(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第6473084号
(P6473084)
(45)発行日　平成31年2月20日(2019.2.20)　(24)登録日　平成31年2月1日(2019.2.1)

(51)Int.Cl.　　F I
B01F 7/02 (2006.01)　　B01F 7/02　D
B01F 15/02 (2006.01)　　B01F 15/02　B

請求項の数 5　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願2015-533595(P2015-533595)
(86)(22)出願日　平成25年9月26日(2013.9.26)
(65)公表番号　特表2015-530243(P2015-530243A)
(43)公表日　平成27年10月15日(2015.10.15)
(86)国際出願番号　PCT/EP2013/070141
(87)国際公開番号　WO2014/049098
(87)国際公開日　平成26年4月3日(2014.4.3)
審査請求日　平成28年9月23日(2016.9.23)
(31)優先権主張番号　102012109259.1
(32)優先日　平成24年9月28日(2012.9.28)
(33)優先権主張国　ドイツ(DE)
(31)優先権主張番号　102013100182.3
(32)優先日　平成25年1月9日(2013.1.9)
(33)優先権主張国　ドイツ(DE)

(73)特許権者　508291766
リスト　ホールディング　アーゲー
スイス，ＣＨ－４４２２　アリスドルフ，ベルシュテルシュトラーセ　２４
(74)代理人　100066061
弁理士　丹羽　宏之
(74)代理人　100123559
弁理士　梶　俊和
(74)代理人　100177437
弁理士　中村　英子
(74)代理人　100143340
弁理士　西尾　美良
(72)発明者　フレーリィ，ピエール－アレン
スイス，ＣＨ－４４３３　ラムリンスブルク，ホーレ　ガッセ　７
最終頁に続く

(54)【発明の名称】物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行する混合混練機

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
少なくとも１つの軸（４、５）上に混練・清掃又は混練・搬送部材（６）を備えたハウジング（１）内の生成物を、搬送棒（１２）を有する部材（６）により投入口（２）から排出部（１０）まで搬送して、物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行する装置であって、
固定した堰（１５）並びにハウジング（１）の断面を変更できる邪魔板（１６－１６．６）をハウジング（１）に配置し、
前記堰（１５）及び前記邪魔板（１６－１６．６）が、ハウジング（１）と排出部（１０）との間の移行部に備えられており、
前記邪魔板（１６－１６．６）が、前記堰（１５）に沿って移動し、
前記少なくとも１つの軸（４、５）が、前記排出部（１０）を貫通しており、
前記少なくとも１つの軸（４、５）が、前記排出部（１０）内において、生成物を下方に押圧する第１の排出部材（６．１）と、前記部材（６）の搬送棒（１２）の搬送方向と逆の方向に生成物を搬送するよう構成された第２の排出部材（６．２）と、を有することを特徴とする装置。
【請求項２】
邪魔板（１６）の少なくとも一部（２１）が、ハウジング（１）の断面に適合していることを特徴とする請求項１に記載の装置。
【請求項３】

邪魔板（１６－１６．６）は、前記排出部（１０）から排出される前記生成物の排出量に適合するように外部から操作可能であることを特徴とする請求項１又は請求項２のいずれか１項に記載の装置。
【請求項４】
邪魔板（１６－１６．６）の調節は、前記排出部（１０）から排出される前記生成物の排出量に適合するように処理中に行われることを特徴とする請求項１ないし請求項３のいずれか１項に記載の装置。
【請求項５】
少なくとも１つの微粉／粉末又は添加剤を投入するのに適した装置（２２）が、ハウジング（１）に備えられていることを特徴とする請求項１ないし請求項４のいずれか１項に記載の装置。

