

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4390529号  
(P4390529)

(45) 発行日 平成21年12月24日(2009.12.24)

(24) 登録日 平成21年10月16日(2009.10.16)

(51) Int.Cl.

F I

B 2 9 B 7/38 (2006.01)

B 2 9 B 7/38

B 2 9 B 7/88 (2006.01)

B 2 9 B 7/88

B 2 9 B 9/16 (2006.01)

B 2 9 B 9/16

C O 8 J 3/12 (2006.01)

C O 8 J 3/12 C E R Z

C O 8 L 101/00 (2006.01)

C O 8 J 3/12 C E Z

請求項の数 3 (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-377983 (P2003-377983)  
 (22) 出願日 平成15年11月7日(2003.11.7)  
 (65) 公開番号 特開2004-168055 (P2004-168055A)  
 (43) 公開日 平成16年6月17日(2004.6.17)  
 審査請求日 平成18年11月7日(2006.11.7)  
 (31) 優先権主張番号 特願2002-324768 (P2002-324768)  
 (32) 優先日 平成14年11月8日(2002.11.8)  
 (33) 優先権主張国 日本国(JP)

(73) 特許権者 303046314  
 旭化成ケミカルズ株式会社  
 東京都千代田区神田神保町一丁目105番  
 地  
 (74) 代理人 100151965  
 弁理士 松井 佳章  
 (74) 代理人 100103436  
 弁理士 武井 英夫  
 (74) 代理人 100108693  
 弁理士 鳴井 義夫  
 (72) 発明者 渡辺 克史  
 千葉県袖ヶ浦市中袖5番地1 旭化成ケミ  
 カルズ株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 添加剤含有熱可塑性樹脂ペレットの製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

回転混合盤を介した連続攪拌機に添加剤を加熱溶融噴霧する設備及び粉体状の添加剤を添加する設備を具備した装置を用いて、熱可塑性樹脂ペレット表面に粉体状の添加剤を添加した後、加熱溶融した添加剤を噴霧することを特徴とする添加剤を含有する熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

【請求項2】

上記熱可塑性樹脂が、ポリアミド樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、ポリオキシメチレン樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、芳香族ポリカーボネート樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、ポリオレフィン樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、ゴムのいずれかから選ばれた少なくとも1種のペレットであることを特徴とする請求項1に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

【請求項3】

上記添加剤が、ヒンダードフェノール化合物、ヒンダードアミン化合物、有機ホスファイト化合物、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸アミド、高級脂肪酸エステルから選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする請求項1又は2に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、熱可塑性樹脂ペレット表面に添加剤を付着させ、添加剤を含有する熱可塑性樹脂ペレットを製造する方法に関わる。

【背景技術】

【0002】

熱可塑性樹脂材料からなる製品は、従来から射出成形などにより成形されている。この場合、ペレットは射出成形機の高温のシリンダー内に搬送（以下可塑化と称する場合がある）され、その後熔融した樹脂は各種製品の形状に加工された金型に射出、冷却、離型させることにより製品化される。近年、環境的及び経済的観点から、成形時間の短縮が求められている。

具体的には、例えば、シリンダーの温度を従来より高温に設定し、かつ金型の温度を従来より低温にして成形を行う。あるいはホットランナーを用いた成形、製品のリサイクルを行ったりする。また部品統合の観点から製品形状の大型化、薄肉化、複雑化してきている。

【0003】

ところが、前記の如く成形条件を変え成形時間の短縮を行っただとしても、可塑化しなかったり可塑化が不安定になったりして予想に反して成形時間が逆に長くなる。ホットランナー法、製品のリサイクルでは、樹脂の熱劣化により得られた製品の性能が不十分であったり、熱分解成分の発生により製品外観に不具合を発生させる。また大型化、薄肉化あるいは複雑化した製品金型の末端まで熔融樹脂が流動しなかったり（すなわち流動性が不足の問題）、金型から製品が離型しない問題を発生させる。これらの問題を解決する方法として、従来よりヒンダードフェノール化合物、有機ホスファイト化合物などに代表される有機系熱安定剤や高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸アミド、高級脂肪酸エステルなどの滑剤を熱可塑性樹脂ペレットに含有させる技術が用いられている。特に前記の如く成形時の可塑化、離型、熱安定性を向上させるために、熱可塑性樹脂ペレット表面に有機系熱安定剤や滑剤を付着させる方法が用いられていることは当業界では周知の事実である。

