥 PFD



図 3-46 実証プラント熱媒系 PFD



図 3-47 実証プラントプロパン冷凍系 PFD



図 3-48 実証プラント廃液回収蒸留工程1PFD



図 3-49 実証プラント廃液回収蒸留工程2PFD



図 3-50 実証プラント廃液回収蒸留工程3PFD

3.3.2. マテリアル・ヒートバランス

ここには、①反応工程、②析出工程、③第一回洗浄工程、④洗浄・ろ過工程、⑤乾燥工程および⑥廃液回収蒸留工程ごとに記述する。

<反応工程>

反応工程の反応攪拌槽は 3 基で構成される。パラミロンエステルの年間生産量は 10,000 トン で年間稼働日数は 333.3 日であるから、反応攪拌槽1基当たりの1バッチにおけるパラミロンエ ステルの生成量は 20,202 kg(= 10,000,000 / 3 / (330 / 2))である。

反応攪拌槽のマテリアルバランスは下記に示されるものとなる。

	[kg]	[kg/kg-BM]
<u>パラミロンエステル</u>	<u>20,202</u>	<u>1.00</u>
長鎖脂肪酸	3,838	0.19
短鎖脂肪酸	11,515	0.57
酸クロ化剤	16,768	0.83
パラミロン	10,505	0.52
NMP	123,232	6.10
ピリジン	16,364	0.81
酸クロ化副生ガス	-13,535	-0.67
反応攪拌槽(液体)	182,222	9.02

ヒートバランスの詳細は省略する。この工程では①常温からスタート、②冷却(-20°C)、③反応熱の除去し反応液の温度一定(0°C)、④反応液の昇温、⑤反応液の温度(90°C)の維持、⑥反応液の降温(60°C)と推移し、その各ステップ毎に熱の入出がある。

<析出工程>

析出工程も析出攪拌槽を3基で構成される。析出操作は析出攪拌槽の析出用のメタノール と純水を順次注入して行われる。析出後デカンテーションで軽液と重液を分離する。マテリア ルバランスは下記に示されるものとなる。

析出完了時

	[kg]	[kg/kg-BM]
<u>パラミロンエステル</u>	<u>20,202</u>	<u>1.00</u>
反応攪拌槽(液体)	182,222	9.02
メタノール[析出用]	107,677	5.33
水[析出用]	30,101	1.49
析出攪拌槽(液体)	320,000	15.84

[ka]

析出後デカンテーション完了時

	Live J
析出攪拌槽(液体)	320,000
軽液	239,833
重液	80,167
(エステル	20,202)
(液体分	59,965)

[kg/kg-BM] 15.84

この工程では熱の入出はない。

<第一回洗浄工程>

第一回洗浄は析出後のデカンテーションで軽液を排出し、析出攪拌槽に残存するスラリー溶液に洗浄液タンク(T-1021(1))の洗浄液を注入し、この槽で攪拌洗浄する。洗浄後デカンテーションで軽液と重液を分離する。マテリアルバランスは下記に示されるものとなる。

第一回洗浄完了時

	[kg]	[kg/kg-BM]
<u>パラミロンエステル</u>	<u>20,202</u>	<u>1.00</u>
重液	80,167	
(エステル	20,202)	
(液体分	59,965)	
洗浄液	147,478	
総量	227,645	

第一回洗浄後デカンテーション完了時

ハンノ ンコンルコ 吋		
	[kg]	[kg/kg-BM]
<u>パラミロンエステル</u>	<u>20,202</u>	<u>1.00</u>
析出攪拌槽(液体)	227,645	
軽液	147,478	
重液	80,167	
(エステル	20,202)	
(液体分	59,965)	

この工程では熱の入出はない。

<洗浄・ろ過工程>

第一回洗浄工程が終了した時点で、析出槽には重液が残存し、ここに洗浄液タンク(T-1021(2))の洗浄液を受け入れる。析出槽は次の洗浄槽へ送液のためのバッファー槽として機能 を有する。マテリアルバランスは下記に示されるものとなる。

洗浄液を受け入れた析出槽

[kg]	[kg/kg-BM]]
<u>20,202</u>	<u>1.00</u>
80,167	
20,202)	
59,965)	
98,343	
178,510	
	[kg] <u>20,202</u> 80,167 20,202) 59,965) 98,343 178,510

この槽液量を16時間かけて、定流量で洗浄槽 V-1021A/B/C(1)へ移送する。

この後の5回の洗浄・ろ過工程のマテリアルバランスは下記に示されるものとなる。ここでは 運転はバッチから連続に替わる。パラミロンエステル(BM)の年間生産量は 10,000 トンであり、 年間運転時間は 8,000 時間(333.33 日間)として一時間当たりの BM 量は 1,250kg (=10,000,000/8,000 = 1,250 kg/h)となり下表のバランスとなる。

操作		洗浄	1回	フィル	タNo.1	洗浄	+ 2回	フィル	タNo.2	洗浄	+ 3回
流体名称		洗浄液1	析+洗1	ろ液	脱水ケーキ	洗浄液2	ケーキ+洗2	ろ液	脱水ケーキ	洗浄液3	ケーキ+洗3
固形分	kg/h		1,250		1,250		1,250		1,250		1,250
湿分	kg/h	6,085	9,795	9,125	670	6,085	6,755	6,085	670	6,085	6,755
合計	kg/h	6,085	11,045	9,125	1,920	6,085	8,005	6,085	1,920	6,085	8,005
固形	wt%		11.3		65.1		15.6		65.1		15.6
容量	m3/h	7.5	13.1	11.2	1.9	7.5	9.4	7.5	1.9	7.5	9.4
密度	kg/m3	812	842	812	1019	812	854	812	1019	812	854
移送先			フィルタ	廃液槽	洗浄槽No	o.2A/B/C	フィルタ2	洗浄液槽1	洗浄槽No	o.3A/B/C	フィルタ3
操作		フィル	タNo.3	洗浄	+ 4回	フィル	タNo.4	洗浄 5回	(新液)	フィル	タNo.5
流体名称		ろ液	脱水ケーキ	洗浄液4	ケーキ+洗4	ろ液	脱水ケーキ	洗浄液5	ケーキ+洗5	ろ液	脱水ケーキ
固形分	kg/h		1,250		1,250		1,250		1,250		1,250
湿分	kg/h	6,085	670	6,085	6,755	6,085	670	6,085	6,755	6,085	670
合計	kg/h	6,085	1,920	6,085	8,005	6,085	1,920	6,085	8,005	6,085	1,920
固形	wt%		65.1		15.6		65.1		15.6		65.1
容量	m3/h	7.5	1.9	7.5	9.4	7.5	1.9	7.5	9.4	7.5	1.9
密度	kg/m3	812	1019	812	854	812	1019	812	854	812	1019
移送先		洗浄液槽2	洗浄槽No	o.4A/B/C	フィルタ4	洗浄液槽3	洗浄槽No	o.5A/B/C	フィルタ5	洗浄液槽4	乾燥機

表 3-46 洗浄・ろ過工程のマテリアルバランス

<乾燥工程> 乾燥工程は連続運転でマテリアルバランスは下記に示される。 [kg/h]

乾燥機[IN]	-
ろ過機ケーキ	1,920
(固形分	1,250)
(湿分	670)
乾燥機[OUT]	
製品(固形分)	1,250
回収溶剤	670

<廃液回収蒸留工程>

廃液回収蒸留工程では、1 バッチ、48 時間当たりの BM 生産量 501kg に対応する原料液供 給量は 200kg/h である。新たな条件1バッチ、48 時間当たりの BM 生産量 60,606kg であるか ら、廃液回収蒸留工程の廃液供給量は 24,194kg/h (=200 x 60,606 / 501)となる。

3.3.3. 合成・析出工程および乾燥工程運転スケジューリング

廃液回収蒸留工程を含む全ての工程中バッチ運転であるのは①合成工程、②析出工程と第 一回洗浄工程および③乾燥工程である。合成工程は反応攪拌槽での運転で、析出工程と第一 回洗浄工程は析出攪拌槽での運転となる。反応攪拌槽と析出攪拌槽それぞれの運転時間は48 時間以内である。ここではこれらのバッチ運転の運転スケジューリングについて説明する。

<反応攪拌槽での合成工程運転スケジューリング>

この工程は下記の10ステップからなる。[]内の数値はステップの運転時間(分)を示す。合計で 1,650 分(27 時間 30 分)である。

- ステップ 01 [30] パラミロン投入
 ステップ 02 [30] 窒素置換
 ステップ 03 [30] NMP・ピリジン投入
 ステップ 04 [480] 攪拌・膨潤
 ステップ 05 [111.7] 合成前冷却
 ステップ 06 [297] 酸クロ剤投入
 ステップ 07 [197] 昇温
 ステップ 08 [240] 反応(攪拌)
- ステップ09 [147.5] 合成後冷却
- ステップ 10 [20] 合成槽から析出槽への移送

<析出攪拌槽での析出工程と第一回洗浄工程運転スケジューリング>

析出工程は下記の 11 ステップからなる。[]内の数値はステップの運転時間(分)を示す。合計 で 2,728 分(45 時間 28 分)である。

ステップ 11 [60] メタノール投入 ステップ 12 [60] 純水投入 ステップ 13 [60] 析出の攪拌 ステップ 14 [180] 析出の静置 ステップ 15 [345] 析出後の軽液分離 ステップ16 [291] 洗浄液(第二回洗浄で使用した回収洗浄液)を析出槽へ投入

ステップ17 [60] 第一回洗浄を析出槽での攪拌洗浄

ステップ 18 [180] 第一回洗浄後析出槽で静置

ステップ 19 [242] 第一回洗浄後析出槽の軽液排出

ステップ20 [291] 洗浄液(第三回洗浄で使用した回収洗浄液)を析出槽へ注入

ステップ21 [960] 洗浄液(第三回洗浄で使用した回収洗浄液)を洗浄槽へ移送

<乾燥工程運転スケジューリング>

乾燥工程は見かけ上は連続運転となっているが、実際には3基の乾燥機で構成れたバッチ 運転である。

3基の運転はケーキの①受入(4時間)、②乾燥(4.5時間)および③払出(3.5時間)のバッチ運転 で構成される。下記にバッチ運転のタイムチャートを示す。



図 3-51 バッチ運転のタイムチャート

3.3.4. ユーティリティサマリー

本設備で使用する用役の消費量を下記に示す。合成工程のバッチ運転、連続運転および廃液回収蒸留工程の連続運転毎に示す。

用役	合成(Batch)	合成(連続)	廃液回収蒸留(連続)	計(1バッチ時間)
電力	21,932[kWh]	654.5[kW]	83.2[kW]	57,342[kWh]
蒸気	32,045[kg]	451[kg/h]	68,778[kg/h]	3,355,037[kg]
冷却水	7,003[ton]	160[ton/h]	6,453[ton/h]	324,427[ton]
計装空気	200[Nm	3/h]	125[Nm3/h]	325[Nm3/h]
窒素	282[Nm3]			282[Nm3]

表 3-47	実証ブ	゚゚ラン	トの	用役》	肖費量
--------	-----	------	----	-----	-----

3.3.5. 主要機器リスト

(機番)機器数は下表に示した通り、全数で210基である。

	合成工程	廃液回収 蒸留工程	計
塔	0	6	6
槽	22	9	31
撹拌槽	26	0	26
撹拌機	31	0	31
熱交換器	8	20	28
ポンプ	30	16	46
圧縮機・ 真空ポンプ	3	1	4
ろ過機	5	0	5
乾燥機	3	0	3
その他	29	1	30
탉	157	53	210

表 3-48 実証プラント主要機器数

表 3-49 から表 3-77 の機器リストに主要な仕様を示した。

			~		(1/201	HH	••			1/01	1 1/2					
ブ	ロジェクト名	バラミロン合成プロセス全体スケールアッフ	散計		+#	+~	+	க் ப	_ 67.			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成工程		AM	ተተ	11五1	<u>т</u> т–	-903	厌又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			機器	リスト	CLAS	S "A" ž	計料機 教	Į.		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
							サ	イズ	攪拌罩	設計	条件	駆動機	動力			
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	攪拌翼数	攪拌翼段数	攪拌翼径 (mm)	攪拌翼径巾 (mm)	回転数 (rpm)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	モーター定 格(kW)	軸動力 (kW)	攪拌槽内径 (mm)	適用法規	備考
	A-1001 A/B/C	反応槽攪拌機A/B/C	3	タービン翼	6	1	2,100	730	150	-15 / 120	195	90	71.30	5,000	防爆仕様	^Z7₽ſC
	A-1002 A/B/C	析出槽攪拌機A/B/C	3	タービン翼	4	1	2,750	900	45	80	10	220	183.00	6,500	防爆仕様	SUS304
	A-1004	逆洗液受槽	1	タービン翼	4	1	150	50	180	40.0	0	0.22	0.01	(300)	防爆仕様	SUS304

表 3-49 (機器リスト CLASS "A" 撹拌機類1)

表 3-50 (機器リスト CLASS "C" ガス圧縮機類1)

Γ	プロ	ジェクト名	パラミロンエステル合成			性子の	· +	_ガレ	一日八		作成	KS	日付		
	装	佳置名称	パラミロンエステル合成設備			怀式云	тт — — — — — — — — — — — — — — — — — —	- , , ,	卅又		照査		日付		
	ジ	ョブ番号	D-3001			機器リスト(CLASS ")" ガスE	E縮機類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改	ŧâT	ショノ面号 レ-3001 「機器番号 機器名称 夏 X.001.01 プロパン正参集 1			型式	設計流量 (m3/h suct P,T)	分子量 (-)	運転仕様 吸込圧 (kPaA)	吐出圧 (kPaA)	吸入温度 (°C)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
		機器番号 機器名称 数 X-001-C1 プロパン圧縮機 1-			(Centri)	6,900.0	44.10	75	1400.00	-16.6	by Vender	1,200	1,062.0	高圧ガス	
	X-001-C1 7														
Γ															

7	ロジェクト名	ハラミロン合成プロセス全体スケールアップ	日本		+4	- - - - - -	+/		ரு			作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成工程		LIM	17	L AT	<u>тт-;</u>	/ [] #	X			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			機器	リスト	CLASS	"P" ポン	プ類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	仕 設計容量 (m3/h)	兼 揚程 (m)	圧 吸込 (kPaG)	力 吐出 (kPaG)	運転温度 温度 (°C)	密度 (kg/m3)	粘度 (cP)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	P-1001	NMPポンプ	1+0	キャンドポンプ	39.8	23.2	7	250	20	1032.7	1.853	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	7.5	4.7	防爆仕様	
	P-1002	ピリジンポンプ	1+0	キャンドポンプ	5.6	28.9	7	295	20	982.8	0.974	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	3.7	1.8	防爆仕様	
	P-1003	酸クロ剤ポンプ	1+0	ダイアフラムポンプ	2.5	23.2	0	210	20	892	1.153	Casing : by vendor Internal : by vendor	2.2	1.4	防爆仕様	
	P-1004	反応攪拌槽ポンプ	1+0	キャンドポンプ	58.1	52.7	7.0	565	60	1046	20	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	18.5	14.7	防爆仕様	
	P-1005	析出提并権ポンプ	1+0	キャンドポンプ	52.0	26.2	4.0	250	40	928	1	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	11.0	6.6	防爆仕様	
	P1-006	メタノールポンプ	1+0	キャンドポンプ	45.4	37.9	6.0	310	20	790.8	0.58	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	6.6	防爆仕様	
	P-1007	純水ポンプ	1+0	キャンドポンプ	10.1	36.4	7.0	375	20	998.2	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.9	防爆仕様	
	P-1008	加熱熱媒ポンプ	1+0	キャンドポンプ	224.3 x 1.1	27.8	44.0	270	91.7	802.6	0.42	Casing : CI Internal : CS	30.0	21.1	防爆仕様	
	P-1009	低温熱媒ポンプ	1+0	キャンドポンプ	202.6 x 1.1	25.7	49.0	280	-14.4	888.5	2.05	Casing : SUS304 Internal : SUS304	30.0	19.7	防爆仕様	
	P-1010	冷却熱媒ポンプ	1+0	キャンドポンプ	223.9 x 1.1	27.7	44.0	270	91.7	804.4	0.47	Casing : CI Internal : CS	30.0	21.1	防爆仕様	
	P-1011	違洗液ポンプ	1+0	渦流ポンプ	16.7 L/min	33.1	4.0	290	40	854	1	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	1.1	0.9	防爆仕様	
	P-1012	洗浄メタノールポンプ	1+0	キャンドポンプ	6.8	36.7	6.0	300	20	790.8	0.58	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.2	防爆仕様	
	P-1013	洗浄水ポンプ	1+0	渦流ポンプ	11.4 L/min	29.0	7.0	300	20	998.2	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	0.4	0.4	防爆仕様	
	注:渦流ボンス	の流量 XX+YY XX:プロセス要素	れ洗量、	YYミニフローバイパス												