【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、少なくとも１つの軸上に混練・清掃又は混練・搬送部材を備えたハウジング内の生成物を該部材により投入口から排出部まで搬送して、物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行する混合混練機に関する。
【背景技術】
【０００２】
このような装置は、混合混練機として、多目的に用いられる。第一には、溶媒を回収する為にバッチ又は連続で時には減圧下の蒸発に用いられる。例えば、蒸留残滓であるトルエンディイソシアネートを処理するが、化学品及び薬品の残渣である毒性又は高沸点の溶剤、並びに溶液重合の溶剤、接着剤及び連結剤からの洗浄剤及びワニススラッジ、樹脂溶液、エラストマー溶液も処理する。
【０００３】
更に、バッチ又は連続的に時には減圧下で、水分及び／又は溶媒を含む製品からの接触脱水が行われる。特に、顔料、染料、ファインケミカル、塩、酸化物、水酸化物、抗酸化剤などの添加剤、温度に敏感な医薬及びビタミン剤、作用剤、高分子、合成ゴム、高分子懸濁液、ラテックス、ヒドロゲル、ワックス、殺虫剤及び塩、触媒、残留物、アルカリ廃液などの化学又は医薬品からの残滓に用いられる。この方法は、例えば、塊状乳、砂糖代替品、澱粉誘導体、アルギン酸塩を製造及び／又は処理する際に、産業スラッジ、オイルスラッジ、バイオスラッジ、製紙スラッジ、ラッカースラッジの処理並びにねばねばした高粘性の付着物、廃棄物及びセルロース誘導体の処理にも用いられる。
【０００４】
混合混練機においては、連続で溶融状態において、特に、ポリアミド、ポリエステル、ポリアセテート、ポリイミド、熱可塑性高分子、エラストマー、シリコーン、尿素樹脂、フェノール樹脂、洗剤及び肥料など高分子凝縮反応が行われることも多い。例えば、メタクリル酸の誘導体を塊重合した後の高分子の溶融に用いられる。
【０００５】
ポリアクリレート、ヒドロゲル、ポリオール、熱可塑性高分子、エラストマー、シンディオタクティクポリステロール及びポリアクリルアマイドを連続で重合反応を行わせることも多い。
【０００６】
混合混練機は、モノマーの（共）重合後の高分子溶融物、ポリエステル又はポリアミド溶融物の凝縮後の高分子溶融物、合成繊維用の紡糸液並びに固体状の高分子又はエラストマー粒子又は粉末の脱気及び／又は蒸発に用いられる。
【０００７】
混合混練機においては、固体、液体又は多相反応が普く起こり得る。これは、フッ化水素酸、ステアリン酸、シアネート、ポリリン酸塩、シアヌル酸、セルロース誘導体、エス

テル類、エーテル類、ポリアセタール樹脂、スルファニル酸、銅フタロシアニン、澱粉誘導体、リン酸アンモニウム重合体、スルホン酸塩、殺虫剤及び肥料を処理する際の逆反応で特に起こる。

【０００８】

更に、固－気反応（例えばカルボキシル化）又は液－気反応が行われる。これは、酢酸塩、酸、例えば、ＢＯＮ、サリチル酸ナトリウム塩、パラヒドロキシ安息香酸塩及び薬物などへのコルベーシュミット反応に用いられる。

【０００９】

液－液反応は、中和反応及びエステル交換反応において行われる。

【００１０】

混合混練機による溶解及び／又は脱気は、合成繊維、ポリアミド、ポリエステル及びセルロースの紡糸液において行われる。

【００１１】

いわゆるフラッシュは、顔料の処理又は製造の際に行われる。

【００１２】

固体状態の後凝縮は、ポリエステル、ポリカーボネート、及びポリアミドの製造又は処理において行われ、連続的な混練は、例えばセルロース繊維等の繊維を溶剤と共に処理する場合に行われ、溶融物又は溶液からの結晶化は、塩、ファインケミカル、ポリオール、アルコラートを処理する場合に行われ、（連続的及び／又はバッチでの）コンパウンディング、混合は、ポリマー混合物、シリコン化合物、シール化合物、フライアッシュの場合に行われ、（特に連続的作業における）凝析は、ポリマー懸濁液を処理する場合に行われる。

【００１３】

混合混練機において、別のバッチ又は連続の操作、例えば、加熱、乾燥、溶融、結晶化、混合、脱気、反応などの多機能な操作と組み合わせてもよい。それによって、高分子、エラストマー、無機製品、残滓、薬物、食料品、印刷用インクが製造又は処理される。

【００１４】

混合混練機において、減圧昇華又は凝縮もでき、例えば、アントラキノン、金属塩化物、フェロセン、ヨウ素、金属有機結合などの中間製品が精製される。更に医薬中間体の製造も可能である。

