

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5202107号  
(P5202107)

(45) 発行日 平成25年6月5日(2013.6.5)

(24) 登録日 平成25年2月22日(2013.2.22)

(51) Int.Cl.		F I		
<b>B O 1 D 21/01</b>	<b>(2006.01)</b>		B O 1 D 21/01	1 O 5
<b>B O 1 F 15/04</b>	<b>(2006.01)</b>		B O 1 F 15/04	F

請求項の数 1 (全 11 頁)

(21) 出願番号	特願2008-138997 (P2008-138997)	(73) 特許権者	306048535
(22) 出願日	平成20年5月28日 (2008.5.28)		MTアクアポリマー株式会社
(65) 公開番号	特開2009-285545 (P2009-285545A)		東京都中央区日本橋室町三丁目4番4号
(43) 公開日	平成21年12月10日 (2009.12.10)	(74) 代理人	100083688
審査請求日	平成23年5月10日 (2011.5.10)		弁理士 高畑 靖世
		(72) 発明者	堀田 浩次
			香川県坂出市昭和町2丁目4番1号 MT
			アクアポリマー株式会社坂出工場内
		(72) 発明者	青山 武嗣
			愛知県名古屋市港区昭和町17番地の23
			TOAエンジニアリング株式会社内
		(72) 発明者	渡部 英俊
			東京都港区西新橋1-14-1 東亜合成
			株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末状高分子凝集剤の混合方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

所定濃度の水溶液の粘度が異なる2種類の粉末状高分子凝集剤を粉末の状態で質量比率70/30~30/70で混合する粉末状高分子凝集剤の混合方法であって、スクリー式混合機のスクリー押し出し方向の上流側に少なくとも2台の粉体定量供給装置の粉体供給口をそれぞれ設け、前記少なくとも2台の粉体定量供給装置の粉体供給口からそれぞれ粉末状高分子凝集剤を連続的に所定供給速度でスクリー式混合機に供給すると共にスクリー式混合機のスクリーで2種類の粉末状高分子凝集剤を下流側に搬送しながら前記2種類の粉末状高分子凝集剤を混合して下流側に設けた吐出口から2種類の混合した粉末状高分子凝集剤を取り出すことを特徴とする粉末状高分子凝集剤の混合方法。

10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、粉末状高分子凝集剤を安定して連続的に均一混合する粉末状高分子凝集剤の混合方法に関する。

【背景技術】

【0002】

高分子凝集剤は、高分子量の水溶性ポリマーからなり、水中の浮遊微粒子を効率良く凝集除去できるので、各種汚水、廃水等の清澄化に多用されている。

【0003】

20

高分子凝集剤は、汚水、廃液、下水等の多様化、及び日々新規に開発される機能の異なる多種類の排水処理設備、及び装置にきめ細かく対応する必要があるため、高分子凝集剤の銘柄区分の細分化による多品種生産を余儀なくされている。

【0004】

従来高分子凝集剤のメーカーは各種モノマーで構成されるモノマー混合物を重合開始剤量、重合開始剤の種類、重合温度、重合方式等の重合条件を選択することにより、得られる高分子凝集剤の分子量を調整することで、上記要求に答えている。

【0005】

高分子凝集剤の銘柄区分は、高分子凝集剤を構成するモノマーの組成と共に、同じモノマー組成であっても0.5%塩粘度のみが異なる銘柄を数銘柄ずつ商品としてラインアップする必要がある。

10

【0006】

従来は、各銘柄ごとに重合条件を変更し、厳しい製造管理をすることで上記要求に対応していた。

【0007】

高分子凝集剤の銘柄区分は、通常0.5%塩粘度で細分化されており、予定の0.5%塩粘度を実現するために、光照射をはじめとする重合条件を厳しく管理する必要があり、工業的に製造管理するには困難が伴っている。

【0008】

製品カタログには0.2%溶解粘度と表記されている場合があるが、実際には0.5%塩粘度の結果を換算して0.2%溶解粘度としている。下記表1はMTアクアポリマー株式会社の製品カタログの抜粋である。