【0004】

例えば、タンブラーなどを用いて、熱可塑性樹脂ペレットとミネラルオイルと添加剤などを混合し、ペレット表面に滑剤を付着させる方法がある。しかしこの方法では、添加剤をペレット表面に均一に付着させることが難しくまた添加剤の脱落しやすく、可塑化、離型、熱安定性などの性能が低下したり、脱落した添加剤が成形機ホッパーに付着するコンタミや粉塵による作業環境の悪化の問題を引き起こす。

これらの問題を解決する方法として、添加剤の一部あるいは全部を熔融させ、熔融状態でペレット表面に付着させた後、添加剤を固化しペレット表面にフィルム状に均一に添加剤を付着させる方法が用いられている。この方法を行う装置として、例えば、ヘンシェルミキサーに代表される縦型チャンバーであって内部に水平方向の攪拌装置を具備する装置が用いられる。

【0005】

しかしながらこの方法では、装置上連続的に付着させることが困難でありバッチ法で行わなければならないという経済的問題が発生する。また攪拌翼の剪断によりペレットが一部粉体化するという問題が発生する。

また、流動床型の装置が開示されている例もある（例えば特許文献1参照）。しかしながらこの装置では、ペレットを流動させるため強力な送風を必要とするため、送風装置が大がかりなという経済的な問題がある。また、協力な送風により熔融した添加剤がペレットにフィルム状に付着する前に固化しやすいため、特に融点、軟化点が高い添加剤を付着できない等の問題が発生する。

【0006】

さらに、ペレットと潤滑剤を用いて、滑剤の融点より低い温度で組合せ混合し、相互衝突と剪断力を発生させペレット表面に潤滑剤のフィルムを形成させる方法が開示されている例もある（例えば特許文献2参照）。しかしながらこの方法では、付着が不十分であったり、融点、軟化点が高い添加剤を付着できない等の問題が発生する。

【特許文献1】特開平8-239482号公報

【特許文献2】特表平8-500549号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

本発明は、熱可塑性樹脂ペレット表面に均一にフィルム状に添加剤をコーティングすることにより、ニューマーなどを用いた移送あるいは射出成形などの各種成形において添加剤の脱落などが少なく、かつ各種成形での可塑性性、離型性、熱安定性等の性能に優れる添加剤を含有する熱可塑性樹脂ペレットを製造する方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者らは、上記本発明課題を解決すべく鋭意検討した結果、回転混合盤を介した連続攪拌機に添加剤を加熱溶融噴霧する設備及び粉体状の添加剤を添加する設備を具備した装置を用いて、熱可塑性樹脂ペレット表面に添加剤を付着させることにより、上記課題を解決できることを見だし、本発明を完成させるに至った。

【0009】

すなわち本発明は、

1. 回転混合盤を介した連続攪拌機に添加剤を加熱溶融噴霧する設備及び粉体状の添加剤を添加する設備を具備した装置を用いて、熱可塑性樹脂ペレット表面に粉体状の添加剤を添加した後、加熱溶融した添加剤を噴霧することを特徴とする添加剤を含有する熱可塑性樹脂ペレットの製造方法、

2. 上記熱可塑性樹脂が、ポリアミド樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、ポリオキシメチレン樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、芳香族ポリカーボネート樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、ポリオレフィン樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、ゴムのいずれかから選ばれた少なくとも1種のペレットであることを特徴とする上記1に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法、

3. 上記添加剤が、ヒンダードフェノール化合物、ヒンダードアミン化合物、有機ホスファイト化合物、高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸アミド、高級脂肪酸エステルから選ばれる少なくとも1種の化合物であることを特徴とする上記1又は2のいずれかに記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法、