【００１５】

例えばアントラキノン、精密化学製品などの有機中間製品では、担体ガスが連続的に凝縮される。

【００１６】

基本的には、一軸と二軸の混合混練機は異なったものである。一軸の混合混練機は特許文献１～３に記載されている。この場合には、ハウジング内に円板が取付けられた回転軸の周りを回転する１つの軸が備えられている。円板は、生成物を搬送する。ハウジングには、円板の間にその対向部材が固定して取付けられている。円板は軸に垂直な平面に取付けられ、隣り合った円板の間に混練空間を形成する。

【００１７】

多軸の混合混練機は特許文献４に記載されている。そこには、第一の軸に円板が備えられ、円板の間に軸方向に配列された混練棒が配置されている。円板の間には他の軸の枠状に形成された混合混練部材が噛み合っている。この、混合混練部材が、第一の軸の円板と混練棒を清浄にしている。２つの軸の混練棒が、ハウジングの内壁を清浄にしている。

【００１８】

従来の２軸の混合混練機は、２つの軸のハウジングの連結域の断面が八角形で脆弱な箇所があることが問題となる。この連結域では、加圧下での高粘度の生成物の処理及び／又は操作により生ずる、高い応力に対処する構造が必要でコストが掛る。

【００１９】

このような混合混練機は例えば、特許文献５に記載されている。その混合混練機では、

ハウジング内に２つの平行な軸が逆又は同一方向に回転している。そこでは、円板に取り付けられた複数の混合棒が互いに作用し合っている。混合棒は、混合する機能以外に、ハウジングの製品が触れる面、軸及び円板をできるだけ清浄にして且つ混合されない部分が無いようにする役割がある。特に、強く圧縮する硬化性且つ殻を形成する製品では、混合棒の回転する縁の部分に、局所的に大きな負荷が掛る。このような力点は、特に混合棒が噛合う際に生じ、特に充填度が高く、充填度が調節できず１００％まで上昇する場合には、回避し難しい。その部分に対応するように、軸に板状部材が装着される。

【００２０】

特許文献６にも混合混練機が記載され、混練棒が軸方向にできるだけ伸張するように担持部材が混練棒の領域に凹部を形成している。このような混合混練機には、ハウジング及び軸の製品に触れる面を自浄する作用があるが、担持部材は混練棒の軌跡を受け入れる必要があるので形状が複雑になる。このため、第一に製造のコストが高くなり、第二に特に充填度が１００％へ向かって上昇する場合には、軸及び担持部材への局所的な応力集中に対する構造上の対策が必要となる。鋭角の凹所及び厚みの変化する域、特に担持部材の軸への溶接部分主として生成する応力集中により、材料が疲労して軸の割れの原因となる。

特許文献７には、混合域と押出し域のほぼ中間に断面が可変のハウジングを備えた押出し機が記載されている。

特許文献８にも、高分子素材を加工する第１及び第２のスクリューを備えた押出し機が記載されている。ここでは、ピンが、特に素材を最適に十分に混合することがわかる。このピンはその位置を変更するか、又は取り去ることもできる。

特許文献９には、集合体の搬送装置が記載されている。この装置では、集合体と液体が混合される。混合機には撹拌具を有する軸が備えられている。更に、混合機は、排出口の近くに旋回可能に装着された堰板を備えている。堰板を調節すると混合物は、混合機内に滞留する。これにより、混合物の混合機内における滞留時間が最適に調節できる。

特許文献１０には、内部に混合具を有する容器を備えた混合機が記載されている。混合物の排出口の前には、いわゆる堰の形状の逆流装置が配置されている。この逆流装置により、容器の充填度、すなわち混合物の容器内の高さを所定の値に調節できる。

【先行技術文献】

【特許文献】

【００２１】

【特許文献１】オーストリア特許第３３４３２８号明細書
【特許文献２】スイス特許出願公開第６５８７９８号明細書
【特許文献３】スイス特許出願公開第６８６４０６号明細書
【特許文献４】スイス特許出願公開第５０６３２２号明細書
【特許文献５】欧州特許第０５１７０６８号明細書
【特許文献６】独国特許出願公開第１９９４０５２１号明細書
【特許文献７】欧州特許出願公開第２１８１８２２号明細書
【特許文献８】独国特許出願公開第１０２００７０５１９２３号明細書
【特許文献９】独国特許出願公開第１０２００６０５１８７１号明細書
【特許文献１０】欧州特許出願公開第０４３８７７２号明細書

