混合・混練技術の自動化・連続化

岩 子 素 也*・林 彬*

ま え が き

一般に工業製品は複数原料の組成物である場合が多く、混合・混練・溶解などのプロセスを必要とするものがはなはだ多い。

たとえば、塗料は有機・無機顔料と展色材とからなり、展色材は各種合成樹脂、天然樹脂、重合油、繊維素誘導体を主要素とし、他に少量の塗料性能の向上をはかる添加剤と揮発分である溶剤で構成される。

塗料は、これら多種多様の原料を組み合わせる配合技術で決定され、製造技術は顔料を展色材にいかに関和、湿潤、分散させるかによるとされている。

分散ペーストの組成、すなわち、顔料および樹脂、溶剤の種類、比率、粘度などと混合・混練機の特性を相互に関連させて考慮する必要がある。

混合・混練精度は最終的な製品の品質に直接大きく影響することが多く、いろいろな装置・技術が多数開発され使用されている。分類表については文献 1) a を、また、具体的な形式・形状については文献 1) b を参照していただきたい。

次に、処理能力の増大、省力化、品質管理やプロセス制御を強化して、製品の品質を向上させることができる、密閉化、汚染防止、作業環境が改善される、設備スペースの減少、安全性の向上などからプロセスの連続化が注目されている。粉碎、分級、造粒、乾燥などの粉体プロセスの連続化が進んでいるのに比べて、混合・混練操作は一部を除いて遅々として進んでいない。

化学工学協会連続プロセス研究会が、1975 年実施した「連続粉体プロセスに関するアンケート調査」²⁾に示されるように、造粒・乾燥についてみれば連続操作はそれぞれ六十数%、五十数%を示すが、混合・混練工程に

おける連続操作は二十数%にすぎない(図-1)。

連続化したおもな理由を前出アンケートから表-1 に示す。同様に生産プロセスを連続化しにくい(または、できない)理由を表-2 に示す。

塗料製造についてみれば、多種少量生産で、他種の汚染、混入を極度にきらい、そのプロセスは一般にはバッチ式であるが、バッチ・連続を問わず、機器の選定と工程の検討により、省力化、品質向上、密閉化による汚染

図-1 操作の形態

表-1 連続化したおもな理由

理 由	大量 処理	品質 管理	密閉化 汚染防止	省力化	無記入 その他	合計
件 数(件)	56	21	3	34	23	137
百分率(%)	40.9	15.3	2.2	24.8	16.8	100

表-2 現在、生産プロセスを連続化しにくい(またはできない)各種の理由

理 由	高価格	小量多 品種を 扱う	清掃保 守が困 難	適当な 機種が ない	品質管 理に不 安があ る	無記入 その他	合計
件 数 (件)	13	47	11	7	9	40	127
百分率 (%)	10.2	37.0	8.7	5.5	7.1	31.5	100

昭和 53.1.19 受理

Automatic and Continuous Process of Mixing
or Kneading

Motoya IWAKO and Akira HAYASHI

* (株)粉研

東京都品川区西五反田 7-22-17 (〒141)

防止, 作業環境の改善, および設備スペース, 動力の減少, 安全性の向上などきわめて大きなメリットを出すことができる。

1. 混合・混練の連続プロセスと連続噴射混合

混合・混練装置は, 操作方法により回分式と連続式に分けられる。

回分混合ではあらゆる方向に成分材料の対流, 拡散, 剪断によって混合が行なわれなければならない。実際の混合機では, これら三つの混合作用はそれぞれ独立して起こっているのではなく, 同時に作用して混合が進行する。ただ, 混合機の形式や操作法によって, 各機器の特徴が強調され, 混合機の特長として現われる。

連続混合では軸方向混合と半径方向混合が考えられ, 軸方向混合は材料供給の定量性と軸方向通過時間分布と密接な関係があり, これが, また, 半径方向混合にも関係をもつものと推定される。すなわち, 成分材料の供給速度の定量性が確保され, 軸方向通過時間分布変動がなければ, その混合特性として連続混合機内の通過方向(軸方向)に対して直角方向の混合で混合度が左右されることになる。

