

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4307258号
(P4307258)

(45) 発行日 平成21年8月5日(2009.8.5)

(24) 登録日 平成21年5月15日(2009.5.15)

| | |
|-------------------------|-----------------|
| (51) Int. Cl. | F I |
| B 2 9 B 7/46 (2006.01) | B 2 9 B 7/46 |
| B 2 9 B 7/72 (2006.01) | B 2 9 B 7/72 |
| B 2 9 C 47/40 (2006.01) | B 2 9 C 47/40 Z |
| B 2 9 K 21/00 (2006.01) | B 2 9 K 21:00 |
| B 2 9 K 67/00 (2006.01) | B 2 9 K 67:00 |

請求項の数 27 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2003-526657 (P2003-526657)
 (86) (22) 出願日 平成14年9月11日(2002.9.11)
 (65) 公表番号 特表2005-501766 (P2005-501766A)
 (43) 公表日 平成17年1月20日(2005.1.20)
 (86) 国際出願番号 PCT/CH2002/000500
 (87) 国際公開番号 W02003/022550
 (87) 国際公開日 平成15年3月20日(2003.3.20)
 審査請求日 平成17年6月2日(2005.6.2)
 (31) 優先権主張番号 101 44 748.5
 (32) 優先日 平成13年9月11日(2001.9.11)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)
 (31) 優先権主張番号 102 41 117.4
 (32) 優先日 平成14年9月3日(2002.9.3)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 501003320
 ビューラー・アクチエンゲゼルシャフト
 Buehler AG
 スイス国、ツェーハー9240 ウツ
 ヴィル(番地無し)
 CH-9240 Uzwil, Swit
 zerland
 (74) 代理人 100061815
 弁理士 矢野 敏雄
 (74) 代理人 100094798
 弁理士 山崎 利臣
 (74) 代理人 100099483
 弁理士 久野 琢也

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 周面と自由体積との特殊な比、若しくはスクリュウ内径と外径との特殊な比を用いて、連続的な混合及び処理プロセスを行うための方法、及び多軸押出機

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

同方向で回転する完全自己クリーニング形の多数のスクリュウ軸を備えた多軸押出機であって、これらのスクリュウ軸がそれぞれ1つの孔内に配置されており、該多軸押出機のプロセス室が、滑らかな孔表面によって形成された周面 A_m 及び、軸と孔との間に形成された自由体積 V_f とを有して、この押出機と同様に滑らかな表面を有するスクリュウ軸がこれらのスクリュウ軸のそれぞれ固有の軸線を中心にしてのみ回転するようになっており、スクリュウエレメントがスクリュウねじ部の山において外径 D_a を有し、スクリュウねじ部の谷において内径 D_i を有している形式のものにおいて、

押出機が個別に駆動される少なくとも4つのスクリュウ軸を有しており、方法手順の範囲の少なくとも一部で、比 $D_a / D_i = 1.3 \sim 1.7$ における2軸式のスクリュウエレメントのための比 A_m^3 / V_f^2 が $1020 \sim 3050$ の間であって、押出機が温度調節可能なコアと温度調節可能なケーシングとを有して、このコアとケーシングとが移動不能であって、前記ケーシングが、別個に温度調節されるセグメントに区分けされていることを特徴とする、同方向で回転する完全自己クリーニング形の多数のスクリュウ軸を備えた多軸押出機。

【請求項2】

比 $D_a / D_i = 1.5 \sim 1.63$ である、請求項1記載の押出機。

【請求項3】

2軸式のスクリュウエレメントにおける比が $1500 < A_m^3 / V_f^2 < 2030$ であ

る、請求項 1 又は 2 記載の押出機。

【請求項 4】

2 軸式のスクリーエメントにおいて比 $A m^3 / V f^2$ が 1 5 0 0 ~ 2 0 3 0 の間である、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載の押出機。

【請求項 5】

汚染された、かつ / 又は湿った重縮合物を連続的に処理するための方法において、請求項 1 から 4 に記載された多軸押出機を用いて行うことを特徴とする、汚染された、かつ / 又は湿った重縮合物を連続的に処理するための方法。

【請求項 6】

押出機内で、少なくとも $7 N m / c m^3$ のトルク密度 (スクリー / 軸間隔³ 毎のトルク) で開始する、請求項 5 記載の方法。 10

【請求項 7】

押出機において、少なくとも $9 N m / c m^3$ のトルク密度 (スクリー / 軸間隔³ 毎のトルク) で開始する、請求項 3 記載の方法。

【請求項 8】

処理しようとする重縮合物をポリエステルとする、請求項 5 から 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 9】