である。

【発明の効果】

【0010】

本発明の製造方法により、ニューマーなどを用いた移送あるいは射出成形などの各種成形において添加剤の脱落などが少なく、かつ各種成形での可塑性性、離型性、熱安定性等の性能やそれらのばらつきが少ないという優れた特徴を有する添加剤を付着させた熱可塑性樹脂ペレットを得ることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明で好ましく用いられる熱可塑性樹脂は、例えば、ポリアミド樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、ポリオキシメチレン樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、芳香族ポリカーボネート樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、ポリオレフィン樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、ゴム、あるいはアラミド、ポリイミド等の縮合系樹脂、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルケトンなどのポリエーテル系樹脂、ポリ塩化ビニル、ポリ塩化ビニリデン、ポリフッ化ビニル、ポリフッ化ビニリデンなどの含ハロゲンビニル化合物樹脂などから選ばれる少なくとも1種の樹脂を挙げることができる。

【0012】

中でもポリアミド樹脂、ポリフェニレンエーテル樹脂、ポリオキシメチレン樹脂、芳香族ポリエステル樹脂、芳香族ポリカーボネート樹脂、ポリフェニレンスルフィド樹脂、ポ

10

20

30

40

50

リオレフィン樹脂、スチレン樹脂、アクリル樹脂、ゴムからなどから選ばれる少なくとも1種の樹脂を用いるのが好ましい。また、本発明の樹脂ペレット表面には本発明の目的を損なわない程度で慣用的に用いられるポリアルキレンエーテル類等の帯電防止剤を展着させても構わない。

本発明の添加剤は、ヒンダードフェノール化合物、ヒンダードアミン化合物、有機ホスファイト化合物、ヒンダードアミン化合物などの有機系熱安定剤や高級脂肪酸金属塩、高級脂肪酸アミド、高級脂肪酸エステルなどの滑剤を挙げることができる。高級脂肪酸金属塩としては、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、モノステアリン酸アルミニウム、ジステアリン酸アルミニウム、トリステアリン酸アルミニウム、モンタン酸カルシウムなどを例示することができる。

10

#### 【0013】

高級脂肪酸アミドとしては、エチレンビスステアリルアミド、エルカ酸アミド、N-ステアリルエルカ酸アミド、N-パルミチルエルカ酸アミド、N-ステアリルステアリルアミド及びこれらの混合物などを例示することができる。高級脂肪酸エステルとしては、ステアリルステアレート为例示することができる。これら添加剤は1種で用いても良いし2種以上を混合して用いても良い。

また、本発明の添加剤には、本発明の目的を損なわない程度で、慣用的に用いられる添加剤、例えば顔料および染料、難燃剤、蛍光漂白剤、可塑化剤、有機酸化防止剤、熱安定剤、紫外線吸収剤、核剤、ゴム、強化剤を配合してもかまわない。

#### 【0014】

20

本発明の回転混合盤を介した連続攪拌機は、添加剤を加熱溶融噴霧する設備を備える。該添加剤を加熱溶融噴霧する装置は、加熱装置を兼ね備える。これにより低温から高温の融点あるいは軟化点を有する種々の添加剤を加熱溶融噴霧することが可能である。更に本発明の該攪拌機には、添加剤を粉体添加する装置も備える。これにより高い溶液粘度あるいは溶融粘度を有する種々の添加剤を付着させることが可能である。

#### 【0015】

本発明の装置を用いることにより、搬入口から装置内に搬入された熱可塑性樹脂ペレットに、具備された粉体添加装置から目的の添加剤を粉末状で展着させ、更に添加剤加熱溶融噴霧装置から目的の添加剤を液状あるいは溶融状態にし噴霧させる。展着・噴霧されたペレットは、回転混合盤を用いて均一にかつ効率良く攪拌され、ペレット表面に添加剤を付着させることができる。添加剤を付着させたペレットは、搬出口から連続して搬出される。

30

本発明においては、均一にかつ効率良く添加剤をペレット表面に付着させるために、使用する添加剤に応じて、装置内の温度を変化させることができる。また、装置内に窒素等の不活性ガスを流通させ、ペレットの色調等の低下を抑制してもかまわない。横型装置の温度を種々変化させる方法は、加熱した不活性ガスを流通させ加熱する方法、あるいはヒーターで加熱する方法、ジャケットに具備させ熱媒など流通させ温度制御する方法等を例示することができる。本発明の回転混合盤を介した連続攪拌機は、(株)粉研パウテックス製のフロージェットミキサーを例示することができる。

