

SVミキサーの新用途

New Applications of SV Mixer

(化)技術部 技術第2課
石井 和 広
Kazuhiro Ishii

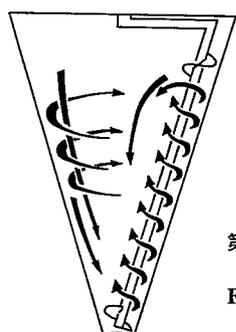
PET resin chips were crystallized and dried in the SV mixer by heating under vacuum. The chips were effectively dried up to under 30 ppm of moisture content without any powdering or blocking of chips. To shorten the drying time, we considered using the heat of stirring by increasing the screw rotating speed.

On the other hand, PPS resin powder was heat-processed in the SV mixer and the mixing characteristic etc. at high temperature were studied. To cope with high-temperature conditions over 250 °C, we tried circulating and cooling the lubricant oil in the driving mechanism.

PET(ポリエチレンテレフタレート)樹脂チップをSVミキサーにて真空下で加熱することにより、結晶化および乾燥を行った。チップの粉化やブロッキングを起こすことなく、効率よく30 ppm以下に乾燥することができた。テスト結果をスケールアップするに際し、乾燥時間を短縮するため、スクリューの攪拌熱を利用することも検討した。またPPS(ポリフェニレンサルファイド)樹脂の熱処理をSVミキサーにて行い、高温下での混合特性等を調べた。このテストのために、250 °C以上の高温下での使用に耐えるよう、駆動部の潤滑オイルを循環・冷却する方法を試みた。

まえがき

SVミキサーは、コンカルスクリューミキサーと呼ばれる容器固定形混合機一種で、これまで医薬、農薬、顔料、染料、合成樹脂、窯業、食品などの広範囲の粉粒体の混合機として使用されてきた。また、ここ数年、ファインケミカル分野を中心に真空乾燥機としても広く使用されるようになり、棚段乾燥機、コンカルドライヤー、リボンブレンダー等にとって替わりつつある。さらに最近の傾向として、SVミキサーはその独自の混合機構を有効に利用して、プラスチック樹脂の乾燥、熱処理、あるいは医薬品の混合・混練・造粒・乾燥、さらには晶析・汙過・乾燥等へと新しい用途が



第1図 SVミキサーの混合原理

Fig. 1 Mixing principle of SV mixer

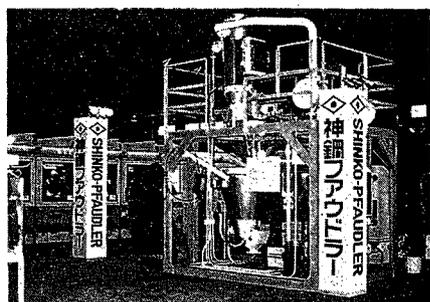


写真1 SVミキサー真空乾燥ユニット
Photo. 1 SV mixer vacuum drying unit

拡がりつつある。

粉粒体混合機としてのSVミキサーの機構、混合特性及びそのスケールアップについてはすでに述べた^{1),2)}。また、SVミキサーの応用としての真空乾燥操作についても、既に報告した³⁾。本稿では、SVミキサーの新しい用途の中から、PET樹脂チップの結晶化・乾燥及びPPS樹脂の熱処理他をとり上げ、実験結果と実機への適用をあわせて紹介する。

1. SVミキサーの特長

SVミキサーの特長について説明する。SVミキサーは第1図のように、逆円錐形容器内に自公転するスクリューを持ち、粉粒体に三次元的な対流運動を与える構造になっている。その独自の混合機構により、次のような優れた特長をもっている。