表 3-51 (機器リスト CLASS "P" ポンプ類1)

表 3-52 (機器リスト CLASS "T" 槽類1)

プ	ロジェクト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアッ	7 設計		1.4. 19						作成	KS	日付		
-	装置名称	パラミロンエステル合成工程		1.MP	株式	会社二	エークレ	ィナ殿			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			148 - 198 I	1 7 6	CI ASS "		**		承認	FI	日付	2021/11/30	ΔFP
	/ 1 / 图 / 7	5-5005			104 14 1 サイズ		CLA33	11日 運転	条件	20-24	各件		H II	2021/11/30	2
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	内径 (mm)	T-T長さ (mm)	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	T-1001	NMPタンク	1	Cone Roof	7,000	14,000	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	危険物 第三石油類	ρ=1.033
	T-1002	ピリジンタンク	1	Cone Roof	3,600	7,200	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	危険物 第一石油類水溶 性液体	ρ=0.983
	T-1003	メタノールタンク	1	Cone Roof	3,800	6,700	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO	龙陵物 特殊引火物	ρ=0.791
	T-1004	親水タンク	1	V-Cylindrical	2,400	3,700	SUS 304	20	0	60	Full Liquid		NO		ρ=0.998
	T-1005	加熱熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,600	4,800	CS	91.7	0	120	Full Liquid		нот		ρ=0.791
	T-1006	低温熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,500	4,500	SUS 304	-14.4	0	-30 / 60	Full Liquid		Cold		ρ=0.891
	T-1007	第一冷却熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,600	4,800	CS	90	0	110	Full Liquid		нот		ρ=0.804
	T-1008	第二冷却熱媒タンク	1	V-Cylindrical	1,600	4,800	CS	40	0	110	Full Liquid		НОТ		ρ=0.841
	T-1009 A/B/C	固体原料ホッパーA/B/C	3	V-Conical (see process sketch)	1,500	3,600 / 1,500	SUS 304	推進	0	60	Full Powder		NO		ρ=0.602
	T-1010	廃液回収タンク	1	Cone Roof Tank	6,500	9,700	SUS 304	推進	0	60	Full Powder		NO	危険物 特殊引火物	ρ=0.812
	T-1011	逆洗液受槽	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head:	300	500	SUS 304	常温	0	60	Full Powder		NO	危険物 特殊引火物	
	X-001-T1	プロパンガスタンク	1	V-Cylindrical	900	2,700	SUS 304	-28.7	50	-35 / 60	190 & FV		Cold	高圧ガス	
	X-001-T2	プロパン冷媒タンク	1	V-Cylindrical	1,200	3,600	CS	40.4	1,299	60	1,430 & FV		Operating Stability	高圧ガス	ρ=0.467
		T-1009(1))	3,600 m	m	1 500									
						1,500 mm									
					QL										
					,500 m		>'								

	プロジェクト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアゥ	プ設計		±± -	<u>ተ</u> ~ >	+っノ	.十回	l		作成	KS	日付		
	装置名称	パラミロンエステル合成工程		A	ተጥ	ᇇᅎᡝ		ノノ所	Z		照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			機器リ	スト	CLASS "V	1 攪拌	曹 類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	丁 機器番号	機器名称	数量	型式	サイス 内径 (mm)	(・容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	V-1001 A/B/C	反応攪拌槽 (see process sketch)	3	V-Cylindrical	5,000	8,900	アルミキルト。鋼+ハス テロイCクッラット。	-4 / 90	5	-15 / 120	195		Hot & Cold		
Γ				(ジ* * 77ト)	5,020	8,400	アルミキルト・鋼	-20 / 110	196	-30 / 140	600		Hot & Cold		ジャケット間隙: 50mm
	V-1002 A/B/C	析出 提拌槽 (see process sketch)	3	V-Cylindrical	6,500	11,200	CS+ETFEコーティ ング	60	Full Liquid	80	Full Liquid		NO		with 4 Baffles (SUS304)

表 3-53 (機器リスト CLASS "V" 撹拌槽類1)

表 3-54 (機器リスト CLASS "A" 撹拌機類2)

プ	ロジェクト名	ハラミロン合成プロセス全体スケールアップ設計	t		+4	+4	+	<u>க</u> ட	山田九			作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ過・乾燥工程		AM	ተጥ	、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、、	<u>т</u> -т-		厌又			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3003		<u>Uv</u>	機器	リスト	CLASS	3 "A" 🖠	見 推機 努	I		承認	FI	日付	2021/10/22	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	攪拌翼数	攪拌翼段数	サ 攪拌翼径 (mm)	イズ 提拌翼径巾 (mm)	授拌買 回転数 (rpm)	設計: 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定 格(kW)	動力 軸動力 (kW)	提拌槽内径 (mm)	材質	備考
	A-1021 A/B/C(1)	洗净槽提拌键A/B/C(1)	3	タービン翼	4	1	720	by vendor (250)	180	40	Full Liquid	5.5	2.40	1,800	SUS316	
	A-1021 A/B/C(2)	洗净槽提拧提A/B/C(2)	3	タービン翼	4	1	640	by vendor (230)	180	40	Full Liquid	2.2	1.50	1,600	SUS316	
	A-1021 A/B/C(3)	洗净槽提拧提A/B/C(3)	3	タービン翼	4	1	640	by vendor (230)	180	40	Full Liquid	2.2	1.50	1,600	SUS316	
	A-1021 A/B/C(4)	洗净槽搅拌橡A/B/C(4)	3	タービン翼	4	1	640	by vendor (230)	180	40	Full Liquid	2.2	1.50	1,600	SUS316	
	A-1021 A/B/C(5)	洗净槽搅拌橡A/B/C(5)	3	タービン翼	4	1	640	by vendor (230)	180	40	Full Liquid	2.2	1.50	1,600	SUS316	
	A-1022 (1)	ろ過機供給槽搅拌機(1)	1	タービン翼	4	1	640	by vendor (220)	180	40	Full Liquid	2.2	1.50	1,500	SUS316	
	A-1022 (2)	ろ過機供給槽搅拌機(2)	1	タービン翼	4	1	550	by vendor (180)	180	40	Full Liquid	1.1	0.72	1,300	SUS316	
	A-1022 (3)	ろ過機供給槽搅拌機(3)	1	タービン翼	4	1	550	by vendor (180)	180	40	Full Liquid	1.1	0.72	1,300	SUS316	
	A-1022 (4)	ろ過機供給槽搅拌機(4)	1	タービン翼	4	1	550	by vendor (180)	180	40	Full Liquid	1.1	0.72	1,300	SUS316	
	A-1022 (5)	ろ過續供給權攪拌續(5)	1	タービン翼	4	1	550	by vendor (180)	180	40	Full Liquid	1.1	0.72	1,300	SUS316	
	A-1023 (1)	洗浄液タンク提弁機(1)	1	タービン翼	4	1	2,600	by vendor (900)	54	40	Full Liquid	45	34.60	6,200	SUS316	
	A-1023 (2)	洗浄液タンク授件機(2)	1	タービン翼	4	1	2,300	by vendor (750)	60	40	Full Liquid	30	24.40	5,400	SUS316	
	A-1023 (3)	洗浄タンク液浸拌機(3)	1	タービン翼	4	1	935	by vendor (320)	180	40	Full Liquid	15	9.40	2,200	SUS316	
	A-1023 (4)	洗浄タンク液授斧欄(4)	1	タービン翼	4	1	935	by vendor (320)	180	40	Full Liquid	15	9.40	2,200	SUS316	
	A-1023 (5)	洗浄タンク水提持機(5)	1	タービン翼	4	1	935	by vendor (320)	180	40	Full Liquid	15	9.40	2,200	SUS316	

表 3-55 (機器リスト CLASS "C" ガス圧縮機類2)

	プロジェクト	いうミロン合成プロセス全体スケールアッ	プ設計		; <u></u> +~~++		÷.⊥	эл		作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ過・乾燥工程		1	山云山	<u> </u>		#X		照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3003		機器リ	スト CLA	SS "C"	ガス圧着	襊 類		承認	FI	日付	2021/11/30	Preliminary
改	訂 機器番	子 機器名称	数量	型式	設計流量 (L/min suct P,T)	分子量 (-)	運転仕様 吸込圧 (kPaA)	吐出圧 (kPaA)	吸入温度 (°C)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	X-1041 A/B	We de H = う We de f こ f か 3x X-1041-C1 A/B 東空ポンブA/B 2		オイルフリースクロール真 空ポンプ	2,003.0	29.00	24	103.30	10.0	by Vender	0.7	0.45		

											••••		•				
:	プロジェクト名	ハラミロン合成プロセス全体スケールアップ	假計				± ± ± ± - * ×	<u>∽ ++ ¬ -</u>		十即			作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ通・乾燥工程		6	10		イホエしっ	∝↑⊥	-90	ノ 県又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003				機	器 リ 2	ι Η CL4	ASS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
改訂	機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
	E-1001	参数.5平 hn 参数.9平	1	S	熱媒	H.BEII	1,961 x	146	19.0	6 000	600	CS	140	550	Hot		
	E-1001	たの 米米 ルロ 古の 留計	_	Т	スチーム	H-BEU	1.1	140	204U	6,000	600	CS	205	330&FV	Hot	1	
	E-1002	98.1W.J.S	1	S	プロパン	H BKII	1,442 x	349	19.0	6 000	900/1 400	SUS304	-40 / 60	300&FV	Cold	京田ガス	
	E-1002	R09#77	1.1	т	熱媒	H-BRU	1.1	340	486U	6,000	900/1,400	SUS304	-35 / 60	600	Cold	商圧ガス	
	E-1003	第二翰博 ·大加盟	1	S	熱媒	HAFII	20.5 x 1.1	2.0	19.0	2 000	300	CS	120	550	OS		
	2-1003	为一世(C3朱/T) 2014年	1.1	Т	冷却水	INALO	20.0 × 1.1	2.0	8U	2,000	300	CS	60	480	No	1	
	E-1004	第二教授会却要	1	S	熱媒	HAEL	1,282 x	376	19.0	6 000	900	CS	75	550	OS		
	E-1004	90 - RC298 / D 24/807	1	Т	冷却水	INALO	1.1	3/0	525U	0,000	300	CS	60	480	No	1	
	X 1001 E1	ゴロバン部位開	4	S	プロパン		2,414 x	220	19.0	6 000	700	CS	100	1,430	No	さにポフ	
	AFTOUTHET	ノロハン液相谷	L '	Т	冷却水	HAEU	1.1	225	320U	0,000	////	CS	60	480	No	間圧が入	
	X 1001 E2	プロパンナックパックを却望		S	プロパン		62 1 - 1 1	15.2	19.0	2 000	400	CS	120	330&FV	No	支圧ガス	
1	A-1001-E2	ノロハンモッシハック市却番	11	т	冷却水	I II-AEU	03.1 X 1.1	10.5	65U	2,000		CS	60	480	No		1

表 3-56 (機器リスト CLASS "E" 熱交類1)

Note: OS: Operating stability 熱交換器形式



表 3-57 (機器リスト CLASS "	'E" 熱交類	2)
-----------------------	---------	----

	プロジェクト名	ハラミロン合成プロセス全体スケールアップ設計					はず∢	∽±+ ¬ -	_ガレ.	十四			作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ過・乾燥工程		1	1.1		1个工1、2	≍↑⊥⊥⁻	-)0	ノ供文			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3003			V	機	器リス	K h CLA	ASS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
改訂	機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
	X-1041-E1A/B	· 波索(彩纹 ₩ A / D	1	S	冷温熱媒	VEEM	305 x 1 1	36.00	19.0	3 000	400	SUS304	-35 / 60	600	Cold	备除物	
	X-1041-21A/B	VERY SOL OF SECTOR	1	Т	メタノール+水	V-DEM	303 X 1.1	30.00	100U	3,000	400	CS	-5/70	FV	Cold	712104 199	

 效里	21	(m3/h)	(m)	(kPaG)	(kPaG)	(°C)	(kg/m3)	(cP)	竹具	(kW)	(kW)
1+0	キャンドポンプ	37.5 x 1.1	27.7	2	230	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	7.5	4.67
1+0	キャンドポンプ	25.0 x 1.1	31.4	2	260	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	5.5	4.00
1+0	キャンドポンプ	7.5 x 1.1	37.4	2	310	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.33
1+0	キャンドポンプ	7.5 x 1.1	37.4	2	310	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.33
1+0	キャンドポンプ	7.5 x 1.1	37.4	2	310	40	812	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.33
1+0	キャンドポンプ	13.1 x 1.1	38.8	4	340	40	854	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	5.5	3.37
1+0	キャンドポンプ	9.4 x 1.1	26.1	4	230	40	854	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.11
1+0	キャンドポンプ	9.4 x 1.1	29.7	4	261	40	854	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	1.89
 1+0	キャンドボンプ	9.4 x 1.1	29.7	4	261	40	854	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	1.89
1+0	キャンドボンプ	9.4 x 1.1	29.7	4	261	40	854	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	1.89
1+0	キャンドポンプ	13.1 x 1.1	114.4	4	980	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	15.0	9.78
1+0	キャンドボンブ	9.4 x 1.1	103.9	4	890	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	7.44
1+0	キャンドボンプ	9.4 x 1.1	103.9	4	890	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	7.44
 1+0	キャンドボンプ	9.4 x 1.1	103.9	4	890	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	7.44
 1+0	キャンドポンプ	9.4 x 1.1	103.9	4	890	40	842	1	Casing : SUS304 Internal : SUS304	11.0	7.44
 2	キャンドボンブ	8.5 x 1.1	49.4	1	320	10	637	0.472	Casing : SUS304 Internal : SUS304	3.7	2.56

表 3-58 (機器リスト CLASS "P" ポンプ類2)

表 3-59 (機器リスト CLASS "T" 槽類2)

5	プロジェクト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ設置	ŧ			<u> ++ -</u>	ы.	Len			作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ過・乾燥工程		1.MP	休式3	ミロユ・	-90	ア殿			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3003		4	豊器リ	スト CI	ASS "T"	槽類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	・容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	T-1021 (1)	洗浄液タンク(1)	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	6,200	7,400	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-1021(2)	洗浄液タンク(2)	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	5,400	6,500	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危陵物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-1021(3)	洗浄液タンク(3)	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	2,200	2,250	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-1021(4)	洗浄液タンク(4)	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	2,200	2,250	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	T-1021(5)	洗浄液タンク(5)	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	2,200	2,250	SUS 316	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000
	X-1041- T1A/B	回収溶剤タンクA/B	1	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head: 10% dish	700	800	SUS 304	40	0	120	Full Liquid		NO	危険物 特殊引火物	ρ=1.000

7	ロジェクト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ	設計		±+~	シ∔ ¬	<i></i>	一品几			作成	KS	日付		
	装置名称	洗浄・ろ過・乾燥工程			不以云	<u>гт - т —</u>	505	厌又			照査	KS	日付		
	ジョブ番号	D-3003		機器	リスト	CLASS	"V" ł	計拌槽	類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	(·容量 T-T長さ (mm)	材質	運車 温度 (℃)	転条件 圧力 (kPaG)	設 温度 (°C)	計条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	V-1021 A/B/C(1)	选净槽 A/B/C (1)	3	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	1,800	2,250	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1021 A/B/C(2)	洗浄槽 A/B/C (2)	3	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	1,600	2,000	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ = 1,000kg/m3
	V-1021 A/B/C(3)	洗净槽 A/B/C (3)	3	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	1,600	2,000	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1021 A/B/C(4)	洗浄槽 A/B/C (4)	3	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	1,600	2,000	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1021 A/B/C(5)	洗净槽 A/B/C (5)	3	V-Cylindrical Top head: Flat, Bottom head 10% dish	1,600	2,000	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	with 4 Baffles (SUS304)	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1022(1)	ろ遺機供給檜(1)	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	1,500	1,820	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ = 1,000kg/m3
	V-1022(2)	ろ過機供給槽(2)	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	1,300	1,600	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ = 1,000kg/m3
	V-1022(3)	ろ通機供給檜(3)	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	1,300	1,600	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1022(4)	ろ過機供給槽(4)	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	1,300	1,600	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ= 1,000kg/m3
	V-1022(5)	ろ過機供給檜(5)	1	V-Cylindrical Head: 10% dish	1,300	1,600	SUS316	40	FULL LIQUID	120	FULL LIQUID	without Baffle	NO		ρ= 1,000kg/m3