処理しようとする重縮合物をポリエステル - リサイクル品、特に P E T ボトル - リサイクル品とする、請求項 8 記載の方法。 20

【請求項 10】

エラストマーを連続的に処理するための方法において、請求項 1 から 4 に記載の多軸押出機を用いて行うことを特徴とする、エラストマーを連続的に処理するための方法。

【請求項 11】

エラストマーを、粉末状又は粒状のエラストマーとし、このエラストマー内に前もって少なくとも 1 つの充填物を混ぜておく、請求項 10 項記載の方法。

【請求項 12】

スクリーエメントが密接して噛み合わせられている、請求項 1 から 4 までのいずれか 1 項記載の多軸押出機。

【請求項 13】

押出機において、スクリー軸が冠状、特に環状に配置されている、請求項 1 2 記載の多軸押出機。 30

【請求項 14】

重縮合物を、方法経過中に溶融し、後に再硬化するようになっており、これに対して、方法経過中に重縮合物の温度が重縮合物の溶融温度より高くなっている時間全体を、約 60 秒よりも短くする、請求項 5 から 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 15】

方法経過中に重縮合物の温度が重縮合物の溶融温度よりも高くなっている全時間を、約 30 秒よりも短くする、請求項 1 4 記載の方法。

【請求項 16】

溶融物中の残留水含有量を 200 p p m よりも大きくする、請求項 1 4 又は 1 5 記載の方法。 40

【請求項 17】

重縮合物の初期形状を、 $200 k g / m^3 \sim 600 k g / m^3$ の範囲のばら荷密度を有するばら荷材料とする、請求項 1 4 から 1 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 18】

フレーク状又は切片状の重縮合物を使用する、請求項 1 4 から 1 7 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 19】

重縮合物 - 初期材料を溶融前に部分的に予備乾燥させる、請求項 1 4 から 1 8 までのい 50

ずれか 1 項記載の方法。

【請求項 2 0】

揮発性の汚染物及び / 又は崩壊生成物を重縮合物から取り出すためのガス抜き段階を行う、請求項 1 4 から 1 9 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 2 1】

重縮合物を固体状態で押出機内に装入し、重縮合物を融点以下の温度に加熱し、重縮合物をガス抜きし、かつ / 又は乾燥させ、この際に重縮合物のガス抜き、かつ / 又は乾燥を固体状態で、雰囲気圧以下の温度で、かつ / 又は不活性ガスを供給しながら行う、請求項 1 4 から 2 0 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 2 2】

方法経過中に重縮合物が熔融物である全時間を、重縮合物が押出機内での熔融後にまだ押出機内に滞在している第 1 の時間区分と、まだ熔融している重縮合物が押出機の外で処理される第 2 の時間区分とに分ける、請求項 2 1 記載の方法。

【請求項 2 3】

前記第 1 の時間区分の長さを約 1 5 秒よりも短くする、請求項 2 2 記載の方法。

【請求項 2 4】

前記第 1 の時間区分の長さを約 1 0 秒よりも短くする、請求項 2 1 記載の方法。

【請求項 2 5】

熔融された重縮合物を、押出機の外で熔融物濾過処理する、請求項 2 2 から 2 4 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 2 6】

熔融された重縮合物を、押出機の外で、熔融ポンプを用いて処理する、請求項 2 2 から 2 5 までのいずれか 1 項記載の方法。

【請求項 2 7】

重縮合物を固化する際に、ペレットより成る粒状物質に加工する、請求項 1 4 から 2 6 までのいずれか 1 項記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0 0 0 1】

本発明は、請求項 1 の上位概念部に記載した同方向に回転する多軸式の押出機によって連続的に処理するための方法に関する。

【0 0 0 2】

このような方法は、ドイツ連邦共和国特許第 1 9 5 3 6 2 8 9 号明細書に記載されている。ここに記載された方法は、プラスチック特に樹脂及び粘塑性材料を 2 軸式押出機で処理するために用いられる。製品の処理中に製品品質に対する熱的、熱化学的及び純粋に機械的な不都合な影響を少なく維持するために、この方法においては押出機内における製品の滞在時間が短くされている。これは、高回転数で、かつ高いトルク密度で多量に処理することによって、得られる。しかしながらそれと同時に押出機内の自由体積（プロセス室体積）は変わらない大きさに維持されている。

【0 0 0 3】

この場合に発生する、機械的及び熱的な製品負荷は、特に例えばポリエステル等の重縮合物、又は例えばゴム混合物等のエラストマーを処理する場合、許容できない程度に高い製品損傷を招くことになる。