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【００２２】

本発明は、投入口と排出部の間の生成物の充填度を制御することを目的としている。

【課題を解決するための手段】

【００２３】

本発明の課題は、固定した堰並びにハウジングの断面を変更できる邪魔板をハウジングに配置することにより解決される。

【図面の簡単な説明】

【００２４】

【図１】物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行する混合混練装置の模式的側面図
【図２】図１のＩＩ－ＩＩに沿った断面図
【図３】混合混練装置の断面の一例を示す図
【図４】混合混練装置の断面の一例を示す図
【図５】混合混練装置の断面の一例を示す図
【発明を実施するための形態】
【００２５】
本発明では、二軸の機械を用いることが好ましいことが判明した。しかしながら、一軸及び多軸の機械を用いてもよい。本発明では、充填度の調節に関係する充填量は、ロードセルにより調節してもよい。
【００２６】
そのため、生成物への要求に応じて、ハウジング又は流路の自由断面を、狭めたり広げたりする邪魔板が備えられる。これにより、滞留時間及び特に充填度、従ってハウジングを通る生成物の流速を変えることができ、生成物の加工（例えば粒度分布）にも影響する。邪魔板を調整することにより、混練強度が操作され且つ生成物の粒度分布に影響を及ぼす。
【００２７】
例えば、重合では、モノマーを混合混練機に投入して加工する。投入は液状の凝集状態において行われる。加工の際に、溶剤などが蒸発して、原料は粘度のある凝集状態に移行し、最終的には粒状化までされる。その際、粘性又は糊状の相が堰の方向へ流れ流路を封鎖することになる。堰又は流路の調節により、混合混練機内に糊状の相の三次元的な配置を決定し、制限できる。これにより、混合混練機は安全に操作できる。特にねばねばした配合では、調節可能な堰は、極めて有益である。これにより、重合剤が少なくてすむ。
【００２８】
この位置変更可能な邪魔板は、ハウジングと排出部の移行部との間に在ることが好ましいが、別の位置に在っても構わない。
【００２９】
邪魔板は固定された堰に沿うように配置される。堰自体は、ハウジング断面を狭めるが、生成物の流路は開いている。位置変更可能な邪魔板により、流路の断面を変更できる。
【００３０】
軸はハウジングのみならず、それに連結された排出部を貫通している。排出部域に在る軸には、生成物を再度加工することもできる搬送部材が装着されている。好適な実施態様では、生成物を排出部内の下方に押圧する搬送部材及び／又は生成物を逆送する部材が備えられている。
【００３１】
軸自体は、少なくとも２つの熱媒体を収納した温度調節区域に分割されている。熱媒体は、それぞれが温度調節されるので、一方の区域では、生成物を加熱し、他方の区域では、生成物を冷却できる。
【００３２】
更に、排出部に蒸気逃しを備えてもよい。このことは、排出部内の生成物が蒸気を含んで、生成物の疑似的な潤滑剤として作用するので、排出部の壁への付着を防ぐことになる。
【００３３】
投入口と排出部の間に、ドーム／ノズルを無くすと、充填度を高く調節することも可能となる。これにより塊が細かくなることが重要である。この操作法は、「塊の生じない方法（ｌｕｍｐ　ｆｒｅｅ　ｐｒｏｃｅｓｓ）」に相当する。
【００３４】
以下、本発明の利点、特徴及び詳細について、図面を用いて説明する。
【実施例】
【００３５】

本発明の物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行する混合混練装置Ｐは、処理すべき原料の投入口２を有するハウジング１を備えている。熱媒体を通す空間（不図示）を備えたハウジングジャケット３により、ハウジング１を加熱できる。

【００３６】

混練・清掃部材又は混練・搬送部材６を備えた２つの軸４、５が、ハウジンング１を貫通している。軸４、５は、搬送方向Ｘに伸長している。好適な実施態様では、壁７により軸４、５を分割して形成された２つの温度域により、軸４、５を加熱できるように構成されている。このようにして、温度調節用熱媒体８、９を軸４の両側に流入させることができる。