表 3-60 (機器リスト CLASS "V" 撹拌槽類2)

表 3-61 (機器リスト CLASS "RV" 特殊機器類(ロータリーバルブ)1)

ジェク	小名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ	R#	A	바스비		<u>الم</u>	Len		作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程			(云石		-905	ア版		照査	KS	日付		
ゴ番	号	D-3003		機器リスト CLA	SS "RV	/"特	殊機器類	ロータリー	-バルブ)	承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイ	x	材質	 供給量 (m3/h)	<u>温度</u> (℃)	設計 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	駆動 モーター定格 (kW)	^{養動力} 軸動力(kW)	備考
	RV-1041 A/B/C	乾燥機ロータリーパルブA/B/C	3	槙野産業株式会社製 同等品	GRL320	0-300		4	60			0.45		
	_										20			
	GRL	(粒体・樹脂ペレット向け 低圧用)							<u>_</u>	-				
	特徴 む状の 最大差目 	â送物やプラスチックペレット等の定量供給に最適です E20kPaまでの環境で使用できます			1						\mathcal{Q}			
	 幅広いた 軸封部に モーター また、メ 	±様のモーターを選定する事が可能です にはダブルリップシールを採用 直転式を採用して低価格を実現しました ンテナンスも容易です	1							- 8	+ 0			
	• 20;	スドエンドローター(シュラウド型)				GRL	1 (2016)	100						
	• 取扱口	1径: 100A~300A				GRL10	25 H Liter 0-100 0.	構 フランジサ・ /rev mm 0 93 108	(ズ eD 板算重量 nch) kg (4) 32	8 mm 239	C mm 142	200 200		
H	- 1055	ANSI 150b DIN PN10	г.	オブション		GRL15	0-150 3.	35 162	(6) 49	272	181	270		
	 使用活 材 	1度: ~80℃ 質: ケーシング SCS13/CF8-AC		 パワ研算 その他、ご希望の日頃をご連歩なさまい。 		GRL20	0-200 7.	45 212	(8) 69	293	202	340		
		0-9- SUS304	_			GRL32	0-300 27	.56 315 (12) 143	372	262	500	1	
\vdash											米日寸はケーシンク	かわらから物雑家での寸法で1	n	

ジェク	ト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアッブ設!	Ħ		: * ~ *	+っ_ど	ட்டைய			作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		17 M	〔1.云↑	17-0	レナ版			重照	KS	日付		
ゴ番	号	D-3003		機器	リスト C	LASS "X"	特殊機器	題		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	t	ナイズ	材質	運転 温度 (°0)	条件 圧力 (kBaC)	設計温度	条件	駆動機 モーター定格 (LVM)	^{贱動力} 軸動力(kW)	備考
	X-1041- M2	乾燥機排出コンペア	1	三和コンベア株式会社製 同等品	ノズルサイ L:3	イズ : 220mm Φ ,500mm	SUS304	40	AMB	80	(KPaG) 190	0.75		
		± ±±± ±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±±	#1 #2	ī										
			ť.		SOP-STB SOP-STB SOP-STB	304(ステンレス ま D1 140-L-G-M2 48.6(60 190-L-G-M2 60.5(76 240-L-G-M2 76.5(89) ケーシング D2 D3 5) [#] 140 165.2 3) [#] 190 216.3 1) [#] 240 267.4	t4、軸 t4です。 P T 120 3.0 160 3.0 200 3.0	駆動部(チェー FR 120 1500~3 160 1500~3 200 1500~3	-ンケース・モータ L 3000(1500~3500 3500(1500~4000 4000(1500~4500	ーベース)、脚は L1 L2)* 200 200)* 225 225 = 250 250	SS400です。 L3 L4 L5 293 170 52 293 170 52 306 173 52	単位(mm) CP S1 350 165.2 425 216.3 450 267.4	
			1¥	.	SCP-STB- SCP-STB- SCP-STB-	290-L-G-M2 89.1(114 325-L-G-M2 114) 375-L-G-M2 114	1.3) [#] 290 318.5 3 325 355.6 3 375 406.4 \$3 N1 Ø	240 4.0 260 4.0 300 5.0	240 2000~1 260 300	4500(2000~5000 2000~5000 2000~5000 H4 H5)* 275 275 305 305 330 330	332 180 52 367 201 52 367 201 52 367 201 52	525 318.5 530 355.6 530 406.4	
			¢		SCP-STB SCP-STB SCP-STB SCP-STB SCP-STB SCP-STB	140-L-G-M2 230 190-L-G-M2 280 240-L-G-M2 345 290-L-G-M2 390 325-L-G-M2 435 375-L-G-M2 495	265 8 1 320 8 2 385 12 2 430 12 2 480 12 2 540 16 2	9 182.6 3 208.2 3 233.7 3 259.3 5 277.8 5 303.2	182.6 208.2 233.7 259.3 277.8 303.2	232.7 215 258.6 230 283.7 215 309.3 200 327.8 205 353.2 185	190 240 240 290 260 310 270 320 300 350 270 320	5097/1 5097/1 5097/510 5107/1 511 511	5107/5117 5107/5117 7/5117/5127 5117/5127 7/5127 7/5127	
		82. 82. 81.	L n N	J. Jane	980L * 1 34L D*		639-140-1223	·789.						

表 3-62 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類1)

パラミロン合成プロセス全体スケールアップ設計 作成 KS 日付 株式会社ユーグレナ殿 洗浄・ろ過・乾燥工程 照査 KS 日付 M 承認 FI 設計条件 日付 2021/11/30 駆動機動力 D-3003 CLASS "X" 機器リスト 特殊機器類 運転条件 -

表 3-63 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類2)

ジェクト名

置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		小 休っ	休工云和 機器Jスト CLA		ケ敗			照査	KS	日付		
ブ番	뮹	D-3003		後 満発し		SS "Y" #	防爆器	a a		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
				186 187 7			17/11/06/11/17	R (77.6)	:冬川	104	18.14	E0 264	202111100	
ahtt	按關係品	接服女教	84-8	71 - *			1197	22年		10.00			双羽ノノ」	10-10-
GC 83	121611-1-2	100 mit -12 mit	90X.ML	22.14	1	ナイス	171 👧	(°C)	(kPaG)	(°C)	(kPaG)	(kW)	#E 50 / J (K V V)	1111.75
								(0)	(11 40)	(0)	(11 40)	(((1))		
	X-1041- F1(1)	パッグフィルター(1)	1	ホソカワミクロン パルスジェットコレクタHP型 同等品	HI 1,380 mmDI	P37−4 A x 3,310 mmH	CASING : SUS304	42	26.7	90	FV & 800	-		
	X-1041- F1(2)	パッグフィルター(2)	1	ホソカワミクロン パルスジェットコレクタHP型 同等品	HI 1,380 mmDI	P37-4 A x 3,310 mmH	CASING : SUS304	42	26.7	90	FV & 800	-		
	X-1041- F1(3)	パッグフィルター(3)	1	ホソカワミクロン パルスジェットコレクタHP型 同等品	HI 1,380 mmDI	P37-4 A x 3,310 mmH	CASING : SUS304	42	26.7	90	FV & 800	-		
						-					1	1		
						標準仕様								
		-				う布扱さ4フィート	100 4.4				22.4			
						ス装正統	(m ²) 1.8	2.7	4.0 7	2 112	37-4 45-4 16.4 20.1	22.7		
		7 to to test				フィルタ本数	(.) 4	6	9 1	6 25	37 45	51		
			and and	i la		電磁升值数	() 2	2	3 4	5	7 7	9		
		ALLE BAR	14			標準必要空気量	(NL/min) 50	50	80 1	00 130	180 180	230		
		all and a second	and the	The second		初中前任政 SS	(kPa) F.V	~ 1MPa	820 1	1280	1280 1540	1780		
		Concernence of	TTO			H H	(mm) 240	0 2630	2750 2	950 3200	3310 3550	3740		
			0	S d S		HI	(mm) 450	650	750 9	00 1100	1200 1400	1550		
		- the March 19	CO. CO.			H2	(mm) 1956	0 1980	2000 2	050 2100	2110 2150	2190		
			1111			模构实验	(kg) 400	700	800 1	100 1900	2100 3000	4100		
			1			スな長さらフィート			-					
			1	1		型式	HP. 4.6	6-6	9.6	6-6 25-6	37-6 45-6	51-6		
						ろ温雨積	(m ²) 2.7	4.0	6.0 1	0.7 16.8	24.8 30.2	34.0		
\vdash				2 I		フィルタ本数	() 4	6	9 1	6 25	37 45	51		
						電磁升偏数	(-) 2	2	3 4	5	7 7	9		
						標準必要空気量	(NL/min) 50	50	80 1	00 130	180 180	230		
		-				#7年前任成 SS	(kPa) F.V.	~ 1MPa	820	1280	1280 1580	1780		
		庄空 :				H	(mm) 310	0 3330	3450 3	550 3900	4010 4250	4440		
		50NL/min × 60min/h=3000NL/	'n			HI	(mm) 450	650	750 9	00 1100	1200 1400	1550		
		逆洗糖度:90secなので40回/h				H2	(mm) 2650	0 2680	2700 2	750 2800	2810 2850	2890		
		3000NL/h+40回/h=75NL/90s	ec			REPORTED	(kg) 400	800	1000 1	300 2200	2500 3500	4700		
\vdash		→平均值50NL/min				 注) 標準必要空気量に関し 	て (1) ヘッダー内初	附王は 0.6MPa,(2))各バルブ作動は(0秒/サイクル				
							1	1	1	1	I	1		
								1	1	1	1			

7 1	7卜名	バラミロン合成プロセス全体スケールアッブ設!	H	- +*	キムキューグ	்ட – டி			作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		AM 17	「丸云社エーク	レノ取			照査	ĸs	日付		
ブ	号	D-3003		機器	リスト CLASS "X"	特殊機器	顀		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
							運転	条件	設計	条件	駆動が	麦動力	
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ	材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	モーター定格 (kW)	軸動力(kW)	備考
	X-1021- M2A/B/C (1)	第一スクリューコンペアA/B/C (1)	1	三和コンベア株式会社製 同等品	ノズルサイズ:220mmΦ L:3,500mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M2A/B/C (2)	第一スクリューコンペアA/B/C (2)	1	三和コンベア株式会社製 同等品	ノズルサイズ:220mmΦ L:3,500mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M2A/B/C (3)	第一スクリューコンペアA/B/C (3)	1	三和コンベア株式会社製 同等品	ノズルサイズ:220mmΦ L:3,500mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M2A/B/C (4)	第一スクリューコンペアA/B/C (4)		三和コンベア株式会社製 同等品	ノズルサイズ:220mmΦ L:3,500mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M2A/B/C (5)	第一スクリューコンペアA/B/C (5)		三和コンペア株式会社製 同等品	ノズルサイズ:220mmΦ L:3,500mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
6	0 0		1		■SUS304(ステンレス 型式 D1	、) ケーシング D2 D3	「t4、釉 t4です	- 駆動部(チェ- FR	-ンケース・モータ L	レイース)、脚は	L3 L4 L5	単位(mm) CP S1	
	-		N1-MIL		SCP-STB-140-L-G-M2 48.6(6) SCP-STB-190-L-G-M2 60.5/10 SCP-STB-240-L-G-M2 76.5(8) SCP-STB-290-L-G-M2 89.1(1) SCP-STB-25-L-G-M2 114 SCP-STB-25-L-G-M2 114	(5) [#] 140 1652 (3) [#] 190 2163 (1) [#] 240 267.4 (4,3) [#] 290 318.5 3 325 355.6 3 375 406.4	120 3.0 160 3.0 200 3.0 240 4.0 260 4.0 300 5.0	120 1500~ 160 1500~ 200 1500~ 240 2000~ 260 300	1000(1500~3500 1500(1500~4000 4500(2000~5000 2000~5000 2000~5000	() [#] 200 200) [#] 225 225 0 [™] 250 250 275 275 305 305 330 330	293 170 52 293 170 52 306 173 52 332 180 52 367 201 52 367 201 52	350 165.2 425 216.3 450 267.4 525 318.5 530 355.6 530 406.4	
Ē			b		型式 S2 SCP-STB-140-L-G-M2 230 SCP-STB-190-L-G-M2 280	S3 N1 ¢ 265 8 1 320 8 2	6 d1 H1 19 182.6 23 208.2	H2 182.6 208.2	H4 H5 232.7 215 258.6 230	W1 W2 190 240 240 290	取付可能+ 5097/ 5097/	-9-枠番(住友) 5107/5117 5107/5117	
				*	SCP-STB-290-L-G-M2 390 SCP-STB-325-L-G-M2 435 SCP-STB-375-L-G-M2 495 ※L中法がカッコ内の場合。D1寸法	430 12 2 480 12 2 540 16 2 もカッコ内の寸法とな	259.3 259.3 277.8 25 303.2 29ます	259.3 259.3 277.8 303.2	309.3 200 327.8 205 353.2 185	270 320 300 350 270 320	5107/ 511 511	5117/5127 7/5127 7/5127	
	-	\bigcirc	<u>朱襴A~</u>										
		100 - 100 -	2-#14										

表 3-64 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類3)

表 3-65 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類4)

ジェク	小名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ設計		▲ ±±	ギムサコ _ ビー	一日几			作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		AM TA	丸云社ユーリレノ	展又		Γ	照査	KS	日付		
ブ番	号	D-3003		機器リ	Jスト CLASS "X" 特殊	機器類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ	材質	運転条 温度 (°C) (件 圧力 kPaG)	設計 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	駆動機 モーター定格 (kW)	助力 軸動力(kW)	備考
_	X-1021- M4(1)	脱水ケーキ排出ダブルパルブユニット	1	日阪製作所 粉体用メタルタッ チニ方ボール弁 同等品	ホッパ:470mmlD x 910 mmL x 2	SUS304	40	600	80	800	バルブ1 : 0.4 x 2 バルブ2 : 0.2		
	X-1021- M4(2)	脱水ケーキ排出ダブルパルブユニット	1	日阪製作所 粉体用メタル タッチニ方ボール弁 同等品	ホッパ : 470mmlD x 910 mmL x 2	SUS304	40	600	80	800	バルブ1:0.4 x 2 バルブ2:0.2		
	X-1021- M4(3)	脱水ケーキ排出ダブルパルブユニット	1	日阪製作所 粉体用メタル タッチニ方ボール弁 同等品	ホッパ:470mmlD x 910 mmL x 2	SUS304	40	600	80	800	バルブ1:0.4 x 2 バルブ2:0.2		
	X-1021- M4(4)	脱水ケーキ排出ダブルパルブユニット	1	日阪製作所 粉体用メタル タッチニ方ボール弁 同等品	ホッパ:470mmID x 910 mmL x 2	SUS304	40	600	80	800	バルブ1:0.4 x 2 バルブ2:0.2		
	X-1021- M4(5)	脱水ケーキ排出ダブルパルブユニット	1	日飯製作所 粉体用メタル タッチニ方ボール弁 同等品	ホッパ: 470mmID x 910 mmL x 2	SUS304	40	600	80	800	バルブ1:0.4 x 2 バルブ2:0.2		
									3000			パルブ	
	- ++++		a.11										