【0 0 0 4】

そこで本発明の課題は、冒頭に述べた方法を改良して、プロセス経過中の押出機内の高すぎる温度及び / 又は長すぎる滞在時間によって品質を低下させる製品変化が発生するような、特に高粘性の製品（例えばポリマー；エマルジョンその他）を処理するために適した方法を提供することである。

【0 0 0 5】

この課題は、請求項 1 に記載した押出機を使用することによって解決された。この場合

10

20

30

40

50

に決定的なことは、押出機内の製品の滞在時間が著しく高い回転数を必要とすることなしに短縮させられるということである。これは、押出機内の自由体積（プロセス室体積）を減少させることによって得られる。

【 0 0 0 6 】

請求項 1 に記載した押出機を使用した方法においては、押出機のプロセス室が、滑らかな周面 A_m （ケーシング面）と、自由体積 V_f と、同様に滑らかな表面を有する、それぞれ固有の軸線を中心にしてのみ回転するスクリー軸のスクリー外径 D_a と、スクリー内径 D_i とを有しており、この場合、方法手順の範囲の少なくとも一部で、比 $D_a / D_i = 1.3 \sim 1.7$ において、2 軸式のスクリーエレメントのための比 A_m^3 / V_f^2 を $1020 \sim 3050$ の間に設定し、3 軸式のスクリーエレメントのための比 A_m^3 / V_f^2 を $2000 \sim 7300$ の間に設定するようにした。この場合、自由体積 V_f は、供給された成分の受容能力を表している。製品の各体積単位として、冷却/加熱及び製品のガス抜きのための大きい表面が提供される。それによって供給された抽出物の丁寧な（注意深い）処理及びひいては最終生成物の高品質が可能となる。押出機プロセス室の滑らかな周面によって、及び同様に自己クリーニング形のスクリー軸の滑らかな表面によって、抽出機を完全に自己クリーニングするための能力が保証される。

10

【 0 0 0 7 】

抽出物の丁寧な処理は、できるだけ小さいスクリー直径、及び $600 \text{ U p m (r p m)}$ までの最小回転数を有する複数のスクリー軸によって得られる。この場合に発生する剪断力及び捏ね力は、製品を丁寧に処理するように働く。複数のスクリー軸に基づいて、表面と自由体積との間の高い比を有する短い（短時間の）方法部分長さが得られる。

20

【 0 0 0 8 】

別の混合装置と比較するためには、同じ自由体積をベースにしなければならない。

【 0 0 0 9 】

表面と自由体積との比は、別の混合装置と比較して同じ自由体積における状態に関連している。

【 0 0 1 0 】

押出機内で少なくとも 7 N m / c m^3 、特に少なくとも 9 N m / c m^3 のトルク密度（スクリー/軸間隔³毎のトルク）で開始すれば、有利である。より大きいトルク密度は、同じ回転数においてより高い出力を可能にし、それによってより多量の装入量及びひいてはより短い滞在時間が可能となり、さらにそれによって方法経過中に供給された抽出物の加熱が減少され、ひいては熱による製品の損傷がより少なくなる。

30

【 0 0 1 1 】

高い駆動トルクと結びついて、より多量の装入量及びひいてはより短い滞在時間が実現される。これは製品温度に有利に作用する。

【 0 0 1 2 】

有利には比 $D_a / D_i = 1.5 \sim 1.63$ が選択される。

【 0 0 1 3 】

比 A_m^3 / V_f^2 を、2 軸式のスクリーエレメントにおいて $1500 < A_m^3 / V_f^2 < 2030$ とすれば有利である。

40

【 0 0 1 4 】

処理しようとする抽出物を、汚染された及び/又は湿った重縮合物、特にポリエステル、例えばボトル-リサイクル品とすれば有利である。本発明による方法は、このために特に有利である。何故ならば、特殊な大きい表面によって製品の乾燥及びガス抜きが良好に行われるので、重縮合物の揮発性の不都合な成分は高い程度で取り除かれるからである。この場合、特に重要なことは、重縮合物から水の分子を取り除くことによって、鎖状分子を加水分解し、及びひいては重縮合物の内在的な粘性を低下させることができる。大きい特殊な表面、及びそれによって改善された製品の冷却、及び場合によっては酸化した汚染物の改善されたガス抜きによって、鎖状分子の純粋に熱的な除去及び熱酸化的な除去が減少される。全体的に、製品の慎重な処理及びひいては高品質、及び方法の高い経済性が得

50

られる。

【0015】

方法手順の範囲の少なくとも一部で、2軸式のスクリーエメントのための比 $A m^3 / V f^2$ を 1020 ~ 3050 の間とし、供給された成分をエラストマーとすれば、特に有利である。