【００３７】

ハウジング１には、例えば冷却ジャケット１１を備えた排出部１０が連結されている。軸４は排出部１０を貫通しており、その貫通部分には、更に、部材６とは異なった部材６．１及び６．２が備えられている。部材６．１には、部材６の搬送棒１２とは異なった作動をする搬送棒１２．１が備えられている。すなわち、搬送棒１２．１又は部材６．１は、排出部内において生成物を下方へと押圧する。

【００３８】

部材６．２の搬送棒１２．２は、部材６の搬送棒１２の搬送方向Ｘとは逆の方向に作用するように整列されている。鏡板への負荷が軽減されるように、搬送棒１２．２は、逆送混練棒として構成されている。

【００３９】

排出部１０の下方域には、蒸気及び／又は窒素を排出するために、蒸気排出装置１３が備えられている。

【００４０】

排出部１０の上方には、加熱／冷却ができる監視窓１４が載置されている。ノズルとして形成された監視窓１４は、蒸気の還流又は、蒸気及び／又は窒素を排出する蒸気排出装置１３の代替選択肢である。

【００４１】

ハウジング１と排出部１０の移行部には、一方には堰１５が備えられ、他方には、図１に破線で示した邪魔板１６が備えられている。図２から明らかなように、堰１５はハウジングの断面の大部分を塞いでいる。上方域にのみ、生成物の流路１７が開放されている。しかしながら、図では堰１５に沿って伸長している邪魔板１６により流路１７を制限してもよい。該邪魔板は、側方の導管１８．１、１８．２及び邪魔板１６の長孔２０に挿入されたボルト１９により縦方向に案内される。邪魔板１６の少なくとも外郭部２１が、ハウジング１の外郭と適合していることが明らかである。

【００４２】

ハウジングの側面には、窒素洗浄器を有する二軸投入装置（ＥＤＳ）２２が備えられている。この装置は、特に微粉／粉末を投入するのに用いられる。

【００４３】

次に、本発明の作用につき説明する。

【００４４】

物理的、化学的及び／又は熱的工程を実行すべき任意の原料が、装置Ｐの投入口２から投入される。投入された原料は、混合・混練部材６の搬送棒１２により捕捉されて、Ｘ方向へ搬送される。搬送中に原料は混練され、剪断力を受けると同時に、場合によっては、開始剤、溶剤、触媒などが添加される。壁７よりも上流の軸の第１の領域において、ハウジングジャケット３内の熱媒体、並びに軸内の熱媒体により原料が加熱される。軸の第２の領域において、必要に応じて、軸４内の低めに温度制御された熱媒体又は冷媒により生成物が冷却される。