21	7卜名	バラミロン合成プロセス全体スケールアップ	別		+++-+~	>++ - H				作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		J.M	休式工	オエエーク	レノ版			照査	KS	日付		
ョブ者	号	D-3003			機器リスト	CLASS "X"	特殊機器類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
								運転	条件	設計	条件	駆動	制機動力	
SX 87	機器番号	機器名称	数量	型式		サイズ	材質	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	モーター定 格(kW)	軸動力(kW)	備考
	X-1021- M1(1)	ディストリピュータ(1)	1	山本機械株式会 社製 同等品	シ 分散数 シュート 排出ノ	ュート径:250Φ 数:3 高さ:850mm 中心間距離:820mm 径:1,300mm ズルサイズ:200mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.4		
	X-1021- M1(2)	ディストリピュータ(2)	1	山本機械株式会 社製 同等品	シ 分散表 シュート 排出ノ	ュート径:250 Φ 抜:3 高さ:850 mm 中心間距離:820 mm 径:1,300 mm ズルサイズ:200mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.4		
	X-1021- M1(3)	ディストリピュータ(3)	1	山本機械株式会 社製 同等品	シ 分散数 シュート 排出ノ	ュート径 : 250 Φ 数: 3 高さ: 850 mm 中心間距離 : 820 mm 径 : 1,300 mm ズルサイズ : 200mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.4		
	X-1021- M1(4)	ディストリビュータ(4)	1	山本機械株式会 社製 同等品	シ 分散表 シュート 排出ノ	ュート径:250Φ 数:3 高さ:850mm 中心間距離:820mm 径:1,300mm ズルサイズ:200mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.4		
	X-1021- M1(5)	ディストリピュータ(5)	1	山本機械株式会 社製 同等品	シ 分散機 シュート 排出ノ	ュート径:250 Φ 数:3 高さ:850 mm 中心間距離:820 mm 径:1,300 mm ズルサイズ:200mm	SUS304	40	AMB	80	190	0.4		
		948 - 4-38 4-38 A.m. 4-14 Mil-148 Mil-158 A.78 4-14 Mil-148 Mil-158	4 - 38 365 - 365 365 - 388											
		5 998 3 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9 9	170 - 240											
		and prove and prove and and prove and												

表 3-66 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類5)

表 3-67 (機器リスト CLASS "RV" 特殊機器類(ロータリーバルブ)2)

ジェク	卜名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ	設計	• +++		±	FI	_ R Л		作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		AN TAI	い云す	IТ.	-907	一版文		照査	KS	日付		
ブ番	号	D-3003		機器リスト CLA	SS "R	V" 4	寺殊機器類(ロータリー	パルブ)	承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
								運転	条件	設計	条件	駆動相	慶動力	
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	Ŧ	イズ	材質	供給量 (m3/h)	温度 (°C)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	モーター定格 (kW)	軸動力(kW)	備考
	RV-1002 A/B/C	原料ロータリーパルプA/B/C	3	アイシン産業株式会社製同等品	NRM	4-200	By vendor	5.82	20			0.4		
	<section-header><section-header><section-header></section-header></section-header></section-header>													
	 特長 Food デェーン(取) ロ目転回の資 戦気和の方 戦気和の方 戦気を行 電話ライブ サイズは10 	wer ERT (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1) (1)	RA-000 RA-000 () IMA-200 ()	b) the second	2450 3.7- 2452 3.7- wild the choin many years ng a resin									

17	卜名	ハラミロン合成プロセス全体スケールアップ	211	▲ # + *	~ 2+	ブレ.十回	L		作成	KS	日付		
名	弥	洗浄・ろ過・乾燥工程		A.M TAILS		レノ馬	ζ		照査	KS	日付		
ブ番	号	D-3003		機器リスト	CLASS "X"	特殊機器	類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
	0.00100-0000	100.000		112.122.123		01070	運車	运条件	設設	条件	駆動機	助力	22,000
X #T	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ	材質	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	モーター定格(kW)	軸動力(kW)	備考
	X-1021- F1(1)	ろ遺機(1)	1	加圧ブローバックフィルター LAROX社 同等品	H : 2,830 mm W : 2,685 mm L : 2,695 mm	CASING : SUS304	40	600	90	FV & 800	Hydraulic unit:4.0 Belt drives:6.0		
	X-1021- F1(2)	ろ過機(2)	1	加圧ブローバックフィルター LAROX社 同等品	H : 2,830 mm W : 2,685 mm L : 2,695 mm	CASING : SUS304	40	600	90	FV & 800	Hydraulic unit:4.0 Belt drives:6.0		
	X-1021- F1(3)	ろ過機(3)	1	加圧ブローバックフィルター LAROX社 同等品	H : 2,830 mm W : 2,685 mm L : 2,695 mm	CASING : SUS304	40	600	90	FV & 800	Hydraulic unit:4.0 Belt drives:6.0		
	X-1021- F1(4)	ろ過機(4)	1	加圧ブローバックフィルター LAROX社 同等品	H : 2,830 mm W : 2,685 mm L : 2,695 mm	CASING : SUS304	40	600	90	FV & 800	Hydraulic unit:4.0 Belt drives:6.0		
	X-1021- F1(5)	ろ過機(5)	1	加圧ブローバックフィルター LAROX社 同等品	H : 2,830 mm W : 2,685 mm L : 2,695 mm	CASING : SUS304	40	600	90	FV & 800	Hydraulic unit:4.0 Belt drives:6.0		
Cor	npact Enclos	sed Filters for Extreme Refinery and		19 10		Frame Size		DS 800-4	DS 800-	3	DS 800-12	DS 800-16	
nyc	rometallurg	y Applications				Туре	4/2	4/3 4 8	15 8/6 8/7	8 12/9	12/10 12/11 12/12 16/1	3 16/14 16/15 16	6
The encl	DS800 Series osed for the sa	automatic pressure filters are fully afe handling of hazardous or corrosive			(f	Number of Chamb	ers 2	3 4 5	5 6 7	8 9	10 11 12 13	14 15 14	6
proc	esses that req	uire containment. The Fume Tight design				Effective Filter Surf	face m ² 1.8	2.7 3.6 4	5 5.4 6.3	7.2 8.1	9 9.9 10.8 11.	7 12.6 13.5 14	.4
an c	ption the filter	can be delivered as a gas-tight execution	_	10000 AC		Chamber Depth 25	imm (I) 21	32 42 5	53 63 74	84 95	105 116 126 13	7 147 158 16	18
rb	upgraded for	operation in explosive atmospheres.		Same The	-	Chamber Depth 40	1 mm (I) 33	50 66 8	33 99 116	132 149	165 182 198 21	5 231 248 26	14
ery	effective cake	washing capabilities where required.				Chamber Depth 50) mm (I) 43	64 86 10	07 128 15	171 193	214 235 257 27	3 300 321 34	12
he	filters incorpor	ate a unique double-sided filtration				Filter Plate Size	-			800 :	x 800		-
roc	esses where n	nore filtration area is required and typically			-	Max. Working Pes	sure			16	bar		-11
hins	er filter cakes	are formed. Internal clean-in-place				Longth (mm)	-			26	195	_	
9.01		an oceaning of the months needed.	_			Width (mm)	-			26	185		-11
DS8 nak	00 Series filter ing them ideal	rs use 800 mm all-polypropylene plates for corrosive processes, 25, 40 or 50 mm.			i. —	Machine Height (m	im)	2830	3490	_	4165	5055	
har	nber depths ar	re available. Typical applications include:			1	Concession I	utra d		J.		10	11	-1
Mo	kei leach resid lybdenum refir	ning			0	Madraulic Line O	ung-tit			909	0.000		
Pre	cious metals	tion in CV		A STATE		reportautic unit				r x 4 Depending on ins	stalled cloth drives		-1
0-	tenuc indatieta	NOT IT OA			and the second se	Belt Drives				max 6 kW with	h 16 chambers		
Or													
Or		ŕ				The technical data is subject	the change without it	notice.					

表 3-68 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類6)

表 3-69 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類7)

プロ	ジェクト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ	と計	► +±-	+∽+/	<i>Б</i> Т. – Б	эл.		作成	KS	日付		
装置	名称	洗浄・ろ過・乾燥工程			(云社ユー)	ノレノ県	钗		照査	KS	日付		
ジョフ	ブ番号	D-3003		機器リス	スト CLASS "X'	'特殊機	器類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ	材質	運転 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (℃)	条件 圧力 (kPaG)	駆動 モーター定格 (kW)	^{歲動力} 軸動力(kW)	備考
	X-1021- M3(1)	解砕機(1)	1	アイシン産業株式会社製 同等品	SKC-200type	SUS304	40	АМВ	80	190	0.75		
	X-1021- M3(2)	解砕機(2)	1	アイシン産業株式会社製 同等品	SKC-200type	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M3(3)	解砕機(3)	1	アイシン産業株式会社製 同等品	SKC-200type	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M3(4)	解砕機(4)	1	アイシン産業株式会社製 同等品	SKC-200type	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
	X-1021- M3(5)	解砕機(5)	1	アイシン産業株式会社製 同等品	SKC-200type	SUS304	40	AMB	80	190	0.75		
			1		解砕機(ほぐし機) マ			118	842 : mm				
	-1				Mindel A H L1 Model A H L1 SKC-160 150A 330 211 SKC-200 200A 380 420 SKC-250 250A 440 271	table (SKC/SKS) 1 L2 M , 7 461 365 6 532 450 0 588 490	Approximate weil 120 150 180	Unit of dimensional and a second seco	sion:mm teduceritw				
	B				SKC-300 300A 490 30 SKC-350 350A 650 46 SKC-400 400A 700 40	44 631 490 0 700 510 0 790 545	230 410 560	2.2	~				
		SKC type											
	2.	Man -						м.					
	田桂羽柳	I/Rototing Blade くし前/Comb スクリーン/Sc	reen										

) I (フト名	パラミロン合成プロセス全体スケールアップ書	28H		++ -+	<u>م+</u>		с П. – П. В.	n.		作成	KS	日付		
置名	称	洗浄・ろ過・乾燥工程		A.M	休式	云杠	ユーク	レナ県	Σ.		照査	KS	日付		
ブ雅	号	D-3003			機器リスト	CL	ASS "X"	特殊機	群類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
									運転	条件	設計	条件	駆動枝	動力	
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式		サイズ		材質	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	温度 (°C)	圧力 (kPaG)	モーター定格 (kW)	軸動力(kW)	備考
	X-1041- D1 (1)	乾燥樓(1)	1	ホソカワミクロン製 同等品	水張容量:10, B:5,570 mm mm	000 L 1 12,000 kg	A:3,300 mm C:6,930 概略重量:	SUS304 / JACKET : SUS304	60/ JACKET: 100	180& FV / JACKET : 101	120/ JACKET: 205	180& FV / JACKET : 330&FV	自転:18.5 公転:2.2		
	X-1041- D1 (2)	乾燥樓(2)	1	ホソカワミクロン製 同等品	水張容量:10, B:5,570 mm mm	12,000 L	A:3,300 mm C:6,930 概略重量:	SUS304 / JACKET : SUS304	60/ JACKET: 100	180& FV / JACKET : 101	120/ JACKET: 205	180& FV / JACKET : 330&FV	自転:18.5 公転:2.2		
	X-1041- D1 (3)	乾燥樓(3)	1	ホソカワミクロン製 同等品	水張容量:10, B:5,570 mm mm	000 L 1 <u>12,000 kg</u>	A:3,300 mm C:6,930 概略重量:	SUS304 / JACKET : SUS304	60/ JACKET: 100	180& FV / JACKET : 101	120/ JACKET: 205	180& FV / JACKET : 330&FV	自転:18.5 公転:2.2		
		, ,													
			Т												
		T													
			с												
		B/													
			-												

表 3-70 (機器リスト CLASS "X" 特殊機器類8)

表 3-71 (機器リスト CLASS "C" 塔類)

プ	ロジェクト名	バラミロン合成ブロセス全体スケールアッコ	設計		性子会が	+	<i>ド</i> ロ	ᄂᇞ			作成	KS	日付		
1	装置名称	廃液回収蒸留工程			休式云1	<u>тт</u> –	-903	「展文			照査		日付		
~~	ジョブ番号	D-3003			機 器 リ ス	F CLA	SS "C"	塔 類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	1レイ段数& 充填量高さ	サ 内径 (mm)	イズ T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (°C)	≹件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (℃)	₩ 全件 上力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
	C-1101	メタノール回収塔	1	Packed Column	6,000 x 2 Structured Packing	2,800	15,800	SUS329	67 / 115	10.50	125	195 & FV	Hot	危険物	
	C-1102	抽出塔	1	Packed Column	4,000 x 2 / 4,500 Structured Packing	6,100	17,100	SUS316L	67 / 184	10.50	195	195 & FV	Hot	第一石油類	
	C-1201	ピリジン回収塔	1	Packed Column	3,000 / 5,000 x 2 Structured Packing	1,400	17,600	SUS316L	55 / 149	-89.50	160	180 & FV	Hot	危険物第一 石油類水溶 性液体	
	C-1202	短續脂肪酸回収塔	1	Packed Column	2,500 x 2 Structured Packing	2,000	8,700	SUS316L	84 / 142	-89.50	155	180 & FV	Hot	危険物第三 石油類	
	C-1203	NMP回収塔	1	Packed Column	2,500 x 2 Structured Packing	2,300	8,700	SUS316L	132 / 164	-89.50	175	180 & FV	Hot	危険物第三 石油類	
	C-1204	ピリジン再回収塔	1	Packed Column	2,500 x 2 Structured Packing	1,400	8,700	SUS329	102 / 117	10.50	130	195 & FV	Hot	危険物第三 石油類	

7	ロジェクト名	バラミロン合成ブロセス全体スケールアッブ部	計		+± -+	· _ + -	ューガロ	,上即			作成	KS	日付		
	装置名称	廃液回収蒸留工程			竹木工	· エイエ-	1-91	ノノ供文			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			機器リ	スト C	LASS "T 8	& D" 相	類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	サイズ 内径 (mm)	・容量 T-T長さ (mm)	材質	運転 温度 (°C)	条件 圧力 (kPaG)	設計 温度 (°C)	·条件 圧力 (kPaG)	付属品	保温	適用法規	備考
	T-1101	メタノール回収塔塔頂受槽	1	V-Cylindrical	1,750	5,250	SUS 329	67	10	80	190 & FV		НОТ	危険物	ρ=0.742
	T-1102	ヘキサンタンク	1	Cone Roof	7,200	11,400	SUS 304	40	Full water	110	Full liquid		No	第一石油類	ρ=0.642
	T-1201	ピリジン回収塔塔頂受槽	1	V-Cylindrical	1,050	3,150	SUS316L	54	-90	65	180 & FV		нот		ρ=0.9334
	T-1202	烜鐼脂肪酸回 収塔塔 頂受槽	1	V-Cylindrical	1,250	3,750	SUS316L	83	-90	95	180 & FV		нот		ρ=0.931
	T-1203	NMP回収塔塔頂受槽	1	V-Cylindrical	1,400	4,200	SUS316L	131	-90	145	180 & FV		нот	危険物第 三石油類	ρ=0.9335
	T-1204	ビリジン再回収塔塔頂受槽	1	V-Cylindrical	1,000	3,000	SUS 329	98	10	110	180 & FV		НОТ	危険物 第 一石油類 水溶性液体	ρ=0.950
	T-1205	苛性ソーダタンク	1	Cone Roof	5,000	8,900	SUS 304	40	Full Liquid	110	Full liquid		No		ρ=1.108
	T-1206	廃液タンク	1	Cone Roof	2,500	4,100	SUS 304	40	Full Liquid	110	Full liquid		No		ρ=1.500
	D-1101	デカンター	1	V-Cylindrical	5,500	16,500	SUS316L	40	0	60	180 & FV		Operating Stability		ρ=0.991

表 3-72 (機器リスト CLASS "T & D" 槽類)

表 3-73 (機器リスト CLASS "E" 熱交類3)

