

触媒懇談会ニュース

触媒学会シニア懇談会

私の経験談 化学メーカーで学んだこと

中條哲夫

1. はじめに

シニア懇談会ニュース 2025 年 5 月号 (No. 198) に投稿した固定床多管反応器への触媒充填作業に関する記事に対して反響があった。それがきっかけでこれまでの経験談、失敗談、そして当時の研究開発感について振り返ってみた。

まずは、その触媒充填作業の体験を紹介する。反応器には数千本(長さ数m×直径数cm)の反応管があり、その1本毎に秤量した触媒小袋を丁寧に粉化しないように投入する。均一充填の確認は差圧でみる。これは、入社2年目での貴重な体験となった。

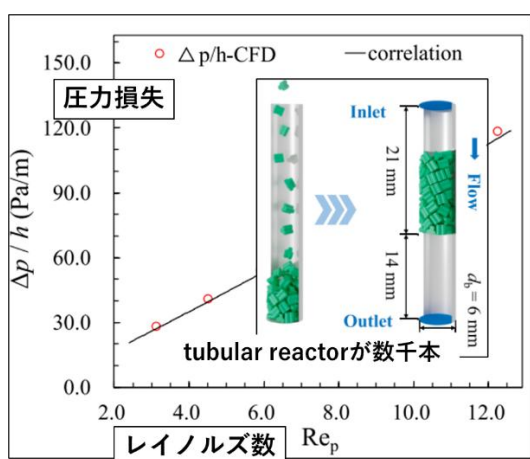


図1 多管式固定床反応器充填イメージ

Chem. Eng. Science 295 (2024) 120181

反応中に偏流すると流量が多い触媒管は負荷が大きくなり劣化し易い。一方反応に寄与しにくい管も生じてしまう。

ここでは、次の4つについてお話します。

- 1, 改良触媒の製造プロセスでのミス
- 2, 新製法の製造条件に食い違い
- 3, 触媒担体の選定
- 4, 企業の研究開発で思うこと

2. 改良触媒の前処理・痛恨の失敗

独自で開発した代替フロンの製造プラントは建設され順調に稼働しており、改良触媒の開発も進めていた。ここで、実用触媒の本格的スケールアップを初めて経験した。印象に残った事は「実験室では最高値」「触媒製造では品質許容範囲」が求められる。例えば触媒調製では、固定式乾燥機の置く場所、時間、風量、温度によって品質が違ってくる。許容範囲の判別根拠が重要になる。触媒調製の各過程、ロット管理も大事である。造粒する為、打錠し圧壊強度や粉化の程度を測定する。差圧には特段の注意を払った。「平均値ではなく」「反応中に粉化しない触媒が求められる」「粉化触媒ゼロ」である。

後述の図5にあるイメージ図を参照してほしい。この様に工業触媒は細心の注意を払って準備出来た。

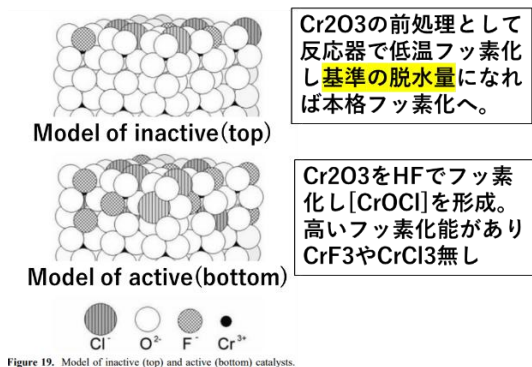
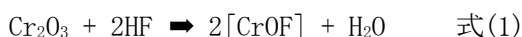


図2 クロミア触媒の前処理

J. Phys. Chem. B 2005, 109, 1903-1913

このクロミア触媒は反応器に充填し活性化(フッ素化)してから原料を供給し本格的な製造に入る。正しくは前処理ではなく触媒化する工程である。単純に書けば以下の式である。