20

【0009】

【表1】

表1

銘柄	0.2%溶解粘度 (mPa・s)	0.5%塩粘度 (mPa・s)
C-508	370	72
C-508U	320	57
C-508UL	240	33
C-508L	200	22
C-508LL	180	16

30

【0010】

同じ単量体組成で、光照射における重合開始剤の種類と強度とを変化させることにより、0.5%塩粘度の異なる高分子凝集剤を製造した例があるが(特許文献1参照)、重合条件を厳しく管理し、0.5%塩粘度をコントロールした重合を行うのは工業的に困難である。

【0011】

また、同じ単量体組成で、光照射における重合開始剤の種類と強度を変化させて、固有粘度を変えて製造させた例(特許文献2参照)があるが、光重合開始剤を単量体混合物に均一に分散させないと、高分子重合体の粘度のバラツキが大きくなるなど、製造上の問題

40

50

がある。

【0012】

一方、高分子凝集剤を混合して所望の溶解粘度の高分子凝集剤を製造することも行われている。混合する装置としては、遊星運動型混合機、空気による流動混合装置、容器回転型混合装置などが用いられているが、いずれも粉体をバッチ式で混合するものであり、且つ、混合時間が長時間必要であり、しかも後述する比較例で示されるように、短時間で均一に混合することは困難で、工業的な生産性が低い。

【0013】

また、いずれもバッチ式の混合装置であるため、混合前の製品に端数が発生した場合は廃棄する必要があるが、バッチ式混合装置の混合性能上最適仕込み量が存在しており、常に変動する出荷量に対応する必要量だけの生産が不可能で、不良在庫が発生している。

10

【0014】

従って、2種以上の粉末状高分子凝集剤を粉末の状態連続的に混合し、所定の水溶液粘度を与える粉末状高分子凝集剤の連続的混合方法は知られていない。

【特許文献1】特開2001-335603号公報(実施例1-6)

【特許文献2】特開平4-57682号公報(実施例1-3)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0015】

本発明の目的は、2種以上の粉末状高分子凝集剤を粉末の状態連続的に混合する粉末状高分子凝集剤の混合方法であって、極めて効率的に混合することができる方法を提供することにある。

20

【課題を解決するための手段】

【0016】

上記目的を達成する本発明は、以下に記載するものである。

〔1〕 所定濃度の水溶液の粘度が異なる少なくとも2種類の粉末状高分子凝集剤を粉末の状態連続的に混合する粉末状高分子凝集剤の混合方法であって、スクリー式混合機のスクリー押し出し方向の上流側に少なくとも2台の粉体定量供給装置の粉体供給口をそれぞれ設け、前記少なくとも2台の粉体定量供給装置の粉体供給口からそれぞれ粉末状高分子凝集剤を連続的に所定供給速度でスクリー式混合機に供給すると共にスクリー式混合機のスクリーで少なくとも2種類の粉末状高分子凝集剤を下流側に搬送しながら前記少なくとも2種類の粉末状高分子凝集剤を混合して下流側に設けた吐出口から少なくとも2種類の混合した粉末状高分子凝集剤を取り出すことを特徴とする粉末状高分子凝集剤の混合方法。

30

【発明の効果】

【0017】

本発明の粉末状高分子凝集剤の混合方法によれば、2種以上の粉末状高分子凝集剤を、粉末の状態連続的に均一混合できるため、粉末状高分子凝集剤の重要な品質項目である0.5%塩粘度を予め設定した値とする粉末状高分子凝集剤混合物を容易に得ることができる。

40

【発明を実施するための最良の形態】

【0018】

以下、本発明を図面を参照にして詳細に説明する。

【0019】

図1は、本発明の粉末状高分子凝集剤の混合方法に用いるスクリー式混合機の一例を示すものである。このスクリー式混合機100は、円筒状のケーシング2内に螺旋状の回転羽根4を形成したスクリー6が収納されている。このスクリー6の回転軸8は、モータ10の回転力により回転する。前記スクリー式混合機100のスクリー押し出し方向Xの上流側には、複数(本例においては2台)の粉体定量供給装置12a、12bが設置されている。粉体定量供給装置12a、12bにおいて、13a、13bは混合す