1) マイルドな混合状態が得られる。

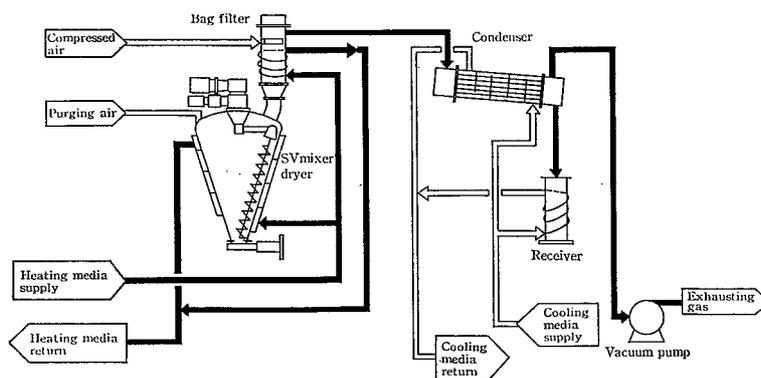
容器内には軸受がなく、スクリューはゆるやかに自公転するため、粉粒体粒子を局部的にも破壊するような箇所がなく、柔らかい結晶の混合に適している。

2) 伝熱効率が良い。

粉粒体層全体を対流混合させながら、伝熱面近くの粉粒体を強制的に攪拌するため、伝熱効率が良い。

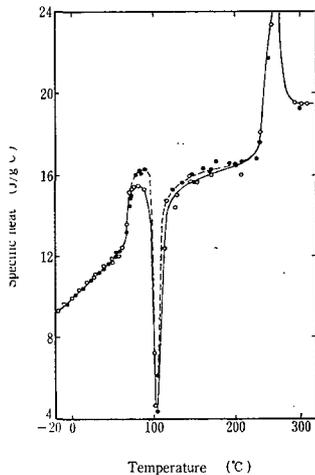
3) 消費動力が少ない。

容器内の粉粒体を全部同時に機械的に攪拌しないため、消費動力が極めて少ない。

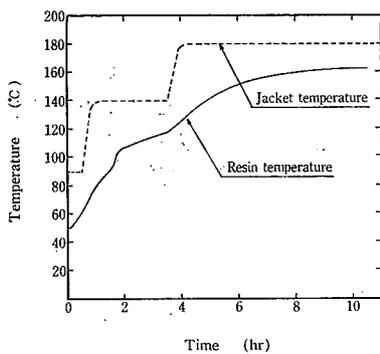


第2図 SVミキサー真空乾燥ユニット概略フロー

Fig. 2 Schematic flow of SV mixer vacuum drying unit



第3図
PET樹脂の温度
—比熱曲線
Fig. 3
Curves of specific
heat as a function
of increasing
temperature for
quenched PET
resin.



第4図
PET樹脂結晶化・
乾燥曲線
Fig. 4
Crystallizing and
drying curve for
PET resin

4) 排出が容易である。

容器形状が逆円錐形であるため、粉粒体の排出が容易である。

5) 操作性が良い。

容器固定形であるため、機器へのアクセス、計装化が容易であり、操作性が良い。

2. テスト装置の概要

テストに使用したSVミキサー真空乾燥ユニット(写真1)の概略フローを第2図に示す。本ユニットは真空乾燥形SVミキサー、バッグフィルター、コンデンサー、受液槽、真空ポンプから構成される。SVミキサーに投入された粉粒体は、真空下または大気圧下において、外套より加熱されながら、スクリュウの自公転により混合・攪拌される。

粉粒体中の湿分は蒸気となり、コンデンサー内で冷却・凝縮され、受液槽にて凝縮液として回収される。発生蒸気とともに、同伴される粉粒体はバッグフィルターにより捕集される。各機器の仕様を第1表に示す。

3. PET樹脂チップの結晶化・乾燥

PET樹脂は繊維、包装用フィルム、磁気テープのベースフィルム、食品用ボトル等に広く利用されているプラスチック樹脂である。第3図⁴⁾のようにPET樹脂は温度とともに60~80°Cでガラス転移点を通過し、約100°Cで結晶化し、220~270°Cにて熔融する。ここで紹介するテストでは、真空下でPET樹脂チップを常温から約160°Cまで加熱して結晶化・乾燥し、水分を約30 ppm以

第1表 SVミキサー真空乾燥ユニット機器仕様

Table 1 Equipment specification of SV mixer vacuum drying unit

Equipment name	Equipment specification
SV mixer	Effective volume : 100 ℓ Motor rated output : Screw : 1.5 kW Arm : 0.2 kW Rotation speed : Screw : 35~140 rpm Arm : 1~4 rpm Heat transfer area : 0.9 m ²
Bag filter	Cloth area : 0.5 m ²
Condenser	Type : Shell and tube
Vacuum pump	Type : Oil sealed rotary vacuum pump Pumping speed : 800 ℓ/min