酸化物が部分酸化フッ化物したことは、生成水量で判定できる。ところが終了に至らないのである。反応器には高級材質を採用しているとは言え、無水フッ酸ではないフッ酸水状態である。無水フッ酸なら耐久性がある。万が一腐食漏洩したら大惨事になる。結果的にはスタート出来た。(十分なフッ素化が出来てないのに腐食の危険を覚悟で反応温度を上げた。充填した触媒は抜き出す事も想定された。) 関係者には大変なご迷惑をおかけしたが、関係者からの強力な力添えがあった。特に工場関係者と一緒になっての取り組みには常々の信頼がものをいうと感じた。とかく研究者は、技術者は、云々と言われがち。仲間に助けられた。この場合も多管式固定床反応器での均一な

触媒化であり実験室、ベンチスケールでの詰めは元々容易ではないもの、と今更ながら思っている。実用触媒の試練でもある。

3. 新規触媒での製造

技術導入ではなく独自で技術開発したプラントが立ち上がった時の話である。ヘテロポリ酸担持触媒を用いたエチレンからの酢酸の製造である。

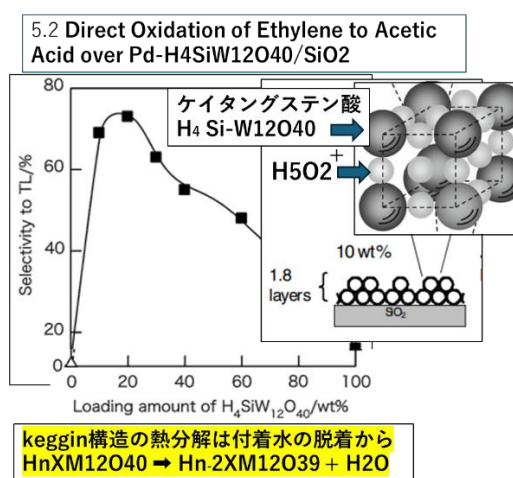


図3、ケイタングステン酸担持触媒

(Catal Surv Asia (2008) 12:101-113)

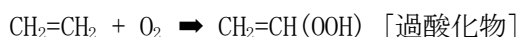
(J. Phys. Chem. B 2006, 110, 4170-4178)

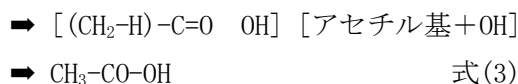
背景は石油化学コンビナートでのエチレン生産をベースに酢酸が作れるならば、しかも設備投資も軽微であればメタノール法酢酸と戦えるとの戦略だった。確かに大きな付帯設備が不要で小型プラントでも成立する。

反応式はエチレンと酸素で書ける。



文献に記載の反応条件では原料エチレンと水の供給割合は約1:1である。推定反応機構をイメージすると





式(3)

これは水の関与無しでも式は書ける。

実際、エチレンと水の比を低くした運転を実施した。水の循環にかかる用役費は削減出来る。しかし、肝心の触媒寿命は短かった。これは大問題である。予定の生産が出来ないと以下の問題が生じる。

- 1, ユーザーへの供給責任が発生する。
- 2, 生産計画、短命触媒をベースに次期触媒も手配しなければならない。
- 3, 触媒を抜いたり充填したり、立ち上げて安定するまで経費も機械損失も甚大。

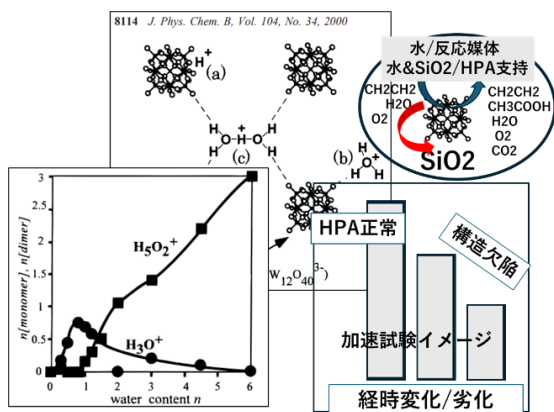


図4 HPAの反応下構造欠陥イメージ

(J. Phys. Chem. B 2000, 104, 8108-8115)

水の役割をあらためて考えてみた。図3にある様にヘテロポリ酸の分解は水の脱着から始まる。厳密ではないが加速試験もイメージすると反応条件下での水の影響で触媒性能が変化するのだろう。