供給速度や供給比率が時間的に変動することは, これらの変動が混合機出口部で打ち消されているほど十分な混合機のホールドアップと半径方向だけでなく, 軸方向の混合作用の大きさも要求されるわけで, 混合・混練の品質を確保するためには, 連続供給の精度と信頼性がき

図-2 フロージェットミキサー (溶解) 説明図

わめて重要である。現実には, 供給機が材料の特性に合わせて改良され, 適当な流量計を組み込んだ自動制御系を用いることによって良好な結果を得つつある。

たとえば, 連続混合装置の一つであるところのフロージェットミキサー*では成分材料の連続供給にオートフィーダー*を使用する。本機は有機・無機顔料, 湿潤材料, 微粉体等の橋かけ・付着性の強い供給困難な粉体でも定量性が高く, 連続プロセスの信頼性を確保することができる。表-3 は供給精度試験表の一例である。

つぎに, ミキサーの構造について示すと, 材料が上から下方へ流過するたて型である。たとえば, 溶解の場合について (図-2 参照), 上部胴の切線方向入口から定量流入する液体はゆるやかに旋回しながら, オーバーフローコーンの上端から薄膜状で内壁を自然流下する。一

表-3 各種原料の供給精度試験結果

単位: g

粉体名	小麦粉	P. V. C	消石灰	炭カル	タルク	白土	炭酸バリウム	弁柄	フィルムスクラップ	樹脂ペレット	樹脂ペレット
型 式	FS-J	FS-J	FS-J	FS-J	FS-J	FS-J	FS-J	FS-Q	FS-K	FR-65	FR-125
時間	36sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec
回数	36sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec	60sec
x_1	997	365	666	415	483	659	1,680	3,246	5,160	1,035	18,352
x_2	1,002	367	666	415	482	658	1,682	3,254	5,150	1,046	18,380
x_3	1,000	366	664	409	481	657	1,684	3,254	5,210	1,036	18,428
x_4	997	366	665	412	482	658	1,684	3,246	5,200	1,041	18,506
x_5	992	365	665	420	480	655	1,697	3,240	5,090	1,031	18,516
x_6	1,002	367	667	421	482	659	1,688	3,238	5,100	1,041	18,510
x_7	1,003	363	666	415	482	655	1,681	3,238	5,220	1,035	18,312
x_8	995	363	666	418	481	655	1,688	3,248	5,230	1,046	18,254
x_9	1,000	365	667	415	482	657	1,685	3,250	5,200	1,035	18,315
x_{10}	1,005	365	666	415	481	655	1,691	3,241	5,160	1,035	18,354
$\bar{x}$	999.3	365.2	665.8	415.5	481.6	656.8	1,686	3,246	5,172	1,038.1	18,393
σ	3.796	1.328	0.872	3.354	0.800	1.600	4.900	5.805	46.22	4.848	88.40
$\frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100(\%)$	±0.380	±0.364	±0.131	±0.807	±0.166	±0.244	±0.291	±0.179	±0.894	±0.467	±0.481

* フンケン

方、上部中心から正確な比率で連続供給される粉体は回転する噴射コーンの遠心力によって薄膜状に分散され、前記、液体流下膜に合流し、混合・溶解が開始される。このように、粉体混合・溶解の決め手となる粉体の一粒一粒の最初のぬれと、さらに、摩砕盤の通過せん断力による混合作用によって、連続流過中に秒速混合・溶解する。

型式は上部と下部(図-3)の組み合わせによって、表-4の各型式になり、各種の操作条件に対して最適の型式を選定することができる。

また、供給される液体粘度が高いとき、または少量の時はカバーとの隙間から押し出す方法によって液膜を形成することができる。

フロージェットミキサーは以上のことから理解されるように、粒子流体通過型で、瞬間混練分散に活用されるが、これに関連した装置にはコロイドミル dyno mill, microflow mill などがある。これらは流体、粒子の間隙通過を利用し混練分散を行なわせる型の装置である。

いまコロイドミルを取り上げてみると、これは循環型ではなく更新型である。連続混合・分散が摩砕をともなって進行する³⁾。

たとえば、一酸化鉛を希ハク酢酸水溶液に分散しペースト状にしたものをコロイドミルに通すと、粗分散の一酸化鉛が良分散され、その表面は一部酢酸鉛となる。したがって黄色ペーストはやや白色がかった黄色ペーストとなる。