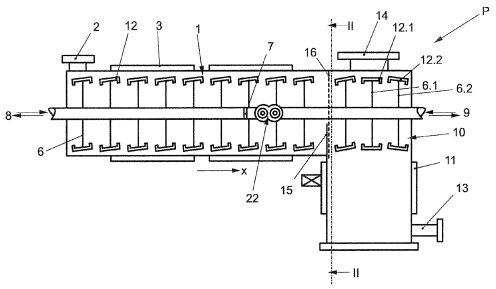
【００４５】

生成物は、堰１５によって堰止められるので、排出部１０に到達する前に、強力に混合・混練される。邪魔板１６により、流路１７の制限を調節して生成物への要求を最適化で

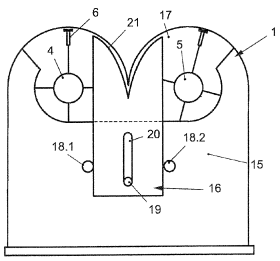
きる。
【００４６】
次いで、生成物は排出部１０に到達して、下方域において部材６．１及び６．２により押圧されるので、渋滞は生じない。生成物が付着しないように、排出部の内側はＰＴＦＥにより被覆することが好ましい。排出部における最初の蒸気逃しが良い潤滑剤となる。
【００４７】
図３～５には、ハウジングの異なった断面形状を示す。図３に示すように、本発明では、二軸のみならず、一軸も重要であると考える。二軸よりも多軸も、本発明では重要である。
【００４８】
図３において、矢印２３で示すように、堰１５．１は軸４／５の周りを回して調節できる。更に、この場合には、邪魔板１６．１は、軸４／５に近接して左側に配置されている。当然のことながら、この邪魔板は軸４／５の上方に配置してもよい。図３は、単なる例である。
【００４９】
図４には、部分的に軸４、５を取り巻く別の実施例である堰１５．２を示す。この堰の後方又は前方に、軸４／５の周りを回転可能な半円状の邪魔板１６．２又は１６．３を備えてもよい。これらの邪魔板は、図では破線で示した。
【００５０】
図５にも、堰１５．２を示すが、それぞれが、刃状の邪魔板１６．４～１６．５により、ハウジングの自由空間が変更できるように構成されている。
【００５１】
投入口と排出部の間に、ドーム／ノズルを無くして、充填度を高く調節することも可能である。注目すべきは、これにより塊が細かくなることである。この操作法は、「塊の生じない方法」と言われる。
【符号の説明】
【００５２】
１　ハウジング
２　投入口
３　ハウジングジャケット
４　軸
５　軸
６　部材
７　壁
８　温度調節用媒体
９　温度調節用媒体
１０　排出部
１１　冷却ジャケット
１２　搬送棒
１３　蒸気排出装置
１４　監視窓
１５　堰
１６　邪魔板
１７　流路
１８　導管
１９　ボルト
２０　長孔
２１　外郭部
２２　二軸投入装置
２３　矢印

P　　混合混練装置
X　　搬送方向

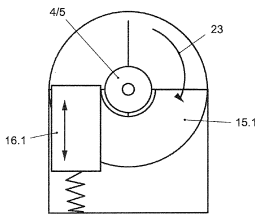
【図１】



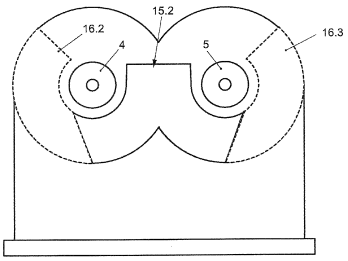
【図２】



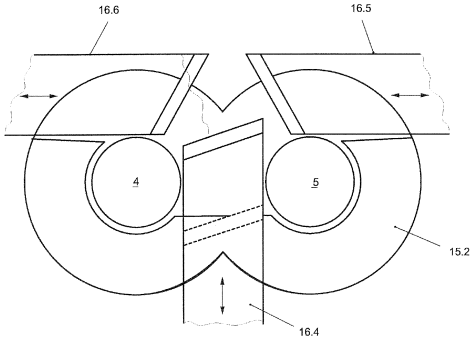
【図３】



【図４】



【図５】



フロントページの続き

(72)発明者　ヴィッテ，ダーニエル
ドイツ，７９６３９　グレンツァッハーヴィーレン，シュネッケンベルグベーク　７
(72)発明者　クンケル，ローランド
ドイツ，６０３１６　フランクフルト　アム　マイン，フォルゲルスベルクシュトラーセ　２４ａ
(72)発明者　クンツ，アルフレート
スイス，ＣＨ－４１３２　ムッテンツ，ホルダースチュデリベーク　４９
(72)発明者　リーッヒティ，ピエール
スイス，ＣＨ－４１３２　ムッテンツ，ガルテンシュトラーセ　１３

審査官　小久保　勝伊

(56)参考文献　特開２００２－１５３７４４（ＪＰ，Ａ）
国際公開第２０１２／１１１２１８（WO，Ａ１）
特開平０９－２８５７２４（ＪＰ，Ａ）
米国特許第０５２７５４８４（ＵＳ，Ａ）
特開平０９－３１３９１０（ＪＰ，Ａ）
特開２００９－２１４５１２（ＪＰ，Ａ）
特公昭４５－００７１６２（ＪＰ，Ｂ１）
特開２０１０－１０５２９６（ＪＰ，Ａ）
特表２０１１－５００３９２（ＪＰ，Ａ）
米国特許第０５７７９９８６（ＵＳ，Ａ）
米国特許出願公開第２００８／０１０１１５２（ＵＳ，Ａ１）
欧州特許出願公開第００４３８７７２（ＥＰ，Ａ１）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｂ０１Ｆ　　７／０２－７／１４、１５／０２