50

るべき粉末状高分子凝集剤をそれぞれ投入するホッパーである。前記ホッパー 13 a、13 b の下端には、フィーダ 14 a、14 b が取り付けられている。このフィーダ 14 a、14 b は定量的且つ連続的にホッパー 12 a、12 b 内の粉末状高分子凝集剤を供給管 16 a、16 b に供給する。供給管 16 a、16 b はフィーダ 14 a、14 b の出口側にその一端側が連結された供給管で、他端側の供給口 18 a、18 b は前記ケーシング 2 の上流側に連結されている。

【0020】

なお、20 はケーシング 2 の下流側に連結された吐出管で、混合された粉末状高分子凝集剤混合物は吐出管 20 の下端の吐出口 22 から外部に取り出される。

【0021】

前記供給口 18 a、18 b は、ケーシング 2 の可能な限り上流側に設けることが好ましく、下流側に設ける程混合効率が低下する。供給口 18 a、18 b は、少なくともケーシング 2 の中央よりも上流側に設けることが好ましい。

【0022】

ホッパー 13 a、13 b 内の粉末状高分子凝集剤はフィーダ 14 a、14 b により、所定の流量で連続的に供給管 16 a、16 b に送られ、これらを通してケーシング 2 内に送られる。ケーシング 2 内に送られた粉末状高分子凝集剤は、ケーシング 2 内で回転する回転羽根 4 により下流（矢印 X 方向）に送られると共に粉末状高分子凝集剤同士が混合される。ケーシング 2 内で十分に混合された粉末状高分子凝集剤は、ケーシング 2 内の下流側に設けられた吐出管 20 を通り、吐出口 22 から外部に取り出される。

【0023】

粉末状高分子凝集剤の混合比は、フィーダ 14 a、14 b の供給速度により決定される。

【0024】

なお、上記例においては、粉体定量供給装置 12 a、12 b を 2 つ設けたが、これに限られず、混合する粉末状高分子凝集剤の数に応じて粉体定量供給装置を設けることができる。

【0025】

更に、スクリュウ式混合機は、一軸式混合機を用いたが、ケーシング内に 2 本以上のスクリュウを有する多軸式混合機を用いても良い。

【0026】

粉末状高分子凝集剤としては、汚泥、廃水の凝集脱水処理に用いられている高分子凝集剤のうち、粉末状のものが使用できる。カチオン性、アニオン性、ノニオン性、両性などいずれのものも使用できる。

【0027】

使用する粉末状高分子凝集剤の平均粒子径としては、特に制限はない。水に対する溶解の容易性の観点から平均粒子径は 100 ~ 200  $\mu\text{m}$  が好ましい。分子量も特に制限はない。

【0028】

なお、高分子凝集剤として、一般的に粉末状の他、液状、エマルション状のものが市販されている。粉末状高分子凝集剤は、液状のものやエマルション状のものに比べて、保存安定性が良く、保存時に性能が劣化しにくい利点がある。

【0029】

2 種類の粉末状高分子凝集剤を混合する場合、その混合比率（質量比）は、90 / 10 ~ 10 / 90 であることが好ましく、70 / 30 ~ 30 / 70 であることがより好ましい。一方が 90 質量% を超える場合は、混合効果が十分には発現出来ない虞がある。

【0030】

また、使用時に粉末状高分子凝集剤を溶解して用いることにより溶液状態の期間を短くできるため、凝集剤水溶液の性能の劣化を抑制できる。更に、粉末であるため、輸送費が安く、貯蔵に要する場所も少なく済むなどの利点がある。