一酸化鉛はさらに摩砕された状態として存在する。

ところで、前述のミルはいずれもあらかじめプレミキ

シングされた状態で混合・混練される。この点がフロージェットミキサーとことなるおもな点である。

連続噴射混合のなかで、連続溶解・乳化システムを取り上げてみよう。

このシステムは粉体と液体の連続溶解、および水と油の乳化を行なう溶解・乳化型連続噴射混合機と粉体、および液体の定量供給を行なう連続定量または連続定重量供給機との組み合わせである。まず、フロージェットミキサーを例に示そう。

入口から連続定量流入する液体はオーバーフローコーンの上縁から、薄膜状で内壁を流下する。

液体の溢流高さ、流量に関しては次の関係がある。

$$Q = C \int_0^h l \sqrt{2gh} \, dh$$

ここに、 Q : 流量、 C : 流量係数、 l : コーンの円周長、 h : 溢流高さ

さらに $Q: [l/h]$ $d: [mm]$ $h: [mm]$

とすれば、常温で水の場合

$$Q = 1.0556 dh^{3/2}$$

一方、設定比率で正確に連続定量/定重量供給される粉体は回転する噴射コーンに流下し、遠心力によって分散・展開して前記液体膜と合流、粉体の種類によって幾分異なるが、あらかじめ十分に乾燥かつ微粉化された粉体では、粉の一粒一粒のぬれから粉・液の接触が開始され、「ままこ」を作らず、さらに、混合液は摩砕盤の通過せん断力によって連続流下中に秒速混合・溶解する。

図-3 フロージェットミキサーの上・下部

表-4 上・下部の組み合わせと型式、用途

下部 \ 上部	W	D
B	MW-B 溶解 乳 化	MD-B ドライ混合
F	MW-F 加 湿 造 粒 混 練	—
J	MW-J 混 練	MD-J ドライ混合

写真-1 フロージェットミキサー溶解・乳化システム
注) ミキサーの上部にはオートフィーダーが設置されている。

図-4 MW-B 型 (溶解) 型番と能力

また、回転によって生じる負圧のため、粉じんの発生、粉体材料の吸湿などがない。写真-1 は本システムの外観である。

図-4 は型番と能力の関係を示す図表で、標準的能力 $Q[l/h]$ は D を型番と呼ぶとすれば

$$Q = 1.283 \times 10^{-3} D^{2.50}$$

で示される。また、本機の標準所要動力 $P[kW]$ 、型番 D として図-5 に示し

$$P = 2.761 \times 10^{-5} D^{1.78}$$

となる。

連続乳化する装置としては、前述のフロージェットミキサーの他に、すでに説明したコロイドミル、microflow mill、ホモジナイザー、超音波装置など知られている。

いま、O/W 型エマルジョンを調製する場合を考えてみると、フロージェットミキサーとコロイドミルでは、ほとんど同じ油滴の粒度分布を得ている⁴⁾。なお、単純かくはん機と比較すると、ミキサーとミルのいずれも良乳化効率を示している。

分散相に、 CCl_4 - n - C_7H_{16} 混合液 (比重: $1,000g/cm^3$)、連続相に蒸留水を用い、分散相濃度を 3~28% (v/v) にかえて O/W 型エマルジョンを調製したさい、フロージェットミキサーでのせん断速度は 1.94×10^6 (1/sec)、コロイドミル 5.70×10^6 (1/sec)、単純かくはん機 6.37×10^5 (1/sec) であることが報告されている⁵⁾。

混合エネルギー (erg/g) 値を比較してみると、ミキサーでは、 $1.05 \sim 1.29 \times 10^8$ 、ミル $1.05 \sim 1.29 \times 10^8$ 、かくはん機 $4.14 \sim 4.32 \times 10^9$ である。また、混合エネル

図-5 MW 型の動力

ギー効率は順に、 $4.15 \sim 7.68 \times 10^4$ 、 $1.01 \sim 2.34 \times 10^{-3}$ 、 $0.299 \sim 0.869 \times 10^{-5}$ である。なお、得られる O/W 型エマルジョンの平均径は、順に $21.7 \sim 36.7 \mu m$ 、 $7.4 \sim 18.4 \mu m$ 、および $66.1 \sim 182.0 \mu m$ であった。