ブ	ロジェクト名	バラミロン合成プロセス全体スケールアッ	ブ設計		2		± ± ± ± ± ± ± ± ± ± ± ± ± ±	× →+	<i>Б</i> т	ᄂᇛᇝ			作成	KS	日付		
	装置名称	廃液回収蒸留工程		6	W		休式ゴ	╡╋┷╌┷╼	-907	厌又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			◆ ◆					承認	FI	日付	2021/11/30	AFP			
							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
改訂	機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
	E 4404	メタノール回収塔		s	スチーム	VAL	10,245 x	007	19.0	c 000	700	CS	220	1760&FV	Hot	第一種圧力	
	E-1101	リボイラー	'	т	プロセス液+水	V-AEL	1.2	237	331U	6,000	700	SUS329	125	205&FV	Hot	容器	
	E 1102	メタノール回収塔		s	メタノール+HCI		0.375 x 1.3	667	19.0	6 000	1 200	SUS329	80	195&FV	PP		
	E-1102	コンデンサー	l '	т	冷却水	H-AEU	9,375 X 1.2	007	932U	6,000	1,200	SUS329	60	480	No	1	
	E 1102	メタノール回収塔		s	メタノール+HCI	наш	15.0 × 1.1	7	19.0	2 000	200	SUS329	80	180	No		
	E-1103	ベントコンデンサー	l '	т	冷却水	H-AJU	15.9 X 1.1		30U	2,000	300	SUS329	60	480	No		
	E 4404			s	メタノール		200 - 4 4	60	19.0	4.000	500	SUS316L	80	220	PP		
	E-1104	回収メダノール市动器	'	Т	冷却水	H-AEU	300 X 1.1	03	133U	4,000	500	SUS316L	60	480	No		
	E 4405	14.11.199.1.12		s	スチーム		21,436 x	4.070	19.0		0.000	CS	220	1760&FV	Hot	第一種圧力	
	E-1105	描山塔リホイフー	'	т	NMP	V-AEL	1.2	1,970	5,500	6,000	2,000	SUS316L	195	205&FV	Hot	容器	
	E 4408	***		s	ヘキサン		19,479 x	4.020	19.0	c 000	1.000	SUS316L	80	195&FV	PP		
	E-1100	抽出増コンテンサー	'	т	冷却水	H-AEU	1.2	1,030	2,567U	6,000	1,900	SUS316L	60	480	No	1	
	E 4407	44 (1) 49 (0) (1) 20 (A +0 0)		s	ヘキサン		4 000 - 4 4	400	19.0	c 000	4 000	SUS316L	65	195&FV	No		
	E-1107	描口增重口液市却器	'	т	冷却水	H-AEU	1,022 X 1.1	490	685U	6,000	1,000	SUS316L	60	480	No	1	
	E-1109	***	1	S	ヘキサン		100 × 1 1	121	19.0	4 000	700	SUS329	65	180&FV	No		
	Latio	抽出塔ハントコンテンリー	Ι'	т	冷却水	117430	103 X 1.1	131	275U	4,000	700	SUS329	60	480	No		
	E 1201	ビリジン回収塔	1	S	NMP		479 × 1.2	20	19.0	4 000	200/600	SUS316L	160	180&FV	Hot	第一種圧力	
	E-1201	リボイラー	Ľ'	т	スチーム	TI-DRO	470 X 1.2	30	64U	4,000	300/000	SUS316L	220	1760&FV	Hot	容器	
	E-1202	ピリジン回収塔	1	S	ピリジン	HAILI	715 x 1 2	83	19.0	4 000	500	SUS316L	65	180&FV	No		
	2 1202	コンデンサー	Ľ	т	冷却水		110 1 1.2		174U	4,000		SUS316L	60	480	No		
	E-1203	回収ビリジン会却器	1	S	ピリジン	H-AFU	68x11	3	19.0	2 000	200	SUS316L	65	290	No		
	2-1200	Lance 77 27 (raping	Ľ	Т	冷却水		0.0 x 1.1		13 U	2,000	200	SUS316L	60	480	No		
	E-1204	短鎖脂肪酸回収塔	1	S	NMP	H-BKU	1.155 x 1.2	83	19.0	4.000	500/800	SUS316L	155	180&FV	Hot	第一種圧力	
		リボイラー	Ľ	Т	スチーム		.,		174U	.,		SUS316L	220	1760&FV	Hot	容器	
	E-1205	短鎖脂肪酸回収塔	1	S	短鎖脂肪酸	H-A.IU	1 195 x 1 2	56	19.0	4.000	500	SUS316L	95	180&FV	PP		
	2 1200	コンデンサー	Ľ	т	冷却水		1,100 A 112		118U	-,		SUS316L	60	480	No		
	E-1206	回收短端脂肪酸冷却器	1	S	短鎖脂肪酸	ヘアービン	28x11	0.67	19.0	2 000	外管径 40	SUS316L	95	245	PP		
	2 1200	THE OWNER SPECIFIC PROPERTY IN AND AND	<u> </u>	Т	冷却水		2.0 A 1.1	0.01	3 hair-pin	2,000		SUS316L	60	480	No		
	E-1207	NMP回収塔	1	S	ピリジン塩酸塩	H-BKU	2.065 x 1.2	222	19.0	5.000	800/1.200	SUS316L	175	180&FV	Hot	第一種圧力	
		リホイラー	Ľ	Т	スチーム				373U	-,		SUS316L	220	1760&FV	Hot	容器	
	E-1208	NMP回収塔	1	S	NMP	H-AJU	2.111 x 1.2	50	19.0	4.000	400	SUS316L	145	180&FV	PP		
		コンテンサー	Ľ	Т	冷却水				105U	.,		SUS316L	60	480	No		
	E-1209	回収NMP冷却器	1	S	NMP	H-AEU	358 x 1.1	54	19.0	4.000	400	SUS316L	145	180	PP		
	2 .200	and the state of the state Bar	Ι'	Т	冷却水		000 1.1		113U	1,000		SUS316L	60	480	No		

	プロジェクト名	バラミロン合成プロセス全体スケールアッ	7'設計				<u>ま</u> まる	> <u>→</u> + ¬ _	_ガレ	上即			作成	KS	日付		
	装置名称	廃液回収蒸留工程		يك	W		イオスマ	⋜ ↑⊥_⊥−	-90.	/ 供又			照査		日付		
Г	ジョブ番号	D-3003				機	暴リス	F CLA	SS "E"	熱交 類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
Г							熱負荷	伝熱		仕様			設計	条件			
改訂	T 機器番号	機器名称	数量		流体名	型式	(kW)	面積 (m ²)	径/本数 (mm/-)	長さ (mm)	シェル径 (mm)	材質	温度 (℃)	圧力 (kPaG)	保温	適用法規	備考
_																	
Г	E 1210	ピリジン再回収塔	4	S	長鎖脂肪酸ナトリウム		2 426 × 1 2	00	19.0	4 000	600/800	SUS316L	125	195&FV	Hot	第一種圧力	
	E-1210	リボイラー	<u>'</u>	Т	スチーム	H-BRU	2,430 X 1.2	02	172U	4,000	500/800	SUS316L	220	1760&FV	Hot	容器	
Г	E-1211	ピリジン再回収塔	1	S	ピリジン+水	HAEL	2 215 × 1 2	79	19.0	4 000	500	SUS316L	115	195&FV	PP		
	CHIZIT	コンデンサー	'	Т	冷却水	THALO	2,210 × 1.2	10	164U	4,000	500	SUS316L	60	480	No		
Γ	E-1212	成法公扣架	1	S	長鎖脂肪酸ナトリウム	N-AEU	99×11	2	19.0	2 000	200	SUS316L	110	305.00	PP		
	CHIZIZ	19870470 AP 104	l '	Т	冷却水	H-AEU	3.5 X 1.1	2	90	2,000	200	SUS316L	60	480	No		

表 3-74 (機器リスト CLASS "E" 熱交類4)

熱交換器形式 ______



表 3-75 (機器リスト CLASS "P" ポンプ類3)

_				- · ·			•	-			• •					
- 7	プロジェクト名	バラミロン合成ブロセス全体スケールアッブ設計			+	生 +	2+ ¬	ガレキ	品で			作成	KS	日付		
	装置名称	廃液回収蒸留工程			1	不 八 云	τ⊥	101	卅又			照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003			機署	リスト	CLASS	"P" ポ	ンプ 類			承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
改訂	機器番号	機器名称	数量	型式	仕: 設計容量 (m3/h)	様 揚程 (m)	圧 吸込 (kPaG)	力 吐出 (kPaG)	運転温度 温度 (°C)	密度 (kg/m3)	粘度 (cP)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
	P-1101	メタノール回収塔供給ポンプ	1+0	キャンドポンプ	36.60	29.0	0	260	40	909.1	0.563	Casing : SUS329 Internal : SUS329	7.5	5.3	防爆仕様	
	P-1102	メタノール回収塔塔底ポンプ	1+0	キャンドポンプ	12.5 x 1.1	60.7	20	585	115	942.4	0.325	Casing : SUS329 Internal : SUS329	7.5	5.6	防爆仕様	
	P-1103	メタノール回収塔塔頂ポンプ	1+0	キャンドポンプ	41.9 x 1.1	32.1	10	245	67	742	0.333	Casing : SUS329 Internal : SUS329	7.5	5.3	防爆仕様	
	P-1104	抽出塔塔底ポンプ	1+0	キャンドポンプ	11.1 x 1.1	61.1	20.0	555	184	886.7	0.318	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	7.5	4.9	防爆仕様	
	P-1105	デカンター上層液ポンプ	1+0	キャンドポンプ	245.5 x 1.1	32.7	3.0	210	40	642	0.26	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	30.0	21.0	防爆仕様	
	P-1106	デカンター下層液ポンプ	1+0	キャンドポンプ	5.7 x 1.1	43.4	5.0	430	40	991	0.68	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	11.0	4.7	防爆仕様	
	P-1107	エントレナー補給ポンプ	1+0	キャンドポンプ	6.20	33.1	0.0	210	40	642	0.26	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	2.2	1.3	防爆仕様	
	P-1201	ピリジン回収塔塔鹿ポンプ	1+0	キャンドポンプ	8.9 x 1.1	37.6	-75.0	295	149	996	0.443	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	3.7	3.0	防爆仕様	
	P-1202	ビリジン回収塔塔頂ボンプ	1+0	キャンドポンプ	5.6 x 1.1	47.6	-90.0	355	54	947.9	0.615	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	11.0	7.6	防爆仕様	
	P-1203	短鎖脂肪酸回収塔塔底ボンプ	1+0	キャンドポンプ	8.7 x 1.1	35.7	-85.0	265	142	992	0.44	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	3.7	2.9	防爆仕様	
	P-1204	短鎖脂肪酸回収塔塔頂ボンプ	1+0	キャンドポンプ	11 x 1.1	49.5	-90.0	365	83	931	0.531	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	5.5	4.1	防爆仕様	
	P-1205	NMP回収塔塔塞ポンプ	1+0	キャンドポンプ	5.3 x 1.1	62.7	-85.0	400	164	784.1	0.826	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	5.5	3.30	防爆仕様	
	P-1206	NMP回収塔塔頂ボンプ	1+0	キャンドポンプ	16.5 x 1.1	36.4	-90.0	245	131	933.5	0.486	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	5.5	3.9	防爆仕様	
	P-1207	ビリジン再回収増増慮ポンプ	1+0	ダイアフラム	0.3 x 1.1	8.6	15.0	140	117	1466.8	0.177	Casing : SUS329 Internal : SUS329	0.2	0.18	防爆仕様	インバータによる流量制御
	P-1208	ピリジン再回収塔塔頂ボンプ	1+0	キャンドポンプ	4.2 x 1.1	37.7	2.0	355	98	949.7	0.29	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	3.7	2.40	防爆仕様	
	P-1209	苛性ソーダポンプ	1+0	キャンドポンプ	2.9 x 1.1	16.7	2.0	185	40	1108	1.4	Casing : SUS316L Internal : SUS316L	3.7	2.70	防爆仕様	
	注:															

	プロジェクト名	バラミロン合成ブロセス全体スケールアッフ	"設計		╆╪╱	· ++	- ガレ	ᄂᇛᄮ		作成	KS	日付		
	装置名称	廃液回収蒸留工程			怀式云	< <u>↑</u> ⊥	-90.	/ 厌又		照査		日付		
	ジョブ番号	D-3003		機器リス	KH CLA	SS "SM"	スタティ	ックミキサー	─類	承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
	T +44,89,325,0	+# BB 47 14-	**	3 4 - *		ata ata	運転仕様	## #A FT	墨林海南	設計	条件	++ 50	100 EE /- +8	/# #
LCX 8	1 饭岙留亏	19月1日10	蚁里	포치	(kg/h)	(kg/m3)	na BE (CP)	(kPaG)	(°C)	(kPaG)	28. (℃)	利貝	迴用法規	调巧
	SM-201	スタティックミキサー	1	スタティックミキ サー(2エレメント)	3,230 1,173	1,108 1,466.8	1.4 0.177	185	40 117	230	58	SUS329		SIZE= 2B
Γ														

表 3-76 (機器リスト CLASS "SM" スタティックミキサー類)

表 3-77 (機器リスト CLASS "VP" 真空ポンプ類)

٢	ブ	ロジェクト名	バラミロン合成ブロセス全体スケールアッフ	設計		+ <u>+</u> +-+∠	× →+ ¬ _		⊢⊡∿		作成	KS	日付		
		装置名称	廃液回収蒸留工程			你式工	≂↑⊥_⊥-	-9ν .)展文		照査		日付		
Ľ		ジョブ番号	D-3003		機	器リスト	CLASS "	VP" 真空	ミポンプ類		承認	FI	日付	2021/11/30	AFP
ą	汝訂	機器番号	機器名称	数量	型式	設計流量 (L/min suct P,T)	分子量 (-)	運転仕様 吸込圧 (kPaA)	吐出圧 (kPaA)	吸入温度 (℃)	材質	モーター 定格 (kW)	BHP (kW)	適用法規	備考
		VP-201	真空ポンプ	1+0	ドライ真空ポンプ	1,296.0	29.00	5	106.30	84.6	by Vender	2.2 + 3.7		防爆仕様	メカニカルブースタ付き真 空ポンプ TAM0551相当 CW: 15L/min
ſ															

3.3.6. 実証プラントの配置計画

実証プラントの概略全体配置計画を図 3-78 に示す。実証プラントの配置に必要な面積は 17,850 m² (170 × 105 m)である(駐車場は除く)。建屋は合成設備、ろ過・乾燥設備、ユーティリ ティ設備、倉庫・資材、電気室制御室および分析所事務所の5建屋で計画した。各工程は原則 プロセスフローの流れに従って配置した。合成設備は北西側に、ろ過・乾燥設備は北東側、廃液 回収蒸留設備は南東側、屋外タンク貯蔵所はプラントの中心部に配置した。その外側の北西側 にユーティリティ設備、南西側に冷却水排水および消火のピットを配した。同様に外側の北東 側に倉庫・資材建屋、南東側に電気室制御室と分析所事務所の建屋を配し全体を矩形の配置 とした。中央東西方向に主パイプラックを設置し、西側で酸クロ剤の供給を配管で供給される ものとした。酸クロ工程はプラントの西側に設置されていると想定している。

設備の全周に6m巾の舗装道路を設け、原料と製品の入出荷に使う。プラント外周には緑地帯を設け、フェンスを設置した。

3.3.7. 実証プラントの建設費概算

図 3-52 に実証プラントの概略全体配置計画を、表 3-78 にシミュレーションにより算出され た実証プラントの建設費用概算を示す。実証プラントの建設費概算は、215.38 ~ 231.94 億円と 見積もられる。



図 3-52 パイロットプラントの概略全体配置計画

		合成	設備	廃液回り	X蒸留設備	ユーティリ	リティ設備	全体	設備
	項目	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)	設備項目	金額 (千円)
		撹拌槽	1,378,500	塔	813,380	用水·純水設備	148,000	受変電設備	120,000
		槽	346,943	槽	202,281	蒸気設備	164,000	-	-
		ポンプ	19,944	ポンプ	11,094	冷却水設備	234,000	-	-
	設備實	熱交換器	61,400	熱交換器	424,785	計装空気設備	23,000	-	-
		圧縮機・ 真空ポンプ	130,000	真空ポンプ	4,050	消火設備	90,000	-	-
直接		特殊機器類	1,044,050	スタティック ミキサー	338	排水設備	72,000	-	-
л Т Т	設備費合計		約2,981,000		約1,456,000	約731	,000	約120	,000
	現場工事費		約4,472,000		約2,184,000		約1,2	77,000	
	建屋費		約430,000		-		約35	2,000	
	防油堤費		約40,000		-			-	
	パイプラック・ スリーパー費		-		-		約18	6,000	
	舗装・フェンス・側溝、 外灯など		-		-		約17	7,000	
	直接工事費合計		約7,923,000		約3,640,000		約2,84	3,000	
								直接工事費 総合計	約14,406,000
								間接工事費	約2,161,000
								工事費合計	約16,567,000

表 3-78 シミュレーションにより算出された実証プラントの建設費用概算

3.4. 商業プラントの建設費概算とフィジビリティスタディー

商業化した際の経済性を把握するため、これまでで設計を行った実証プラントの建設費に加 えて、投入する資材、運転費用の概算を係数倍し、商業プラントのフィジビリスタディ(FS)を実施した。