10

20

30

40

50

## 【実施例】

## 【0031】

## 実施例 1

図 1 に示す粉末状高分子凝集剤連続混合装置を用いて、2 種類の粉末状高分子凝集剤を混合した。

## 【0032】

粉末状高分子凝集剤連続混合装置 100 は、直径 20 cm、長さ 2 m の回転羽根 4 をケーシング 2 内に収納しており、回転羽根のピッチは 10 cm であった。回転羽根 4 の回転数を 60 回 / 分に保った。

## 【0033】

粉体定量供給装置 12 a に粉末状高分子凝集剤 A (ジメチルアミノエチルアクリレート) の塩化メチル 4 級化物 = 60 mol % / アクリルアミド = 40 mol % の共重合体、0.5 % 塩粘度 29.0 (mPa / s) を投入し、供給速度 5.01 kg / 分で供給管 16 a に供給した。同時に粉末状高分子凝集剤 B (ジメチルアミノエチルメタクリレート) の塩化メチル 4 級化物 = 100 mol % の重合体、0.5 % 塩粘度 11.8 (mPa / s) を投入し、供給速度 11.69 kg / 分で供給管 16 b に供給した。

## 【0034】

その後、スクリー式混合機の吐出口から取り出される混合物をサンプリングしサンプル 1-1 ~ 1-6 とした。これらのサンプルの乾燥残分、0.5 % 塩粘度を測定し、混合率を算出した。

## 【0035】

乾燥残分の測定方法

アルミカップの値量を精秤する (W1 g)。風袋除去し、試料を約 2.0 g のアルミカップに採り精秤する (W2 g)。次いで、試料を 105 ± 0.5 の熱風循環乾燥器中で、90 分間乾燥する。その後、デシケーター中で約 15 分間放冷し、再び精秤する (W3 g)。下記式 (1)

$$\text{乾燥残分 (wt \%)} = (W3 \text{ g} - W1 \text{ g}) \div W2 \text{ g} \times 100 \cdots (1)$$

により、乾燥残分を求める。

## 【0036】

0.5 % 塩粘度の測定方法

500 ml のポリビーカーに蒸留水 500.0 g を正確に秤採り、試薬 1 級の塩化ナトリウム 20.8 g を加え、ジャーテスターの回転数を 200 rpm に合わせて攪拌溶解する。アルミカップに試料 2.77 g を正確に秤採り、ポリビーカー中に、試料 (粉末状高分子凝集剤) をママコにならないように徐々に添加する。4 時間攪拌溶解後、粘度測定をする。この際、溶解途中で 2 時間及び 3 時間後に攪拌を一時停止し、羽根に付着しているゲル状物を掻き落とす。恒温水槽 (25 ) 中にポリビーカーを入れて、溶解液を 25 ± 0.5 に温調後、専用粘度計を使用し粘度を測定する。専用粘度計の測定条件としては回転数 60 rpm、測定時間 5 分間、測定温度 25 ± 0.5、測定ローラー No 1、No 2 で行う。5 分後の粘度計指針の目盛板の数値を小数一桁まで読み取り、下記式 (2)、(3)

$$\text{ローター No 1 使用 } 0.5 \% \text{ 塩粘度 (mPa} \cdot \text{s)} = \text{読み値} \times 94 \div \text{乾燥残分 (wt \%)} \cdots (2)$$

$$\text{ローター No 2 使用 } 0.5 \% \text{ 塩粘度 (mPa} \cdot \text{s)} = \text{読み値} \times 5 \times 94 \div \text{乾燥残分 (wt \%)} \cdots (3)$$

により溶解液の粘度の測定値を求める。

## 【0037】

混合率の測定方法

下記式 (4) により、混合率を求める。

## 【0038】

$$\text{混合高分子凝集剤の } 0.5 \% \text{ 塩粘度 (計算値)} = A \text{ の } 0.5 \% \text{ 塩粘度} \times A \text{ の含有率 (w}$$

10

20

30

40

50

t % ) / 100 + B の 0.5 % 塩粘度 × B の含有率 ( w t % )