【0016】

大部分が楔状領域であることに基づいて、供給された成分特にエラストマーを可塑剤で濡らすための高い表面形成率が得られる。この場合も、特殊な大きい表面によって、大きい冷却面が得られ、これによって、大量の装入量及び高い軸方向速度と協働して、楔状領域において成分の丁寧な処理が得られる。スクリー軸の低い回転数、高いトルク密度、小さい自由体積及び十分に大量の装入量によって、プロセス中の温度をあまり高くしないで済む。

10

【0017】

本発明の別の有利な実施態様によれば、2軸式のスクリーエメントのための比 $A m^3 / V f^2$ を 1500 ~ 2030 の間とした。

【0018】

また、エラストマーを、粉末状又は粒状のエラストマーとし、このエラストマー内に前もって少なくとも1つの充填物例えば粉末ゴムを混ぜておけば、有利である。

【0019】

さらに、スクリーエメントを密接して噛み合わされるように構成すれば有利である。このようにすれば、その自己クリーニング作用によって、製品に対する熱的負荷を小さくすることができる。

20

【0020】

本発明の方法に従って、押出機に、個別に駆動される少なくとも4つのスクリー軸を設ければ有利である。

【0021】

押出機に、温度調節可能なコアと温度調節可能なケーシングとを設け、このコアとケーシングとを移動不能にし、この場合、必要に応じてコアとケーシングとを別個に温度調節できるようにすれば、冷却技術的なさらなる改善が得られる。このためには有利な形式で、ケーシングが、別個に温度調節されるセグメントに区分けされている。

30

【0022】

本発明による方法は、押出機においてスクリー軸を冠状、特に環状に配置することによって実施することができる。

【0023】

有利な形式で、重縮合物を、方法経過中に溶融し、後で再硬化させるようにし、この場合、方法経過中に重縮合物の温度が重縮合物の溶融温度より高くなっている時間全体を、約60秒よりも短く、有利には30秒よりも短くすることができる。これによって、場合によっては加水分解の分解反応のために、短い時間だけが提供される。それによって、溶融物中の残留水含有量が200 ppmよりも大きい場合でも、0.05 dl / gよりも大きいIV低下を考慮する必要なしに、処理することができる。

40

【0024】

重縮合物の初期形状は、 $200 \text{ kg} / \text{cm}^3 \sim 600 \text{ kg} / \text{m}^3$ の範囲のばら荷密度を有するばら荷材料、つまり特にフレーク状又は切片状のばら荷材料とすることができる。

【0025】

この場合、重縮合物 - 初期材料を溶融前に部分的に予備乾燥させるようにすれば有利である。それによって、安価な部分的乾燥と溶融状態における短い滞在時間との組み合わせによって、わずかなIV分解を伴う最終生成物が得られる。有利には、揮発性の汚染物質及び/又は崩壊生成物を重縮合物から取り出すためのガス抜き段階が行われる。

【0026】

有利には、重縮合物を固体状態で押出機内に装入し、重縮合物を融点以下の温度に加熱

50

し、この場合、重縮合物をガス抜きし、かつ/又は乾燥させるようにした。重縮合物のガス抜き、かつ/又は重縮合物の乾燥は固体状態で、雰囲気圧（大気圧）以下の温度で、かつ/又は不活性ガスを供給しながら行う。

【0027】

本発明の方法によれば特に、方法経過中に重縮合物が溶融状態にある全時間を、重縮合物が押出機内での溶融後にまだ押出機内に滞在している第1の時間区分と、まだ溶融している重縮合物が押出機の外で処理される第2の時間区分とに分けるようにし、この場合、第1の時間区分を有利には約15秒よりも短くした。前記第1の時間区分の長さを約10秒よりも短くすれば、特に有利である。

【0028】

溶融された重縮合物を押出機の外で処理する場合、汚染物質粒子を析出させるために溶融濾過の段階が含まれている。必要な圧力を形成するために、有利には溶融ポンプが使用される。このために、溶融ポンプと溶融フィルタとがプロセス中に組み込まれ、本発明に従って短い滞在時間が維持される。

【0029】

重縮合物は、これを固化する際に、ペレットより成る粒状物質に加工することができる。

【0030】

従って本発明は、最終生成物の品質を高めて、全プロセスの経済性を高めるために、粘性及び粘弾性の材料例えば熱可塑性樹脂及びエラストマーが可能な限り丁寧に、しかもできるだけ大量の装入量で処理することができる方法を提供することである。本発明によれば、混合、冷却/加熱（熱交換）及びガス抜き（材料交換）等の重要なプロセス課題を、同時に、しかも高い効率で実施することができる。