約4,971,000~

6,627,000 約21,538,000~

23.194.000

間接費

建設費合計

3.4.1. 実証プラント建設費概算からの商業プラント建設費推定

設計を行ったパイロットプラント、実証プラントの設備費用と推定される商業プラントの設備 費用、運転費用を表 3-79 に示す。設備費用は、実証プラント(1 万 t/年)から商業プラント(20 万 t/年)へのスケールアップ時のコスト試算について、0.6 乗則を採用している。0.6 乗則とは、 化学工業プラントのコスト概算等において経験的に用いられている方法であり、処理能力が2 倍のプラントを考える場合、処理能力に応じてコストも2倍となるのではなく、スケールメリッ ト等によりおおよそ2倍を0.6 乗(2^{0.6})した 1.52倍となるという考え方である。実際の計算上は、 設備費用に余裕を持たせるため、0.65 乗を採用している。また、運転費用に関しては、実証プ ラントから概算される費用に対して、人件費は 2 倍、試薬とユーティリティの単価はスケールメ リットを鑑み 0.95 倍としている。

これらの試算より、多糖類系バイオマスプラスチックの誘導体化を行う商業プラントの設備 費は約 1,695.0 億円、運転費用は約 1,235.7 億円と見積もられる。

プラ	ント規模	パイロット スケール (501kg/2days/batch)	実証スケール (1万t/y)	商業スケール (20万t/y) *実証スケールの係数倍
設備	費用合計	24.1億	231.9億	1,695.0億
_	合成設備	13.4億	23.6億	894.2億
内訳	蒸留回収設備	5.9億	58.6億	410.8億
D/ \	ユーティリティ	4.7億	32.7億	229.0億
運転	运費用概算合計		85.8億	1235.7億
	人件費		23.2億	46.4億
内訳	試薬		37.3億	708.6億
D/ \	ユーティリティ		25.3億	480.7億

表 3-79 実証プラント建設費概算

3.4.2. 商業プラントでのフィジビリティスタディー

前項までで行った試算を基に、商業プラントの経済性に関して FS を行った。

本事業にて実施したプラントは、多糖類系バイオマスを誘導体化するプロセスを行うもので あるため、先に市場流通量から現状調達可能性について目星が立っているセルロースに関し て報告する。

原料多糖をセルロース 100%と仮定した場合の概算を表 3-80 に示す。販売単価を 1,000 円 /kgと設定した場合、売上高が 2000 億円/年、原料費が 397 億円/年、OPEX が 1235.7 億円/年 となる。CAPEX は 1695 億円であり、粗利は 367 億円/年となる。これらの値より、IRR(5 年)は 3%と見積もられることから、事業採算性が見込まれる。

	表 3-80	セルロー	-スエステ	ル誘導体生	上産時の商	「業プラン	ント経済	生
--	--------	------	-------	-------	-------	-------	------	---

販売単価1000F	円/kg時の年間収支想定	CAPEXの	回収年数目安
売上高	2000億円/年	CAPEX	▲1695億円
原料費	▲397.0億円/年	粗利	367億円/year
OPEX	▲1235.7億円/年	IRR(5年)	3%

この販売単価は、事業化に向けた価格目標として本実証事業開始時に想定していた浄水カ ートリッジパーツの素材(約 30g)1 個あたり 150 円に対して、30 円と大きく下回り、事業採算 性が見込まれる。

原料多糖をパラミロン 100%と仮定した場合、商業プラントで使用するパラミロンは現時点 での市場流通量を超過することからパラミロンを生産するプラントを併設する必要がある。誘 導体化原料として必要なパラミロンの生産と誘導体化を行う商業プラントを想定した場合の 概算を表 3-81 に示す。パラミロン生産に係るプラントの設備費用は今回の事業の範囲外であ るため、おおよその数字として誘導体化に係るプラントの設備費用と同額とした。販売単価を 1,300 円/kgと設定した場合、売上高が 2600 億円/年、原料費が 660 億円/年、OPEX が 1282 億 円/年となる。CAPEX は 3323 億円であり、粗利は 685 億円/年となる。これらの値より、IRR(7 年)は 9%と見積もられることから、推定値を多く含むも事業採算性が見込まれる。

販売単価1300F	円/kg時の年間収支想定	CAPEX Ø	回収年数目安
売上高	2600億円/年	CAPEX	▲3323億円
原料費	▲660.0億円/年	粗利	658億円/year
OPEX	▲1282億円/年	IRR(7年)	9%

表 3-81 パラミロンエステル誘導体生産時の商業プラント経済性

この販売単価は、事業化に向けた価格目標として本実証事業開始時に想定していた浄水カ ートリッジパーツの素材(約 30g)1 個あたり 150 円に対して、セルロースエステル誘導体と同 様、39 円と大きく下回る。

事業化に向けて残る課題としては、原料費の内、脂肪酸を塩化物させる上で必要となる酸クロ化剤(ホスゲン)が350円/kgと高価であることがあげられる。酸クロ化剤は、生産物である樹脂1kgに対して0.83kg必要になり、これは廃液回収蒸留工程で再利用されない原料として最大の使用量となることから、安価な酸クロ化剤調達が販売価格の低減に向けた重要な課題となる。

実証内容4.多糖類バイオプラスチックのリサイクルシステムの検証

本業務では、電子機器や住宅インテリア製品へ適用可能な多糖類バイオプラスチックのリサ イクル性および製造現場でのリサイクルシステムについて検討することを目的とする。

昨年度、プラスチックの劣化の大きな要因である熱や光劣化について検討し、劣化原因と対 策を明らかにした。熱劣化については、セルロースエステル樹脂を適切な温度で熱加工するこ とが重要であり、特に適切な押出温度で再ペレット化することで、リサイクル率 100%でのリサ イクルが可能となった。光劣化については、光劣化防止剤の添加が効果的であり、セルロース エステル樹脂の光架橋や物性低下を抑制できることが明らかになった。

また、リサイクルシステムの検証では、リサイクル回数と樹脂の各種物性との相関性について 評価し、リサイクル回数と面衝撃強度の相関性が高いことを確認した。そして、リサイクルを判 別するシステムとして、物性の劣化状態を簡易に評価する小型選別機を設計・作製し、実現可 能なプロセスフロー案を決定した。従来樹脂のリサイクルプロセスにバイオプラが混入した際 の影響評価についても実施した。

今年度は、パラミロンエステル誘導体の光劣化性の評価を行い、光劣化対策として光劣化防止剤および酸化防止剤との併用効果について検討した。添加剤を含むセルロースエステル樹脂を用いてリサイクル性を評価し、樹脂のリサイクル率を決定した。そして、セルロースエステル 樹脂を用いて実製品筐体(ホームゲートウェイ機器:HGW)を成形し、選別機として小型面衝撃 試験機での実験を行うことで、この選別機が NECPF 掛川事業所のリサイクルラインでクローズ ドリサイクルプロセスとして使用可能か実証した。

4.1. 多糖類バイオプラスチックの光劣化性の把握と対策検討

本実証事業で対象とする電子機器製品は、長期間の使用が想定されており(本実証事業で は2年間)、筐体材料の光劣化性について把握し対策する必要がある。昨年度はセルロースエ ステル誘導体を対象とし、屋内の窓ガラス越しによる光劣化を想定した環境(キセノンランプ 耐光試験 550 W/m² (300 ~ 800 nm)、ウインドウガラスフィルター、65 ℃)で耐光性試験を行っ た。その結果、光劣化防止剤として HALS(ヒンダードアミン系光安定剤)と UVA(紫外線吸収剤) を添加することで、光架橋やシャルピー衝撃強度の低下が抑制され、光劣化への効果が確認さ れた。

今年度は、パラミロンエステル誘導体を対象とした耐光性試験を実施した。光劣化防止剤として、昨年度に評価した2種のHALS-1,2とUVAを用いた。HAL-1は2級アミン型、HAL-2は3級アミン型である。添加剤の添加量は、セルロースエステル誘導体で効果の高かった量(HALS:少)に合わせた。また、光劣化防止剤と酸化防止剤との併用効果についても確認した。

酸化防止剤については、ヒン ダードフェノール系酸化防止 剤(酸化防止剤-1)とホスファ イト系酸化防止剤(酸化防止 剤-2)を用いた。パラミロンエ ステル誘導体に用いた添加剤 の組み合わせを表 4-1、耐光 性試験の評価結果を表 4-2、 耐光試験前後の成形体の写 真を図 4-1 に示す。

表 4-1 パラミロンエステル誘導体の添加剤組み合わせ

パラミロン	光	劣化防.	化防止剤酸化防止剤				
誘導体	HALS -1	HALS -2	UVA	酸化防止剤 -1	酸化防止剤 -2		
Ref							
1	u		arbox				
2		レ	レ				
3	u		レ	レ	\checkmark		
4		レ	レ	レ	$ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ \ $		

パラミロン	シャルピー衝撃強度				
誘導体	0h (kJ/m2)	360h (kJ/m2)	360h後の 物性保持率(%)		
Ref	5.7	0.53	9%		
1	6.9	5.8	84%		
2	5.9	4.6	77%		
3	6.2	6.7	107%		
4	5.6	2.4	43%		

表 4-2 パラミロンエステル誘導体 耐光性試験評価結果



図 4-1 パラミロンエステル誘導体 耐光性試験前後の成形体外観

光劣化防止剤を含まないパラミロンエステル誘導体(表 4-2, Ref)は、光照射によりシャルピー衝撃強度が大きく低下し、クロロホルムに不溶となったことから、セルロースエステル誘導体と同様に、パラミロンエステル誘導体においても光架橋が起こることがわかった。一方、HALSと UVA を添加したパラミロンエステル誘導体においては(表 4-1, Sample 1 and 2)、シャルピー衝撃強度の低下が抑制され、添加剤の光劣化への効果が確認された。そして、HALS-2 よりも HALS-1 の方が若干高い効果が見られた。ただし、Sample 1、2 ともに 360 時間の光照射後はクロロホルムに不溶となったことから、光架橋は起きていることがわかった。

光劣化防止剤と酸化防止剤を併用した系(Sample 3 and 4)は、HALSの種類によって異なる 結果となった。HALS-1 を用いた場合は(Sample 3)、360時間の光照射後もシャルピー衝撃強 度は低下せず、高い耐光性を示した。これは、光劣化防止剤と酸化防止剤の効果が発現し、光 と熱による樹脂の酸化劣化反応が抑制されたためと思われる。一方、HALS-2 を用いた場合 (Sample 4)、酸化防止剤を添加しなかった Sample 2 よりもシャルピー衝撃強度が低下した。 HALS-1 は2級アミンであり HALS-2 は 3 級アミンであることから、HALS-1 を添加した系にお いては樹脂に残存する酸が捕捉されたため劣化が抑制されたが、HALS-2 は酸を捕捉する効 果が弱いため、残留する酸によって酸化防止剤が変質したのかもしれない。また、Sample3, 4 も 360 時間の光照射後はクロロホルムに不溶となったことから、酸化防止剤が添加されていて も光架橋は起きることがわかった。

光劣化防止剤と酸化防止剤の併用により、パラミロンエステル樹脂の耐光性を向上すること ができた。しかし、光架橋を完全に防ぐことはできていないため、今後、より詳細なメカニズム の解明と多糖類エステル誘導体に合った光劣化防止剤をさらに探索する必要があると考える。

4.2. 添加剤を含む多糖類バイオプラスチックのリサイクル性検討

プロジェクト初年度より、セルロースエステル誘導体を対象として、実機(中型機)を用いて複数回熱加 エしたリサイクル品を作成し、それらのリサイクル性 を評価してきた。初年度は、セルロースエステル誘導体をリサイクルすることで、成形体の濃色化、流動性 (MFR)の増加および衝撃強度の低下など、熱劣化が 確認された。昨年度は、リサイクル(再ペレット)時の セルロースエステル誘導体の熱分解を抑制するため 押出温度の最適化を行い、5回リサイクル後の評価 において MFR 増加および分子量低下は多少見られ たものの衝撃強度は低下せず、リサイクル率 100% であっても物性を保持できることがわかった。

今年度は、添加剤(リン系難燃剤、水酸化アルミニ ウム、ガラス繊維)のリサイクルへの影響を確認する ため、添加剤を含むセルロースエステル誘導体のリ サイクル性について評価した。

まず、水酸化アルミニウムとリン系難燃剤を添加し たセルロースエステル誘導体を作成し、中型機でリ サイクル性評価を実施した。中型機での評価条件と しては、1軸押出機を用いてセルロースエステル誘導 体と添加剤の混練およびペレット化を 5 回繰り返し た(図 4-2)。混練時にはバージン材を混合せず、リサ イクル率 100%の条件で実施した。



図 4-2 中型機(1軸押出機)での ペレット化 上段:1 軸混練機、 中段:押し出された樹脂、 下段:樹脂ペレット

昨年度の中型機を用いたセルロースエステル誘導体のリサイクル性実証において、ペレット 化工程での押出温度を 210 ℃ 以下とすることで、リサイクル率 100 %で樹脂物性を保持でき ることがわかった。そこで、今年度も押出温度を 210 ℃ 以下(170 ~ 190 ℃)としてセルロースエ ステル誘導体複合材のペレット化を実施した。リサイクル回数(5回まで)と各物性の評価結果 を表 4-3、図 4-3 に示す。5回リサイクル後の曲げ強度、衝撃強度、分子量の特性保持率はいず れも 90%以上であった。また、側鎖の DS にも変化は見られなかったことから、側鎖の分解は 起きていないことがわかった。以上の結果より、水酸化アルミニウムおよびリン系難燃剤を添 加したセルロースエステル誘導体において、リサイクル率 100%で5回リサイクル可能であるこ とを実証した。

また、ペレットの色については、リサイクル回数を重ねるごとに着色が強くなった(図 4-4)。 添加剤を含んでいなくても同様に着色することから、この着色は添加剤によるものではなく、 多糖類や樹脂にわずかに残留する窒素系不純物(タンパク質、ピリジンなど)がメイラード反応 を起こしている可能性があると考えている。

	リサイクル 回数	0	1	3	5	5回後 特性保持率 (%)
曲げ 強度	MPa	14	14	14	14	100
曲げ 弾性率	GPa	0.58	0.58	0.58	0.53	-
破断 ひずみ	%	>10	>10	>10	>10	-
衝撃 強度	kJ/m2	25.6	25.2	25.6	23.6	92
MFR	g/10min (210℃ 5kgf)	59	69	83	103	-
GPC	Mw*10 ⁵	12.0	11.3	12.1	10.8	90
NMR	短鎖DS 長鎖DS	2.38 0.27	2.34 0.27	2.36 0.27	2.34 0.27	-

表 4-3 セルロースエステル誘導体 中型機を用いたリサイクル性評価



図 4-3 リサイクルと セルロースエステル樹脂の特性保持率



図 4-4 セルロースエステル誘導体 リサイクルペレット外観

次に、ガラス繊維のリサイクル性について評価した。ガラス繊維は樹脂の耐熱性を向上する 効果が期待されるものの、リサイクル工程でガラス繊維の破砕により繊維長が短くなると、耐 熱性が低下する恐れがある。そこで、ガラス繊維を添加したセルロースエステル誘導体のリサ イクル回数と耐熱性について評価した。

小型2軸押出機でガラス繊維および難燃剤を添加したセルロースエステル誘導体を作成し、 ラボ用の小型射出成型機および小型2軸押出機で5回の模擬的なリサイクル試験(200 ℃ 射出 成型⇒切断⇒200 ℃ 再ペレット化)を行った(図 4-5)。リサイクル時にはバージン材を混合せず、 リサイクル率 100%の条件で実施した。



図 4-5 リサイクル性の確認に用いた小型射出成形機(左)、およびラボ用小型2軸押出機(右)

リサイクル回数と耐熱性を含む各物性の評価結果を表 4-4、図 4-6、成形体写真を図 4-7 に 示す。耐熱性(HDT)はリサイクルO回(バージン材)から5回までほぼ変化なく、5回リサイクル後 もガラス繊維による耐熱性向上効果は持続することがわかった。また、曲げ強度に関してもガ ラス繊維の影響を受けるが、これに関しても5回リサイクル後の保持率は 100%であった。熱可 塑性(MFR)はリサイクルにより上昇するが、大きな変化は見られなかった。また、成形体の着 色性については、リサイクル回数を重ねるごとに着色が強くなる傾向であった。着色の様子が 上記の結果(図 4-4)に近いことから、この着色の原因はガラス繊維ではなく、樹脂そのものに 原因があると考えている。