実験時の各乳化機の回転数は、ミキサー 400~2,400 rpm、ミル 13,600 rpm、かくはん機 660 rpm である。

各装置の比較のなかで、次の点には留意が必要である。すなわち、間隙の大きさを $10 \mu m$ 以下にすることは、機械工作上の問題と回転摩擦熱による面の変化の問題よりむずかしいことである。この点ではミキサーとミルを比較した場合、ミルの方に問題が多いと思われる。これは前述のミキサーの機構からも理解されよう。

参考までに示すと、前述のこととの関連実験すなわちコロイドミルとプレミキシングに単純かくはん機を用いた組み合わせ乳化実験では、コロイドミル単独の乳化の場合よりも良乳化の結果が得られている⁶⁾。

つぎに、連続混練・溶解システムにおける連続噴射混合を考えてみよう。なお、関連するシステムとしては連続加湿・造粒システムがあるが、ここではこれについて触れない。

混練操作の目的は混合操作と同じく、均一な混合物を得ることであるが、混合が重力、あるいはかくはんによって粉体を移動分散するに対し、混練操作は材料が重力やかくはんだけでは取扱うことのできない粘稠な状態の物質を対象とする混合操作であり、強制的な外力による

せん断混合が支配的となる。一般に混練はその対象となる主成分の条件によって次の二通りに大別される。

(1) 固体保存型混練 粉粒体に少量の液を加えて、粉粒体の各個体を万遍なく液体で包み込む場合で、固体成分の変形、損耗は比較的少ない。

(2) 粘性流動型混練 粘性物質を主成分とし、これに微量の固体または液体添加物を分散させる場合で、粘性物質の流動変形が前提となる。したがって、混練は混合・溶解に比較して所要動力は格段に大きくなり、粘性のため分散はきわめて困難となるため、混練機構の問題とともに、連続操作と成分材料の定量性の高い連続供給が決定的な支配要因となる。

写真-2 は、フロージェットミキサー混練・溶解システムの外観である。

仕様は以下の通り。

能力 100kg/h~15t/h

比率精度 ±1%以内

動力 1.5~30kW

図-6 は本機の概略能力を示し、型番を D 、能力を W [kg/h] とすれば、 $W=7.297 \times 10^{-4} D^{2.47}$ 動力 P [kW] は図-5 のように $P=4.822 \times 10^{-4} D^{1.57}$ が回帰線になる。

表-5 は連続式混練機の馬力指数 j [kW/(m³/h)] を示す表であるが、本機の場合 2~3 で、きわめて小さいことがわかる。

今度は、以上の例に示した液/液または固/液系におけ

写真-2 フロージェットミキサー混練・溶解システム

注) ミキサーの上部にはオートフィーダーが設置されている。

図-6 MW-J 型 (混練) 型番と能力

る混合・混練に加えて、固/固系での混合をとりあげてみよう。粉体の連続ドライ混合である。粉体/粉体の混合ではその過程で種々のトラブルをおこす。この程度は粒子捕捉型 (メジャ) の装置を用いるか、粒子流体通過型 (間隙) の装置を用いるかによって大きく異なる。これは粒子挙動に関係している。なお、混合機の種類と適用範囲に関しては、その形式 (容器回転形、容器固定形、複合形) と操作方法 (回分式、連続式) で整理されている場合もあるので参照のこと⁷⁾。

ところでいずれの方式の装置を使用するにしても、粉

表-5 混練機馬力指数の一例

装置の形式		適する 混練方式	馬力指数 j [kW/(m ³ /h)]
I 横形羽根軸 回転式	a 軸回転往復式 (コニーダ)	A (B)	10~15
	b セルフ・クリ ーニング形	A, B	3~6; 6~15
	c バグミル	A	0.5~3
	d オーガー式 (真空土練機)	A	5~15
	e ベリカル・ロ ータ形	B	200
II ロール形	a フラット形	B	60~100
	b テーパー形	B	100~250
III ドラム回転形		A	1~50
IV 連続マラー形		A	1~3