混合率 = ( 0.5 % 塩粘度 ( 実測値 ) / 0.5 % 塩粘度 ( 計算値 ) ) × 100 . . . ( 4 )

測定結果を表 2 にまとめた。

【 0039 】

実施例 2

高分子凝集剤 A の供給速度を 8.35 kg / 分、高分子凝集剤 B の供給速度を 8.35 kg / 分に変更した以外は、実施例 1 と同様の操作、測定を実施した。測定結果を表 2 にまとめた。

【 0040 】

実施例 3

高分子凝集剤 A の供給速度を 11.69 kg / 分、高分子凝集剤 B の供給速度を 5.01 kg / 分にした以外は、実施例 1 と同様の操作、測定を実施した。測定結果を表 2 にまとめた。

【 0041 】

【表 2】  
表 2

	混合比率	乾燥残分	0.5%塩粘度	混合率
	質量%	質量%	mPa・s	%
計算値	A/B=30/70	95.1	17.0	
1-1		95.3	15.6	91.8
1-2		95.4	15.3	90
1-3		95.2	16.2	95.3
1-4		95.2	15.4	90.6
1-5		95.4	15.3	90
1-6		94.7	15.3	90
計算値	A/B=50/50	94.8	20.4	
2-1		94.5	18.4	90.2
2-2		94.4	18.4	90.2
2-3		95.8	18.7	91.7
2-4		95	18.7	91.7
2-5		94.5	18.4	90.2
2-6		94.7	18.4	90.2
計算値	A/B=70/30	94.5	23.8	
3-1		94.9	22	92.4
3-2		94.4	23	96.6
3-3		94.6	22.9	96.2
3-4		94.6	23.4	98.3
3-5		94.5	23	96.6
3-6		94.6	23	96.6

## 【0042】

## 比較例 1

空気による流動混合装置を用いて粉末状高分子凝集剤をバッチ式で混合した。この流動混合装置は、混合槽の下端から混合槽内に空気を吹き込み、内部の粉末状高分子凝集剤を流動状態に吹き上げることにより混合する装置である。内容積3500lの流動混合装置（エアブレンダー）の混合槽に高分子凝集剤B（ジメチルアミノエチルメタクリレートの

10

20

30

40

50

塩化メチル 4 級化物の単独重合体) 1 2 8 5 k g、高分子凝集剤 A (ジメチルアミノエチルアクリレートの塩化メチル 4 級化物 = 6 0 m o l % / アクリルアミド = 4 0 m o l % の共重合体) 5 6 0 k g を投入し、空気 (空気圧 = 0 . 4 5 M p a 以上) を 1 8 回吹き込み混合した。

【 0 0 4 3 】

1 8 回の混合に要した時間は 1 8 分であった。サンプリングは空気吹き込み混合 1 2 回後 (混合時間は 1 2 分間)、1 6 回後、1 8 回後に実施した。測定結果を表 3 にまとめた。

【 0 0 4 4 】

比較例 2

直径が下端に向かって漸少になる円錐状攪拌槽内壁に沿って歳差運動をするスクリー攪拌機を備えた遊星運動型混合機 (ホソカワミクロン製 V ナウタミキサー内容積 3 0 0 0 l ) を用いて粉末状高分子凝集剤の混合を行った。まず、同混合機に高分子凝集剤 B を 1 1 8 0 k g、高分子凝集剤 A を 5 0 0 k g を投入し、2 0 分間混合した。

【 0 0 4 5 】

サンプリングは 1 2 分後、1 6 分後、1 8 分後、2 0 分後に実施した。2 0 分後にサンプリングした混合粉末状高分子凝集剤の混合率は 8 2 . 4 % であり、混合不十分の製品しか得られなかった。