下まで減少させた。以下にその概要を述べる。

3.1 テストの目的

数種類のPET樹脂チップについて、結晶化および乾燥を行い、主に下記の点を調べた。

- (1) 結晶化および乾燥時間
- (2) 最終水分値
- (3) チップの粉化状況
- (4) チップのベタツキによる、缶壁付着およびブロッキングの状況

3.2 テスト方法

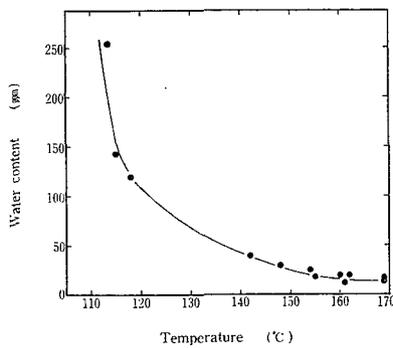
テスト装置は前述のSVミキサー真空乾燥ユニットを使用した。SVミキサー内のチップは真空下で外套より熱媒オイルにより加熱され、結晶化・乾燥した。また、外套温度、チップ温度、真空度等は連続的に自動記録した。なおチップは適宜サンプリングし、水分気化装置にかけた後、電量滴定式カールフィッシャー水分計にて分析した。サンプリング及び水分測定に当たっては、大気中の水分の影響を受けないよう、十分に配慮した。

3.3 テスト結果

テスト結果の一例を第4図に示す。なお、その時のテスト条件を下記に示す。

試料	PET樹脂
見かけ比重	約 0.8
含水率	1 wt % 以下
形状	チップ状
仕込量	約 80 kg
スクリュウ回転速度	
自 転	約 140 rpm
公 転	約 4 rpm
外套温度	
結 晶 化	90~140 °C
乾 燥	180 °C
真空度	1~10 torr

初期の結晶化段階においてはチップ中の水分が約1 wt % 以下と高いため、テストでは、上記のように外套温度を90~140°Cと比較的低温に維持して過水分解による品質の劣化を避けた。結晶化完了後は、乾燥速度を上げるため、外套温度を180°Cまで上げた。



第5図
PET樹脂チップ温度と水分
Fig. 5
Relationship between
PET resin chip
temperature
and water content

品温が約90°Cで、チップにベタツキが出てきて、流動性が悪くなった。その間、軽い壁付着が生じたが、チップのベタツキがなくなるとともに、はく離した。

品温が約100°Cで、チップのベタツキは消え、流動性は回復した。100°C前後で、結晶化(白濁)が起った。第4図からわかるように、ベタツキの生ずる90°C前後で昇温カーブの傾きは、いったん小さくなり、流動性が回復し、結晶化が始まる100°C前後で傾きが大きくなった。これは、品温約100°C前後で、チップの流動性が大きく変化し、伝熱が良くなったことと、第3図に示されたように、PET樹脂の比熱が同温度付近で変化し、熱容量が小さくなったためと考えられる。

結晶化完了後は、外套温度の上昇とともに、ゆるやかに温度上昇を続け、乾燥を終了した。乾燥チップの水分値については、サンプリングの難しさにより、若干データのばらつきはあるが、テストをくり返すことにより、真空度1~10 torr 以下では、チップ温度との間に第5図のような関係を得た。その結果、チップ温度160°Cで水分値は約30 ppm 以下となった。また、結晶化及び乾燥に要する時間はそれぞれ、