注) A, Bはそれぞれ固体保存形、粘性流動形混練を意味する。

体/粉体界面挙動の考察が必要である。

いま、二種の顔料を混合した場合、当然のことであるが摩砕が関与する⁸⁾。そこで得られた混合顔料の表面性質を中心にみると以下の3ケースが考えられた。

1) 二種類の顔料が何らの相互作用を受けずに混合され、したがってその混合顔料の表面はそれぞれの顔料の両方の性質を示す。

2) 一つの顔料が摩砕によって、他の顔料を覆ってしまうため、混合顔料の表面は覆っている顔料の性質を示す。

3) 二種類の顔料は、無機粉体と無機粉体の固体反応のように、摩砕によって反応し新しい別の顔料が形成される。すなわち、混合顔料はもとの二種類の顔料とはまったく異なった表面性質を示す。

実験によって、1)~3)のいずれの結果が得られるかは組み合わせで異なる。研究例には以下のものがあるが、結果の詳細は省略する。

●二酸化チタン/ α -銅フタロシアニン⁸⁾、二酸化チタン/ γ -キナクリドン⁸⁾、アルミナ/銅フタロシアニン⁸⁾、炭酸カルシウム/ α -銅フタロシアニン⁸⁾、炭酸カルシウム/クロモフタルイエロー⁸⁾、炭酸カルシウム/炭酸マグネシウム⁸⁾

●二酸化チタン/ナイロン 12⁹⁾、炭酸カルシウム/ナイロン 12⁹⁾

●炭酸カルシウム/炭酸マグネシウム¹⁰⁾、シリカ/炭酸カルシウム¹⁰⁾

以上のことは、メカノケミストリー、トポケミストリーの考え方を活用して検討するとよい。

具体的な粉体/粉体混合を、連続的に操作できるフロージェットミキサーで考えてみよう。

図-7 粉体/粉体系のドライ混合

図-7 は、ミキサーの説明図である。本機は連続定比率供給される数種の粉体を薄膜状で展開集約を繰り返しながら、連続流過中の秒速できわめて均一に連続混合を行なうことができる。

上部空間部は冷却または加熱媒体によって任意に温度コントロールができる。

ミキサーの能力は100~10,000 l/h、動力0.4~3.7 kWである。

2. 混合・混練の連続プロセス化における連続計量供給機の役割

連続混合では数種類の成分材料の中、一つでも精度が狂えばオールアウトである。すなわち、連続システムの成否を決定するのは供給にあるといえる。しかしながら、粉粒体の高精度供給はその物性と、環境条件に左右され、付着、橋かけ、噴流、かみ込み、つまり、スリップ等のトラブルを生じやすい。

回分式配合においては、各粉体材料の計量は粉じんの発生、環境の悪化、計量精度の信頼性、人手を多く要する等、多くの問題がある。

いかに高精度の計量器をもってきても、粉体の供給操作そのものが合理化されねば改善は不可能である。

供給機の信頼性が確保されれば、パルス発信機と設定器をつけ加えることにより、きわめて簡単に高精度計量供給が可能であり、これに計重機構を加えれば定重量供給ができる。

オートフィーダーの役割については簡単に説明したので、ここではさらに実際のフィーダーについて例示すべきであるが、ここでは省略した¹¹⁾。

あ と が き

現今のきびしい経営環境に対処するためには、きわめて高度になってきたユーザーのニーズにこたえる一味違ったすぐれた製品の開発と、生産工程・装置の合理化による一ケタ以上のコストダウンをねらいたい。

それには工程全体について高度な技術的検討を加え、合理化をはからねばならないであろう。

品質とコストの決めてである生地づくりの連続自動化に的を絞って、専業の強みで努力、貢献していきたい。

参考文献

- 1) a. 日本粉体工業協会：混合機および混練機の種類、粉体と工業、7, No. 1, 49 (1975); b. 日本粉体工業協会編：'74粉体機器要覧（初版）、59~65, 233~249 (1974, 広信社); 橋本：粉体と工業、9, No. 7, 36 (1977)
- 2) 矢野：化学工学、40, No. 1, 38 (1976); 横山：