【 0 0 4 6 】

測定結果を表 3 にまとめた。なお、同混合機の運転は自転回転数 6 0 回 / 分および公転回転数 0 . 8 回 / 分で運転した。

【 0 0 4 7 】

比較例 3

図 2 に示すブレンダーを用いた。このブレンダーは回転軸 3 0 に取り付けられた V 字状の混合容器 3 2 が回転することにより、内容物が混合されるものである。容器回転型混合機 (西村機械製作所製 V ブレンダー、内容積 2 0 0 0 l ) に高分子凝集剤 B を 6 3 5 k g、高分子凝集剤 A を 2 8 5 k g を投入し、2 0 分間混合した。

【 0 0 4 8 】

混合機の運転は回転速度 1 2 回 / 分で行った。サンプリングは 1 2 分後、1 6 分後、1 8 分後、2 0 分後に実施した。2 0 分後のサンプルの混合率は 8 3 . 0 % であり、混合不十分の製品しか得られなかった。測定結果を表 3 にまとめた。

【 0 0 4 9 】

10

20

30

【表 3】

表 3

	混合比率	乾燥残分	0.5%塩粘度	混合率
	質量%	質量%	mPa・s	%
計算値	A/B=30/70	95.2	17.0	
1-12		98	11.9	70.0
1-16		98	11.9	70.0
1-18		97.8	13.8	81.1
計算値	A/B=30/70	95.1	17.0	
2-12		98.5	14.2	83.5
2-16		97.5	14.4	84.7
2-18		98.4	14.2	83.5
2-20		98.6	14	82.4
計算値	A/B=31/69	95.4	17.1	
3-12		97.7	14.6	85.4
3-16		98	14.4	84.2
3-18		97.8	14.9	87.1
3-20		97.7	14.6	85.4

【図面の簡単な説明】

【0050】

【図1】本発明の混合方法で用いる粉末状高分子凝集剤連続混合装置の一例を示す側面図である。

【図2】比較例3で用いたブレンダーを示す説明図である。

【符号の説明】

【0051】

- 100 スクリュー式混合機
- 2 ケーシング
- 4 回転羽根
- 6 スクリュー
- 8 回転軸
- 10 モータ
- 12a、12b 粉体定量供給装置
- 13a、13b ホッパー
- 14a、14b フィーダ
- 16a、16b 供給管
- 18a、18b 供給口

10

20

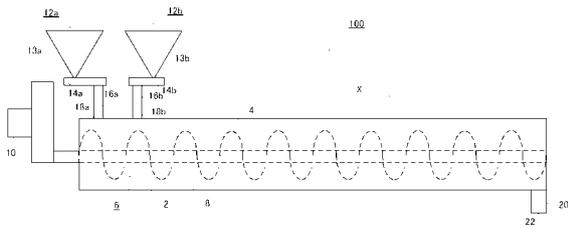
30

40

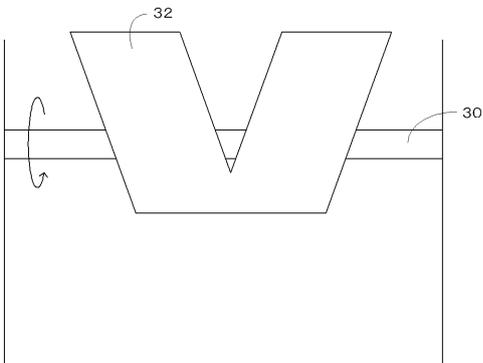
50

- 2 0 吐出管
- 2 2 吐出口
- 3 0 回転軸
- 3 2 混合容器

【図 1】



【図 2】



---

フロントページの続き

審査官 伊藤 紀史

- (56)参考文献 特開昭63-240999(JP,A)  
特開昭58-216707(JP,A)  
特開昭57-063109(JP,A)  
特開昭58-215454(JP,A)  
特開2004-000934(JP,A)  
特開昭50-144956(JP,A)  
実開昭57-043827(JP,U)  
実開昭59-005541(JP,U)  
特開平10-099367(JP,A)  
実開昭59-110036(JP,U)  
特開平10-113921(JP,A)  
特開2001-335603(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B01D 21/01  
B01F 15/04