実際に水の供給量を増やして劣化の進行を抑えた。これも技術を開発した部隊と生産を担当する製造部隊の連携で出来た。技術的な議論を何度も実施し、補足データも取りながら製造条件を確保して行った。このことは実験室レベルだけでは実用化が難しいと痛感した思い出である。

4. 触媒担体の選定

前述の新しい酢酸の製造プラントも含めて複数の多管式固定床反応器が操業していた。触媒担体を早期に選定する立場に立たされた。データを取ってじっくり判断する時間はなかった。実験室であれば触媒性能を向上させる色々な挑戦課題もあるが、稼働に支障を来す事は許されない。手持ちデータを参考にはするが「粉化、ブロッキングでの偏流、圧力損失」を避ける選択をした。担体製造を社内新規事業として始めた部署があった。お世話になった方が担当だったが実績重視で判断した。少量の規格外が命取りになる。

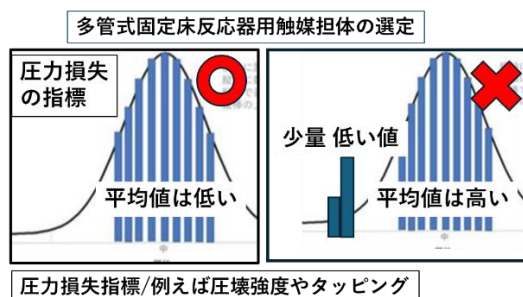


図5 担体のあるべき姿(イメージ)

担体は構成成分の純度、細孔分布、比表面積、細孔容積も夫々が重要である。

5. 企業での研究から開発

企業によって研究開発の考え方は違うと思うが、成果として実用化するのがゴールとすれば、自分達の強みを見出す事が重要である。化学メーカーとしての強みは色々な所にある。期限厳守で納入出来る力、品質の安定性、新規グレード対応力、コストの柔軟性などがあると思うが、これらは製造時の安全思想、常々のコストダウン活動など地道な取り組みで裏打ちされるのである。

一方、研究者からの発想は時代のトレンド指向に走りがちである。またその方がトップを説得し易い。ステージが進むにつれて大量の資金、労力、時間を費やし撤回を決断するまでは相当に消耗してしまう。しかし、それを避けようと国の資金を当てにするのは論外である。

1) 国家プロジェクトを3回経験した。企業として成果になるところまで至らず。

2) ポリオレフィン製造用の重合触媒も手掛けた。実験室レベルでは比較的良好な結果だったので流通式の連続重合試験を実施した。従来の実用触媒に比べプロセス適合性が悪いと門前払いされた。

3) 事業部とは別に研究開発の本部主体で推進する大型テーマがあった。推進する立場にあったが、流行に見えた。研究費も他のテーマを圧迫し健全な研究開発が出来ないと判断し打ち切った。恨みも買った。

6. まとめて見ると

入社して間もない頃、石油化学の工場に勤務していた。そこで、あるエンジニアのリーダーが研究リーダーに「〇〇億円のコストダウンをした。君はどうだ。模索研究ばかりでは。」と当時の研究は肩身が狭かった。導入技術をベースに最適化しているエンジニアの話と研究開発とは次元が違うと思うのである。

一方で代替フロン、新法酢酸などエンジニアと研究者が一緒になって取り組み、勿論、事業部、営業も巻き込んでいる事が本来の姿なのでしょう。そこには強いリーダーシップが動いていると感じている。

研究者が単独で悩むのではなく現場の中で、もがきながら自分の立ち位置を見つけ

出す、役割を担う事が大切でしょう。

最後に研究主体で取り組んだテーマは大きな成果には結びついていない。

コンデンサーの先駆的取り組み。これは数多くの特許を保有したがビジネス優先の会社への製品供給がやっとであった。電導性ポリマーもエリート集団で留学して取り組んだが最終的には細々としたユーザー対応となった。有機ELも大々的に取り組んだ。多くの化学メーカーが研究していた。ベンチャー企業も出来たが、育たなかった。青色ELDも事業部主体で推進していたが他社に統合された。特許の壁が厚いとも聞いた。

“研究から実用化までは遠い”

(日付) 2025 年 6 月 5 日