- 粉体と工業, 9, No. 7, 29 (1977); 最新粉粒体プロセス技術集成・プロセス編: 311~335 (昭 49, 産業技術センター)
- 3) 釣谷, 小石: “分散技術入門”, 日刊工業新聞社, p. 114, 128 (1977)
 - 4) 野呂: ファルマシア, 13, No. 11, 916 (1977)
 - 5) A. Takamura, S. Noro, S. Ando, and M. Koi-shi: *Chem. Pharm. Bull.* (Tokyo), 25, No. 10, 2617 (1977); *ibid.*, 25, No. 10, 2644 (1977)
 - 6) 野呂, 高村, 小石: 工業材料, 24, No. 3, 16 (1976); 野呂 (旧姓築山), 高村, 中野: 薬学雑誌, 93, 1131 (1973)
 - 7) 矢野, 宮南, 化学工場, 21, No. 8, 18 (1977)
 - 8) 川島, 目黒: 色材, 48, No. 12, 751 (1975)
 - 9) 武林, 小石: 色材, 48, No. 12, 742 (1975); 近藤, 小石: “マイクロカプセル—その製法・性質・応用—”, 三共出版, p. 80 (1977)
 - 10) 久保: “メカノケミストリー概論”, 東京化学同人, p. 79, 154 (1971)
 - 11) 岩子: 化学工場, 19, No. 8, 73 (1975); 岩子, 林: 化学工場, 21, No. 8, 23 (1977)

海外学協会ニュース

第6回ヨーロッパ色材製造者の経済会議

この会議は National Assoc. of the Chem. Ind. の塗料・印刷インキ製造者グループが組織し, European Committee of the Assoc. of Paint, Printing Ink and Artist's Colours' Manufacturers が主催する R. A. Roland (National Paint & Coating Assoc. Inc., U. S. A.) や G. W. Anderson (Paint Research Assoc., GB) 氏などの講演を予定しています。

〔期日〕 6月1~2日 (1978)

〔場所〕 Conference Room, Grand Hotel Excelsior Palace, Venice Lido (Italy)

〔内容〕 6月1日(木)

9:00~ 開会式

9:15~ 第1部 An Introduction to the Problems of Pollution, 報告とパネル討論

11:30~ 第2部 Environmental Protection, 報告とパネル討論

15:00~ 第3部 The Protection of Working Environment and Worker Safety 2日(金), 6月 Conditions, 報告とパネル討論

8:30~ 第4部 New Trends in Environmental Protection, 報告とパネル討論

15:00~ 第5部 The Protection of the Environment: Economic Implications, 報告とパネル討論

17:30~ 会長による2日間のまとめと提言

18:00~ 閉会式

〔その他〕 参加費は会員会社代表者 (250,000 リラ) など3段階になっているので, 日本からの希望者は当協会

に連絡下さい。イタリアの協会に交渉します。ベニスらしい social events や ladies' programme もあり楽しいようです。

OCCA BIENNIAL CONFERENCE, 1978

Oil & Col. Chemists Assoc. の2年に1度の会議が1978年6月20~23日に, 英国 Stratford-upon-Avon で開催される。会議のテーマは “The Challenge to Coatings in Changing World” で, 目下研究発表者を募集しています。発表希望者は題名・要旨を次に連絡下さい。

OCCA, Technical Committee

Chairman, Mr. C. N. Finlay,

Priory House, 697 Harrow Road Wembley, Middlesex, England HA0 2SF

PRA の第3回国際会議 “工業塗装に対する新技術”

Paint Research Assoc. (英国) では表題テーマで第3回の国際会議を, 1978年5月23~25日間 Excelsior Hotel (London Heathrow 空港) で開催します。

詳細は Information Department, Paint Research Association Waldegrave Road, Teddington, Middlesex, TW 11 8LD England に問合せ下さい。

1978年のFSCT年会とペイントショー

FSCT (Federation of Societies for Coatings Technology) の年会は1978年11月1~3日にシカゴの Conrad Hilton Hotel で開催されます。年会のテーマは “Coatings: The Search for Opportunities” です。同時にわが国でも有名な Paint Industries' Show が開催されます。詳細は追って本誌に掲載します。年会の講演予定者を募集中です。(ただし abstracts 締切3月1日) (K. U.)