結晶化

結晶化時間：約 3 hr

外套温度：約 140 °C

乾燥

乾燥時間：約 6 hr

外套温度：約 180 °C

であった。

テスト中のチップの状況および乾燥チップを目視にて観察したところ、

- (1) 缶壁への付着はほとんど起らない。
- (2) ブロックの生成は見られない。
- (3) チップの粉化はほとんど発生しない。

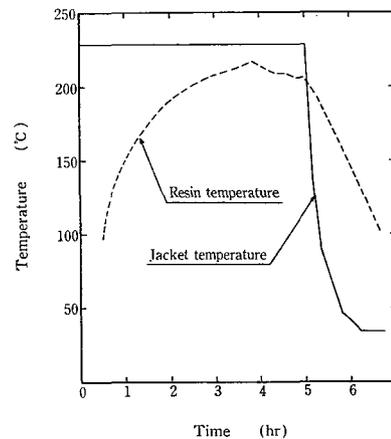
ことがわかった。

3. 4 実機への適用

以上のテスト結果をもとに、実機へスケールアップを行った。スケールアップに際しては、次の2点を考慮した。

1) スクリュー攪拌力のアップ

テスト結果より、PET樹脂の結晶化・乾燥においては、チップの昇温がほぼ律速となっていることがわかった。結晶化・乾燥時間を短縮するためには、チップへの伝熱量をいかに大きくすることができるかがポイントとなる。ま



第6図
PPS樹脂の昇降温
曲線
Fig. 6
Ascending and
descending temperature
curve of PPS resin

た、SVミキサーの場合、伝熱面積を増やすために、内部に加熱コイル等を設置することは、構造上非常に難しい。したがって、伝熱量をアップする方法としては、スクリーンの攪拌速度を上げることにより、Uを増大させ、攪拌熱を利用することを考えた。

2) 結晶化装置と乾燥装置の分離

結晶化と乾燥では、温度条件、真空条件が異なるので、ユーティリティを節減するために、それぞれ別々の専用装置とした。

4. PPS樹脂の熱処理

PPS樹脂は結晶性の熱可塑性樹脂であり、高い耐熱性、耐薬品性、電気的特性を兼ね備えたエンジニアリングプラスチックである。用途的には、電気・電子部品、自動車部品、精密機器、化学機器、OA機器、家電部品と多岐にわたっており、ここ数年急速に需要が伸びてきている。PPS樹脂の製造プロセスで、重合後、精製工程から得られた粉末ポリマーを熱処理し、さらに重合度を上げる工程がある⁵⁾。この熱処理機として、SVミキサーの適用を検討した。

4. 1 テスト目的

SVミキサーの適用を考えるに当たって、熱処理機として次の特性をテストにて調べた。

1) 昇温・降温特性

熱処理機としての、処理能力を検討するためには、昇温、熱処理、降温のそれぞれに要する時間を調べる必要がある。熱処理時間は製品のグレード等により異なるため、ここでは昇温、降温特性を調べた。

2) 混合特性

PPS樹脂粉体は、高温では非常に流動性が悪くなる傾向がある。熱処理中に混合不良があると、局部的に固化したり、品質にばらつきがでるため、操作温度範囲内で、混合不良やデッドゾーンが発生しないかチェックした。

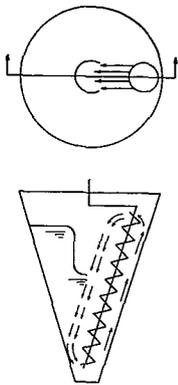
3) 付着性・排出性

高温で処理するため、缶壁およびスクリーンへの付着状況を確認し、排出性を調べた。

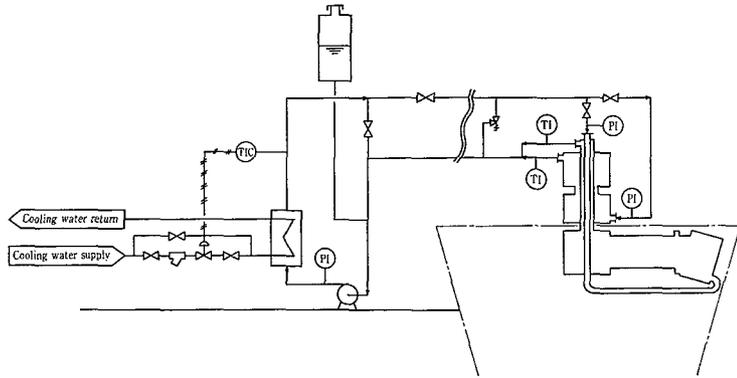
4. 2 テスト方法およびテスト結果

テスト装置は、同様に前述のテストユニットを使用した。昇温および降温曲線の一例を第6図に示す。テスト条件は以下のとおりである。

試料：PPS樹脂
見かけ比重：約 0.4



第7図
ショートパス現象時のフローパターン
Fig. 7
Flow pattern in case of
"Short-pass phenomena"