	リサイクル 回数	0	1	3	5	5回後 特性保持率 (%)
曲げ 強度	MPa	42	38	37	44	100
曲げ 弾性率	GPa	2.4	2.5	2.5	2.7	-
破断 ひずみ	%	3.7	3.8	3.6	3.4	-
MFR	g/10min (210℃ 5kgf)	1.2	1.9	2.6	2.7	-
HDT	°C	71	72	71	70	99

表 4-4 セルロースエステル誘導体 小型機を用いたリサイクル性評価





図 4-6 セルロースエステル誘導体 リサイクルと樹脂の特性保持率

図 4-7 セルロースエステル誘導体 リサイクル成形体外観

以上の結果より、添加剤(水酸化アルミニウム、リン系難燃剤、ガラス繊維)を含むセルロース エステル誘導体のリサイクル性を評価し、これらの添加剤はセルロースエステル誘導体のリサイ クルに影響を及ぼさず、セルロースエステル誘導体はリサイクル率 100%で 5 回リサイクル可能 であることを実証した。

4.3. 実製品でのリサイクルシステム実証

初年度のマテリアルリサイクルシステムの検 証において、本実証事業で活用するモデル製 品として、NECプラットフォームズ株式会社 (NECPF)掛川事業所で製造している家庭用ネ ットワークルータ(ホームゲートウェイ:HGW) 製品(図 4-8)を選定した。本製品はレンタル品 としてお客様へ工場から直送され、レンタル 終了と共に工場へ返送されるインフラが形成 されているため、リサイクルプロセスの実証に 適している。



図 4-8 モデル製品:家庭用ネットワーク ルーター外観(HGW)

そして、この製品における現状のリサイクル プロセスを整理した結果、クローズドリサイクルを実現するためには、選別工程において、リサ イクルの可否を現場で簡単に判別できるシステム作りが必要であることがわかった。そこで昨 年度は、セルロース樹脂リサイクル材の各種物性を評価し、面衝撃エネルギー値がリサイクル性 と相関性が高いことを確認した。そして、劣化度合を簡単に判別するプロセスとして、小型の 面衝撃試験機を設計・作製し、セルロース樹脂の平板を用いて小型面衝撃試験機の有効性を 確認した。

今年度は、開発素材(長鎖付加セルロース樹脂)および小型面衝撃試験機を用いた実製品でのリサイクルプロセスの実証を行った。まず、長鎖付加セルロース樹脂を用いて、NECPFの量産成形機でHGW製品筐体を成形した。次に、小型面衝撃試験機で製品筐体を評価するための
治具について検討した。そして最後に、実際のリサイクル現場で小型面衝撃試験機を用いた模擬的なリサイクルを行い、その有効性を確認した。



図 4-9 小型面衝撃試験機によるクローズドリサイクルのイメージ

4.3.1. 長鎖付加セルロースエステル樹脂を用いた HGW 筐体成形

実製品に使用する成形機(160t 成形機)と金型を用いて、長鎖付加セルロース樹脂の HGW 筐体の試作を行った。長鎖付加セルロース樹脂は、実施内容1に記載した 1000L 反応器での合成品をベースとし、水酸化アルミニウムおよびリン系難燃剤を添加したものを用いた。

長鎖付加セルロース樹脂の成形は、樹脂乾燥温度 50 ℃、樹脂温度 160 ~ 180 ℃、金型温度 50 ℃ で実施した。樹脂の成形温度条件を表 4-5、成形機関連設備の写真を図 4-10、4-11、成 形体の写真を図 4-12 に示す。長鎖付加セルロース樹脂は長鎖成分やリン系難燃剤の可塑化効 果により昨年度のセルロース樹脂(短鎖系)よりも熱可塑性が高いため、低温で成形すること ができた。HGW 筐体は 2 種類の成形体(Cover, Base)を組み合わせたものであり、両方とも成

形を実施した。なお、この成形 試作の際に消費電力量を測定 し LCA 評価に反映させた。詳細 は実証内容5で示す。

表 4-5 樹脂の成形温度条件

		材料名				
設備名		PC樹脂	セルロース樹脂	長鎖付加 セルロース樹脂		
1	材料乾燥炉	120°C	80°C	50°C		
2	成形機 (金型温度)	90°C	70℃	50°C		



図 4-10 成形工程 関連設備 (左:材料乾燥炉、右:金型温調器)

図 4-11 160t成形機 製品筐体成形の様子



図 4-12 長鎖付加セルロース樹脂 HGW 筐体成形体

4.3.2. 小型面衝撃試験機 製品筐体用の治具の検討

昨年度はリサイクル現場での 使用を想定した小型で安価な面 衝撃試験機を設計・作製し、平板 サンプルを用いて高速衝撃試験 機による面衝撃強度と小型面衝 撃試験機の相関性を確認した。 小型面衝撃試験機の模式図を図 4-13 に示す。成形体を装置下の 治具に設置後、ボタンを押すとシ リンダが下降し、成形体に衝撃を 与えることができる。スプリング とストライカにより、成形体に与 える衝撃力を調整する。スプリン グとストライカはボルトを外し、 ストライカを含む下側部品を抜 いて交換する。





図 4-13 小型面衝撃試験機の模式図

今年度は、HGW 筐体を設置するための治具を設計、作成した。設計した治具の模式図を図 4-14、4-15、試作した治具の写真を図 4-16 に示す。装置下に治具を設置できる土台を作り、そ の上に専用治具をはめ込むことができる設計とした。平板用の治具は、穴の開いた金属板で 平板を挟む構造になっている。今回の HGW 筐体用の治具はリサイクル現場での利用を想定し て、筐体の着脱が簡単にできるような設計となっている。筐体の四辺を金属片で囲み、筐体の 両側をオートラッチで固定できるようにした。これらの専用治具は市販品の組み合わせででき ていることから、非常に安価で作成することができる。



図 4-14 治具の模式図(1)



図 4-15 治具の模式図(2)

図 4-16 治具の写真

また、小型衝撃試験機においてもリサイクル現場での使用を考慮し、キャスターを取り付け 可動式にし、安全カバーを取り付ける改良を行った。小型面衝撃試験機の模式図を図 4-17、試 験機の写真を図 4-18 に示す。試験機のサイズは 58 × 50 × 140 cm であり、リサイクル現場に 設置可能な大きさである。





図 4-17 小型面衝撃試験機の改良設計

図 4-18 小型面衝撃試験機の実機(改良後)

4.3.3. 小型面衝撃試験機を用いた実製品でのリサイクルシステム実証

昨年度、小型面衝撃試験機を用いてセルロース樹脂、ポリカーボネート(PC)樹脂およびポリ スチレン(PS)樹脂の面衝撃試験を実施し、高速衝撃試験機で得られたエネルギー値と小型衝撃 試験機で実施した結果に相関性があることを明らかにした。

今年度は、長鎖付加セルロース樹脂の実製品筐体を用いて、小型面衝撃試験機でリサイクル システム実証を行った。なお。小型面衝撃試験機は実際のリサイクル現場(NEC プラットフォー ムズ掛川事業所)に設置して評価した。

まず初めに、長鎖付加セルロース樹脂 (バージン材、5回リサイクル材)の高速面 衝撃試験を実施し、面破壊によるエネルギ ー量を測定した。成形体の写真を図 4-19、 長鎖付加セルロース樹脂(バージン材、5 回リサイクル材)およびセルロース樹脂(短 鎖系)、PS樹脂の高速面衝撃試験の結果を 表 4-6 に示す。長鎖付加セルロース樹脂の パンクチャー点エネルギー量は5回リサイ クルにより低下するものの、セルロース樹 脂の5回リサイクル品よりも高い値を示し た。



図 4-19 高速面衝撃試験サンプル (長鎖付加セルロース樹脂 70 ×70 × 2 mmt)

使用樹脂	種類	最大衝撃力 (kN)	パンクチャー 点変位(㎜)	パンクチャー点 エネルギー(J)			
長鎖付加セルロー	バージン材	2.2	12.0	11.0			
ス樹脂	5回リペレ材	1.8	11.0	8.6			
使用樹脂	種類	最大衝撃力 (kN)	パンクチャー 点変位(㎜)	パンクチャー点 エネルギー(J)			
	バージン材	3.1	8.0	10.0			
セルロース樹脂	5回リペレ材	1.8	8.1	5.9			
	10回リペレ材	1.8	5.8	5.0			
ポリスチレン樹脂	バージン材	1.0	10	5.4			

表 4-6 高速面衝撃試験の結果

次に、小型面衝撃試験機を用いて長鎖付加セルロース樹脂、セルロース樹脂およびポリスチレン(PS)樹脂の面衝撃試験を実施し、高速面衝撃試験の結果と比較した。試験荷重の調整はスプリングとストライカ径(5.8 mmφ または 20 mmφ)により調整した。スプリングの種類と荷重を測定した結果について図 4-20 に示す。スプリングの荷重はデジタル加圧計により測定した。 また、今年度は新たに DC672(130N)と P559(650N)の間の荷重を持つスプリングを入手し評価に用いた。

T [×] 2 Luncet	

スプリング	荷重(N)					
C266	80					
WM27-45	120	new				
DC672	130					
C290	150	new				
P555	300	new				
C320	410	new				
P545	460					
P559	650					
P578	980					
P567	4420					
※衝撃位置から-20mm地占を測定						

図 4-20 スプリングの種類と荷重測定結果

各樹脂の製品筐体または平板を用いた小型衝撃試験機での評価結果を表 4-7 に示す。スト ライカ径 20 mmφ、スプリング P555 の組み合わせにすることで、バージン材では破損しないが 5回リサイクル材(セルロース樹脂)では破損する、つまりリサイクルの可否が判別できることが わかった。これは、表 4-6 の高速衝撃試験で得られたパンクチャー点エネルギー量と相関性を 持つ結果となった。また、高速衝撃試験での樹脂の破壊タイプが、小型面衝撃試験機で実施し たものと差異がないことを確認した(図 4-21)。

	1年地工 .	スノリンク									
使用樹脂	椎 類	C266	DC 672	WM 27-45	C290	P555	C320	P545	P559	P578	P567
長鎖付加 セルロース 樹脂 (筐体)	バージン材	-	-	-	-	-	NY	NY	NY	NY	NY
セルロース 樹脂 (筐体)	バージン材	-	-	-	-	-	NY	NY	NY	NY	NY
	バージン材	-	-	-	-	-	NY	NY	NY	NY	NY
セルロース 樹脂 (PLATF)	5回リペレ材	-	-	-	-	NY	NY	NY	NY	NY	NY
(12412)	10回リペレ材	-	-	-	-	NY	NY	NY	NY	NY	NY
ポリスチレン 樹脂 (PLATE)	バージン材	-	_	-	-	NY	NY	NY	NY	NY	NY
					破壊会	マイプ					

表 4-7 小型面衝撃試験の結果(20 mmφ, 平板 1 mmt)

│破壊タイプ │ ― :破損なし

NY:降伏しない挙動、YS:安定き裂



図 4-20 面衝撃試験後の成形体写真

最後に、実際のリサイクル現場(NEC プラットフォームズ掛川事業所)にて、小型衝撃試験機 を用いた筐体の選別実験を行った(図 4-21)。この実験においては、ストライカ径やスプリング だけでなく、さらにストライカの位置も変えて衝撃力を調整した。衝撃力を調整することで、筐 体形状でも長鎖付加セルロース樹脂とセルロース樹脂の選別が可能であることを実証した(図 4-22)。(パンクチャー点エネルギー量:長鎖付加セルロース樹脂 11」、セルロース樹脂 10」)



図 4-21 小型面衝撃試験の様子



図 4-22 小型面衝撃試験を用いた筐体の選別工程実証 (左:セルロース樹脂、右:長鎖付加セルロース樹脂)

以上の結果をまとめると、開発素材である長鎖付加セルロース樹脂を用いて実製品筐体を 成形し、実際のリサイクル現場(NEC プラットフォームズ掛川事業所)にて、小型衝撃試験機の 有効性を確認した。その結果、小型試験機により簡易的にリサイクルの可否を選別できること を実証した。

4.3.4. 今後の課題

本事業における検討の結果、開発素材を用いた電子機器筐体部材のクローズドリサイクルが 実現可能であることを確認した。今後、本業務で実証したリサイクルシステムの他素材、他製品 への展開が課題となる。他素材への展開については、小型衝撃試験機のストライカ径、スプリ ング強度の調整により技術的に対応可能である。一方、他製品への展開の第1候補として、住 宅インテリア製品への適用を検討したが、製品の寿命が非常に長い点やリサイクルサプライチ ェーンが未整備である点など、適用に向けての課題が多いことが判明した。そこで、新たに立 ち上げたパラレジンジャパンコンソーシアムの中で適用可能な製品の探索を継続していく。 実証内容5.LCAの検証・評価

本業務では、多糖類バイオプラスチックの LCA 評価を目的とする。

昨年度は、セルロースエステル誘導体のライフサイクルフロー全体の LCA 評価を実施した。 具体的には、原材料調達・生産(原料採取から合成工程まで)の CO₂ 排出量を昨年度よりも実 情に近い条件で算出した。また、生産工程、使用工程およびリサイクル工程(粉砕のみ)において は、NECプラットフォームズ株式会社(NECPF)掛川事業場他の実設備を活用してフォアグラウ ンドデータを取得し、より実情に近い条件での LCA 評価を実施した。その結果、ライフサイクル フロー全体で見ると、セルロース樹脂の CO₂ 排出量の合計値はベースラインである PC 樹脂よ りも低くなる結果が得られた。

今年度は、量産プラント設計のシミュレーション結果、量産成形機での消費電力量測定およびクローズドリサイクルによる CO2 削減効果について検討し、昨年度の LCA 評価を更新した。 また、藻類由来材料についても LCA 評価を行った。

5.1. 条件設定

LCA 評価・検証の対象製品、ベースライン、機能単位は、下表(表 5-1)のように設定した。また、LCA 評価・検証に用いるライフサイクルフロー図と評価範囲として、図 5-1 のように策定した。今年度は、多糖類バイオプラスチックのクローズドリサイクルを 5 回実施する設定を追加した。

評価対象製品	電子機器筐体部品
ベースライン	ポリカーボネート樹脂
機能単位	1台の電子機器(ホームゲートウェイ機器、レン
	タル販売品)の筐体(約200g)として2年使用
	し、回収する(化石燃料由来の材料を用いた
	ケースとバイオ由来の材料を用いたケース)。



5.2. 原材料調達・生産の LCA 評価

昨年度、多糖類バイオプラスチックの合成処方を酸クロ法で実施することとし、より実情に 近い条件で LCA 評価を実施した。具体的には、多糖類(セルロース)および長鎖脂肪酸の LCA において、樹種や輸入先など設定条件を精査し、輸送による CO2 排出量を追加した。樹脂の合 成工程においては、廃液の蒸留回収シミュレーションで得られた溶媒の回収率を用いて、LCA 評価を行った。

今年度は、実証内容3で実施した多糖類バイオプラスチック(パラミロンエステル誘導体)合成 プロセスのシミュレーション結果を用いて、多糖類バイオプラスチック合成工程の CO₂ 排出量 を算出した。そして、実証事業終了時点(樹脂製造量1万t/y)および普及時点(商業スケール20 万t/y)での原材料調達・生産に係る CO₂ 排出量を算出した。

5.2.1. 合成工程の CO2 排出量

合成工程での CO2 排出量は、製造設備(合成設備および廃液蒸留回収設備)で使用する用 役の消費量から算出した。合成工程で使用する用役は、電力、蒸気、冷却水、計装空気、窒素で ある。蒸気は LPG を燃料としてボイラーから供給され、合成設備や廃液蒸留回収設備の熱源 として使用される。冷却水、計装空気、窒素ガスの動力は電力である。従って、用役からの CO2 排出量は、電力と蒸気の燃料(LPG)から算出した。

まず、パイロットプラントスケールでの用役の消費量とバイオプラスチック1 kgあたりの CO2 排出量を表 5-2 に示す。パイロットプラントの設計においては、合成プロセスはバッチ式であ り、廃液の蒸留回収プロセスは連続式の設備で設計されている。1 バッチあたり 48 時間を有 する。このシミュレーション結果より、CO2排出量の多くは蒸気を発生するための燃料(LPG)由 来であることが明らかになった。また、合成設備と廃液蒸留回収設備の蒸気の使用量について 比較すると、圧倒的に廃液蒸留回収設備の方が多い(合成設備の蒸気:712 kg/1 バッチに対し、 蒸留回収設備の蒸気:568×48 時間=27269kg/1 バッチ)。