【0031】

この方法を実施するための装置として、例えば同方向で回転する多軸式押出機、特に環状の12軸式押出機が適している。この場合、別の形状、例えば非環状の多軸式押出機又は、別の軸数を有する環状の多軸式押出機が使用される。

【0032】

できるだけ小さい構造の処理機械におけるプロセス課題のために、できるだけ大量の処理量（高い装入量）が得られるようになっていれば、本発明による方法の経済性は改善される。

【0033】

製品を丁寧に処理することによって、特に次のような品質特徴の改善が得られる：

- ・最終生成物の損傷率、例えば熱的な製品損傷が減少された。

【0034】

- ・最終生成物の機械的特徴の品質、例えばばらつき率が改善された。

【0035】

製品の丁寧な処理は、次の特徴によって得られる：

- ・必要な高い、しかしながら一様な剪断負荷
- ・押出機内の短い滞在時間
- ・大量の装入量

- ・高い比の特殊な表面/自由体積（ $A m^3 / V f^2$ ）

- ・自己クリーニング形のスクリュエーメントを使用したことに基づく固有の滞在時間多様性

本発明は、まず、製品品質に関連している高い装入量を実現することができるような高いトルク密度を用いることである。

【0036】

このプロセス課題は、本発明によれば特に以下の特徴によって高い効率で実施することができる：

- ・材料の頻繁な積み替え

10

20

30

40

50

・特殊な表面 / 自由体積 ($A m^3 / V f^2$) の高い比、しかも同時に高い表面形成率 (熱交換及び材料交換)

この方法が基づくところの多軸形押出機においては、多数の楔状部が存在しており、これに対して自由体積は非常に小さく維持される。この機械の利点は、製品の分配、細分化及び積み替えが改善されたという点にある。

【0037】

本発明によれば、環状の12軸式押出機を用いた本発明の方法と、2軸式押出機を用いた方法との比較が行われた。

【0038】

12軸式押出機においてはスクリュウの1回転毎に材料の積み替えが、2軸式押出機の12倍行われる。つまり、2軸式押出機に対する12軸式押出機の積み替え比Uは：

$$U = 12 : 1$$

である。

【0039】

製品の分配、細分化及び積み替えは、自由体積²、 $V f^2$ に対する楔状面³の比より成る無次元の指数によって特徴付けられる。

【0040】

この方法の調節及びガス抜き効率は、自由体積² ($V f^2$) に対する表面³ ($A m^3$) の比より成る無次元の指数によって特徴付けられる。

【0041】

多軸式押出機においては、大きい表面 (スクリュウ及びケーシング表面) が提供され、これに対して自由体積は非常に小さく維持されている。従って、この機械における方法の別の利点は、特殊な表面 / 体積の高い比を利用することにある。

【0042】

無次元の指数は、孔表面³、 $A m^3$ と、自由体積²、 $V f^2$ との比によって形成されている。

【0043】

環状の12軸式押出機を用いた実験によれば、この機械は、良好な分配、細分化、冷却及びガス抜きが基礎であるプロセスのために適していることが分かった。

10

20

フロントページの続き

- (74)代理人 100114890
弁理士 アインゼル・フェリックス＝ラインハルト
- (74)代理人 230100044
弁護士 ラインハルト・アインゼル
- (72)発明者 アーヒム・フィリップ シュトゥルム
スイス国 ニーダーウツヴィル グルーベンシュトラーセ 7
- (72)発明者 ユルゲン シュヴァイクレ
スイス国 ニーダーヘルフェンシュヴィル オップガース 2
- (72)発明者 アンドレアス クリステル
スイス国 ツーツヴィル メットレンシュトラーセ 22デー
- (72)発明者 クリストフ ネーフ
スイス国 ヴィンタートゥアー ザンクト ゲオルゲンシュトラーセ 30
- (72)発明者 フェデリコ インネレープナー
スイス国 チューリッヒ アム ベルトリ 12

審査官 細井 龍史

- (56)参考文献 特開平01-202406(JP,A)
特開2001-113524(JP,A)
特開平06-328544(JP,A)
特開平04-189106(JP,A)
特開平07-148821(JP,A)
特開平10-296836(JP,A)
特開昭57-127430(JP,A)
特開平08-224735(JP,A)
特開平05-245832(JP,A)
特開平07-088350(JP,A)
特表平08-503897(JP,A)
特開2003-010666(JP,A)
Frank Vorberg, Kunststoffe, ドイツ, Carl Hanser Verlag Munchen, 2000年 8月

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29B 7/00-7/94

B29C 47/00-47/96