第8図 潤滑オイル循環冷却システム概略フロー
Fig. 8 Schematic flow of circulating and cooling system for lubricant oil

形状：微粉体
仕込量：約 40 kg
スクリー回転速度
自 転：100 rpm
公 転：1~3 rpm
外套温度
昇温時：約 230 °C
降温時：約 40 °C

）総括伝熱係数

昇温時のデータより総括伝熱係数Uは、次のようになっ

。

$$U \approx 15 \text{ kcal/h}$$

）混合特性

外套温度を 230 °C に設定し、品温を約 220 °C まで上させて、混合特性を目視で観察した結果、次のことがわった。

品温の上昇に伴って、やや流動性が悪化した。混合性には大きな影響はなく、全操作温度範囲にわたって、ほぼ良好な混合状態が観察された。

粉体層は十分に混合されており、缶壁とスクリーのリアランス部にも、デッドゾーンは見られなかった。

降温冷却時、公転回数を下げていくと、第7図のような粉体層の局所的なショートパス現象が観察された。公転回数を上げていくと、この現象は無くなった。これは粉体層全体の流動性が悪くなっているなかで、スクリーの公転速度を下げることににより、スクリーによってくり返し直接攪拌される一部の粉体のみが、攪拌による空気層を巻き込んで流動性が良くなり、空まわりのような状態になるためと考えられる。したがって、逆に公転速度を上げることににより、スクリーによって直接攪拌される粉体が更新されていくスピードが上昇し、粉体層内で極端な不均一状態が無くなるためと考えられる。

）付着性・排出性

排出性は非常に良く、スクリーを自公転させた状態で125の排出口より、約 1.6 t/h の速度で排出できた。排後、スクリー翼および缶壁下部に非常に薄い (1 mm 下) 付着層が観察された。

3 実機への適用

実機へのスケールアップは次の点を考慮して行った。

1) 公転軸・減速機オイルの外部冷却

実機では、外套加熱温度は 250 °C 以上となるため、缶内にある公転軸、缶体上部にある減速機の耐熱性が問題となる。そこで、第8図に示すように、オイル温度を約 100 °C 以下にコントロールするよう、外部より強制循環・冷却する方法を採用することにした。

2) 攪拌速度のアップ

昇温および降温速度を上げるため、スクリーの攪拌速度を上げた。

3) 公転速度の可変速化

上述のような、局所的なショートパス現象を避けるため公転速度をアップできるよう可変速とした。

5. その他の用途

その他の新しい用途としては、医薬品の製剤プロセスの中の打錠の前工程で、

- (1) 原料粉体の混合
- (2) 真空下でのバインダー液注入による混練・造粒
- (3) 真空乾燥を1台のSVミキサーで処理しているケースがある。

また最近では、固液反応・常圧乾燥・真空乾燥、汎用・真空乾燥、さらには晶析・汎用・真空乾燥等の用途も広がってきている。

むすび

本稿では、SVミキサーの新用途の一例として、PET樹脂の乾燥、PPS樹脂の熱処理等について、それぞれのテスト結果と実機への適用について述べた。SVミキサーは今後さらに、その独自の混合機構を有効に利用して、固相あるいは固液相処理装置として、用途を拡げていけるものと思われる。当社では、本稿で紹介した様々な操作が可能なテスト装置を保有しており、今後とも、ユーザ各位の御要望に応じて、さらに用途開発を進めていきたいと考えている。

【参考文献】

- 1) 神鋼ファウダー・ニュース Vol. 25, No. 3(1981/9), p. 1
- 2) 神鋼ファウダー・ニュース Vol. 27, No. 2(1983/5), p. 31
- 3) 神鋼ファウダー・技報 Vol. 27, No. 3(1983/10), p. 15
- 4) F.W. Billmeyer, Jr.: Textbook of Polymer Science (1984), p. 243, A Wiley-Interscience Publication
- 5) 伊保内ら：エンジニアリングプラスチック (1985), p.122, 化学工業日報社