そこで、廃液蒸留回収設備の各回収塔について、蒸気の使用量および CO2 排出量を算出した(表 5-3)。その結果、最も多くの蒸気が使用されるのは抽出塔であった。さらに、各回収塔の廃液処理量と塔頂・塔底温度を整理した結果、抽出塔で蒸気が大量に使用される理由としては、廃液処理量が他よりも1桁大きく、塔底温度も高いためであることがわかった(表 5-4)。抽出塔はメタノールを回収した後の廃液から水を分離する工程であり、ピリジン/水の共沸物のエントレナーとして大量のヘキサンを蒸留する必要がある。従って、合成工程において、水の使用量を減らすことで蒸留に係るエネルギーも減らすことができる。今後、合成工程で CO2 排出量を削減するには、水の使用量を減らすプロセスを考えていく必要がある。

			廢汯			CO ₂ 拮	非出量
用役	単位	合成 (/Batch)	亮寂 蒸留 回収 (/h)	共通 設備 (/h)	合計 (/Batch)	エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]	非エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]
電力	kWh	471	15.6	31.2	2716.4	2.537	0.000
蒸気	kg	712	568.1	-869.1	0	0.000	0.000
冷却水	t	139	54.8	1.4	2836.6	0.000	0.000
計装空気	Nm ³	1920	25	5	3360	0.000	0.000
窒素	Nm ³	10	0	0	10	0.000	0.000
LPG	kg	0	0	53.7	2577.6	15.435	0.000
					合計	17.972	0.000

表 5-2 パイロットプラントでの用役消費量と CO2 排出量

蒸留設備(ボイラー)	蒸気 (t/h)	CO2排出量 エネルギー起源 [kgCO ₂ /kgBM]
メタノール回収ボイラー	147.6	3.908
抽出塔リボイラー	330.3	8.746
ピリジン回収塔リボイラー	7.1	0.188
短鎖脂肪酸回収塔ボイラー	17.2	0.455
NMP回収塔ボイラー	30.8	0.816
ピリジン再回収塔リボイラー	35.1	0.929
合計	568.1	15.042

表 5-3 廃液蒸留回収設備の蒸気使用量および CO2 排出量

表 5-4 廃液蒸留回収設備の廃液処理量と塔頂・塔底温度

蒸留設備(ボイラー)	フィード量 (kg/h)	塔頂液量 (kg/h)	塔頂温度 (℃)	塔底温度 (℃)
メタノール回収塔	200	102.68	66.6	115.1
抽出塔	127.67 +ヘキサン1300	1349.14	66.5	184.2
ピリジン回収塔	81.32	8.28	54.9	149.0
短鎖脂肪酸回収塔	73.03	1.57	83.8	141.8
NMP回収塔	71.47	63.57	131.7	164.1
ピリジン再回収塔	34.55	30.35	101.6	116.8

次に、実証事業終了時点(樹脂製造量 1 万 t/y)での用役の消費量とバイオプラスチック 1 kg あたりの CO2 排出量を算出した(表 5-5)。その結果、実証プラントでの CO2 排出量は、パイロットプラントのものよりも低い値を示した。これは、設備のスケールアップにより、洗浄工程が バッチ式から連続式に変更されたためである。また、パイロットプラントと同様、CO2 排出量の ほとんどが蒸気を発生させるための燃料(LPG)由来であり、この蒸気はほぼ廃液蒸留回収設備で使用される設計となっていた。

表 5-5 実証事業終了時点での用役消費量と CO2 排出量

				盛液		CO ₂ 排	出量
用役	単位	合成 (/Batch)	合成 (/h)	蒸留 回収 (/h)	合計 (/Batch)	エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]	非エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]
電力	kWh	21,932	654.5	83.2	57,342	0.443	0.000
蒸気	kg	32,045	451	68,778	3,355,037	0.000	0.000
冷却水	t	7,003	160	6,453	324,427	0.000	0.000
計装空気	Nm ³		200	125	325	0.000	0.000
窒素	Nm ³	282	0	0	282	0.000	0.000
LPG	kg			223680	223680	11.072	0.000
					合計	11.515	0.000

そして、普及時点(商業スケール 20 万 t/y)での原材料調達・生産に係る CO2 排出量は、実証 プラントよりもさらに効率が良くなると予測して表 5-6 の値とした。

	CO ₂ 排出量				
用役	エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]	非エネルギー 起源 [kgCO ₂ /kgBM]			
電力	0.421	0.000			
蒸気	0.000	0.000			
冷却水	0.000	0.000			
計装空気	0.000	0.000			
窒素	0.000	0.000			
LPG	10.518	0.000			
合計	10.939	0.000			

表 5-6 普及時点での商業プラントでの用役消費量と CO2 排出量

5.2.2. セルロースエステル誘導体の LCA

上記の結果および昨年度の検討結果を用いて、セルロースエステル誘導体の合成工程(原材料調達・生産)における CO₂排出原単位および普及時点(商業スケール 20 万 t/y)を表 5-7 に整理した。(生産に関する値はパラミロンエステル誘導体の合成をモデルにシミュレーションした結果である。セルロースエステル誘導体はパラミロンエステルよりも酸クロライドの使用量が多いため、表の値も若干高くなる。)原材料よりも生産からの CO₂排出量が多く、上記で述べたとおり、廃液の蒸留回収で使用する燃料 LPG が大部分を占めている。これを CO₂ 排出係数のより低い燃料に変えることで、生産の CO₂ 排出量を低減することができる。例えば、LPG よりCO₂排出係数の低い LNG やバイオマス由来燃料、水素燃料、鉄鋼やセメントなど製造工程で出てくる排熱などを利用することによって、CO₂ 排出量は低くなる。さらに電力を従来の化石エネルギーから再生可能エネルギーへ移行することで、生産の CO₂排出量はゼロに近くなると思われる。

	CO ₂ 排	出原単位	普及時点(20万t/y)でのCO ₂ 排出量		
	エネルギー起源 非エネルギー起源		エネルギー起源	非エネルギー起源	
		[KYCOZ/KY]	[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[[
原材料	2.39	0.08	478,870	16,899	
生産 (樹脂合成)	10.94	0	2,187,843	0	

表 5-7 セルロースエステル誘導体の原材料調達・生産の CO2 排出原単位および CO2 排出量

5.2.3. パラミロンエステル誘導体の LCA

藻類由来の多糖類であるパラミロンを原料とした、パラミロンエステル誘導体についても LCA 評価を実施した。パラミロンの CO2 原単位は、セルロース(パルプ)と同等の CO2 原単位に するにはパラミロンの年間生産量をいくらにすれば良いかという観点で試算した。その結果、 パラミロンを年間 75 万t生産すると仮定すると、セルロースの原単位と同等になることが分か った。多糖類の年間生産量および CO2 原単位を表 5-8 に示す。セルロース(パルプ)の年間生産 量は 722 万 t であり、パラミロンの約 10 倍である。もし、パラミロンの用途拡大によりセルロ ースの年間生産量に近づけば、スケールアップ効果によりパラミロンの CO2 排出原単位はさら に下がると予想される。

多糖類	年間生産量 (t/y)	CO2排出原単位 (エネルギー起源) [kgCO2/kg]	CO2排出原単位 (非エネルギー起源) [kgCO2/kg]
セルロース (パルプ)	722万	0.594	0.0022
パラミロン	75万(仮)	0.556	0.043

表 5-8 多糖類の年間生産量および CO2 原単位

この値を使って、パラミロンエステル誘導体の合成工程(原材料調達・生産)における CO₂ 排 出原単位および普及時点(商業スケール 20 万 t/y)を表 5-9 に整理した。パラミロンエステル誘 導体の CO₂ 原単位(1.98 + 0.09 = 2.07)がセルロースエステル誘導体(2.39 + 0.08 = 2.47)より も低いのは、パラミロンエステル誘導体の合成で使用する酸クロライドの量がセルロースエス テル誘導体よりも少ないためである(耐熱性を高めるために酸クロライド量を調整している)。 また、セルロースエステル誘導体と同様に、生産からの CO₂ 排出量が多くを占める。廃液蒸留 回収工程で低 CO₂ 原単位の燃料や再生エネルギー電力を使用することで、生産の CO₂ 排出量 はゼロに近くなる。

	CO ₂ 排	出原単位	普及時点(20万t/y)でのCO₂排出量		
	エネルギー起源 非エネルギー起源		エネルギー起源 非エネルギー起源		
	[kgCO2/kg]	[kgCO2/kg]	[tCO2/y]	[tCO2/y]	
原材料	1.98	0.09	396,177	18,321	
生産 (樹脂合成)	10.94	0	2,187,843	0	

表 5-9 パラミロンエステル誘導体の原材料調達・生産の CO2 排出原単位および CO2 排出量



図 5-2 成形工程 関連設備 (160t射出成型機)



図 5-3 成形工程 関連設備 (材料乾燥炉、温調機)

5.3. 生産の LCA 評価

今年度は、生産工程(成形工程)の CO2 排出量について、長鎖付加セルロース樹脂を用いて 実際の量産設備で成形した時のフォアグラウンドデータを取り、生産工程における CO2 排出量 を更新した。

5.3.1. 成形工程の LCA

長鎖付加セルロース樹脂で HGW 筐体を 成形した時の消費電力量を測定し CO₂ 排出 量を算出した。成形工程の関連設備を図 5-2,5-3 に示す(図 4-10,4-11 と同じ)。消費電 力量は、使用設備(成形機)の各ブレーカー にクランプオンパワーハイテスターを取り付 けて測定した(図 5-4)。

HGW 筐体成形工程での消費電力量について、長鎖付加セルロース樹脂(長鎖バイオ プラ)、セルロース樹脂(バイオプラ)およびベ



図 5-4 電力量測定器

ースライン樹脂である PC 樹脂との比較を行った。成形 1 ショットあたりの消費電力量の測定 結果を表 5-10 にまとめた。長鎖付加セルロース樹脂を用いた成形の消費電力量はセルロース 樹脂から 23%削減可能、PC 樹脂から 54%削減可能であることがわかった。これは、表 5-11 の 樹脂の成形温度条件に示すとおり、長鎖付加セルロース樹脂は熱可塑性が高いので、セルロー ス樹脂や PC 樹脂よりも材料の乾燥温度、金型温度が低いためである。

	単位:[Ws]						
	成形機 設備名			材料名			供 来
				PC	バイオプラ	長鎖バイオプラ	順方
1		材料乾燥炉		156,228	60,467	30,040	
			乾燥炉温度	(120°C)	(80°C)	(50°C)	
		成形機 成形機		184,542	145,955	134,147	1ショット当たり で算出
2	² 160t		金型温度	(90°C)	(70°C)	(50°C)	
	成形機		樹脂温度	(275~295°C)	(200~220°C)	(160~180°C)	
3		温調機		85,012	42,739	27,362	
			温水温度	(90°C)	(70°C)	(50°C)	
4		粉砕機		6,009	6,009	6,009	1個当たりの粉砕 時間を1sとする
	合計			431,791	255,169	197,558 -	PC対比 54%低減

表 5-10 1 ショット当たりの消費電力量(160t 成形機)

表 5-11 樹脂の成形温度条件

		材料名			
	設備名	PC樹脂	セルロース樹脂	長鎖付加 セルロース樹脂	
1	材料乾燥炉	120℃	80℃	50℃	
2	成形機 (金型温度)	90°C	70°C	50°C	

5.3.2. 生産工程(ペレット化、成形)の LCA 評価

上記で得た成形時のフォアグラウンドデータを用いて、長鎖付加セルロース樹脂の生産工程 での CO₂ 排出量を更新した(表 5-12)。生産工程においては、長鎖付加セルロース樹脂の方が PC 樹脂よりも CO₂排出量が低く、普及時点において(樹脂生産 20万 t/y)、長鎖付加セルロース 樹脂は PC 樹脂に比べて約 38 %の CO₂削減効果があることがわかった。今回の長鎖付加セル ロース樹脂の評価において、成形はフォアグラウンドデータを取得し更新したが、ペレット化は セルロース樹脂(短鎖)のデータをそのまま使用している。長鎖付加セルロース樹脂の方がセル ロース樹脂よりも熱可塑性が高いため、ペレット化の CO₂ 排出量をフォアグラウンドデータに することで、CO₂排出量はさらに低くなると思われる。

生産工程	長鎖付加	PC樹脂
20万tスケール	セルロース樹脂	
樹脂1kgあたりの電力量 (×10 ⁴)Ws/樹脂1kg	210	337
1年あたりの消費電力量 (×10 ⁴)KWh/y	11690	18740
CO2排出量 t-CO2/y	54706	87703

表 5-12 生産工程での CO₂ 排出量

5.4. LCA 評価まとめ

最後に、多糖類系バイオプラスチックのクローズドリサイクルまでを含めた LCA 評価を実施 した。多糖類系バイオプラスチック(セルロースエステル誘導体)およびベースライン樹脂(PC 樹 脂)について、普及段階(20万 t/y)での LCA 評価結果を表 5-13 に示す。ライフサイクルフロー全 体で見た結果、多糖類系バイオプラスチックの CO₂ 排出量の合計値はベースラインである PC 樹脂よりも低くなり、CO₂削減効果は 91万 t/y になると試算された。

各項目の LCA 評価結果について、以下にまとめた。

- ・原材料調達、生産:実証内容4にて多糖類系バイオプラスチックは5回リサイクル可能であ ることを実証し、原材料調達・生産の CO2 排出量にクローズドリサイクルの効果を反映さ せた。クローズドリサイクルの効果により、多糖類系バイオプラスチックの CO2 排出量は PC 樹脂よりも低い値を示した。
- ・生産:フォアグランドデータにより CO2排出量を算出した結果、セルロース樹脂は PC 樹脂 よりも 38%ほど CO2削減可能であることがわかった。
- ・使用:セルロース樹脂の電子機器適用時の消費電力量は、PC 樹脂と同等であった。
- ・廃棄・リサイクル:廃棄の CO₂排出量は、焼却により樹脂中の炭素がすべて CO₂に変わる と仮定して算出し、クローズドリサイクルの効果を反映させた。また、リサイクルの CO₂排 出量は、粉砕工程での消費電力量より算出した。廃棄・リサイクルにおいても、多糖類系バ イオプラスチックは PC 樹脂よりも高い CO₂削減効果を示した。これは、焼却廃棄の場合、 多糖類系バイオプラスチックのバイオマス由来成分量がカーボンニュートラルとして扱わ れるので、PC 樹脂よりも CO₂排出量が低くなるためである(樹脂 1kg あたり焼却時の CO₂排出量…多糖類系バイオプラスチック:0.790 kgCO₂/kg、PC 樹脂:2.769kgCO₂/kg)。

	다. 	825400	79933	905333
	廃棄 しサイ うし	527474	0	527474
(D-@)	使用	0	0	0
削減量	減通	0	0	0
0	土産	32997	0	32997
	原材料 調達・ 生産	264929	79933	344862
	수락	5871550	82749	5954299
朝間	廃棄 しせん ししょ	554568	0	554568
イン: P04	使用	4519897	0	4519897
ベーメリ	浜通	0	0	0
Ô	土	87703	0	87703
	原材料 調達・ 生産	709382	82749	792131
4	수 특 민	5046149	2817	5048966
ラスチッ	廃棄 リサイ クル	27094	0	27094
バイオプ	使用	4519897	0	4519897
象製品:	流通	0	0	0
D評価対	土産	54706	0	54706
	原材料 調達・ 生産	444452	2817	447269
	(tC02/y)	エネルギー起源	非エネル ギー起源	년 남

表 2-13 普及段階(2030 年) 樹脂生産量 20 万 t/y での LCA 評価結果(赤字:昨年度からの更新箇所)

3. 学会発表、著書・論文投稿、報道、特許等の実績

※2021 年度分のみ

<特許>

- 特願 2021-049319:バイオプラスチックを含むリサイクル樹脂成形体の衝撃試験装置およびそのリサイクル方法、出願日:2021 年 3 月 23 日、出願人:日本電気株式会社、NEC プラットフォームズ株式会社
- 特願 2021-093726:β グルカンエステル誘導体、出願日:2021 年 6 月 9 日、出願人:株式 会社 LIXIL