#### 【0016】

40

前記の本発明の方法で得られた熱可塑性樹脂ペレットの表面には、添加剤が強固にかつ均一にフィルム状に付着するという特徴を持つ。該「強固にかつ均一にフィルム状」という形態は、本質的にペレット表面にワニスを均一に塗布した状態の如き形態を有する。この形態は、例えばブレンダー等を用いて熱可塑性樹脂ペレットとミネラルオイルと添加剤などを混合しペレット表面に滑剤を付着させる方法(ブレンド法)とは、得られるペレット表面と全く異なる。この形態の差異は、ペレット表面を光学顕微鏡あるいは走査型電子顕微鏡(SEM)等の観察により確認できる。

#### 【0017】

具体的なペレット表面の形態の差異を述べると、本発明の製造方法により得られたペレット表面は、前述の如く添加剤の境界が識別できないほど均一、連続的に塗布されている

50

のに対し、前記従来のブレンド方法は添加剤が粒状、不均一、不連続に付着しているという大きな差異である。従って、本発明のペレットには、強固にかつ均一にフィルム状に添加剤が付着しているため、ニューマーなどを用いた移送あるいは射出成形などの各種成形において添加剤の脱落などが少なく、かつ各種成形での可塑性、離型性、熱安定性等の性能やそれらのばらつきが少ないという優れた特徴を有する。

#### 【0018】

本発明の製造方法により得られた熱可塑性樹脂ペレットは、公知の成形方法、例えばプレス成形、射出成形、ガスアシスト射出成形、溶着成形、押出成形、吹込成形、フィルム成形、中空成形、多層成形、熔融紡糸など、一般に知られているプラスチック成形方法を用いても、良好に成形加工ができる。中でも、射出成形性に優れる。

10

#### 【実施例】

#### 【0019】

以下、本発明を実施例により更に詳細に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の実施例に制限されるものではない。なお、以下の実施例、比較例において記載した物性評価は、以下のように行った。

#### 【0020】

#### [参考実施例1]

回転混合盤を介した連続攪拌機として、フォロージェットミキサー（（株）粉研パウテックス）を用いた。ジャケットにはスチームを流通させ、ジャケット温度を80℃に保った。また、該攪拌装置には、180℃に加熱できる添加剤用噴霧装置を具備した。添加剤としては、ジステアリン酸アルミニウム（融点約150℃）を用いた。該装置中にポリアミドペレット（旭化成（株）製レオナ1300）を連続的に投入した。この時ペレット温度は約60℃であった。

20

その後、加熱溶融したジステアリン酸アルミニウムを所定量噴霧し、連続的にペレットを排出した。該ペレット及びジャケット内部には、ダストはほとんど観測されなかった。また、得られたペレット表面を走査型電子顕微鏡写真で観測したところ、強固、均一にフィルム状に付着した形態で有ることが観測された。

#### 【0021】

#### [参考実施例2]

添加剤として、ジステアリン酸アルミニウムとN-ステアリルエルカ酸アミド（融点約70℃）の重量比1/1の混合物を用いる以外は実施例1と同様にして実施した。得られたペレット表面を走査型電子顕微鏡写真で観測したところ、強固、均一にフィルム状に付着した形態で有ることが観測された。

30

#### 【0022】

#### [実施例3]

回転混合盤を介した連続攪拌機として、フローージェットミキサー（（株）粉研パウテックス）を用いた。ジャケットにはスチームを流通させ、ジャケット温度を80℃に保った。また、該攪拌装置には、粉末添加装置及び、180℃に加熱できる添加剤用噴霧装置を具備した。添加剤としては、N-ステアリルエルカ酸アミド（N-パルミチルエルカ酸アミド含有物、融点約70℃）およびジステアリン酸アルミニウムを用いた。ジステアリン酸アルミニウム粉末を粉末添加装置を介して、ポリアミドペレット（旭化成（株）製レオナ1300）と同時に該装置中に所定量連続的に投入する以外は実施例1と同様にして実施した。得られたペレット表面を走査型電子顕微鏡写真で観測したところ、固体粉末が浮き出ることなく、均一にフィルム状に付着した形態で有ることが観測された。

40

#### 【0023】

#### [実施例4]

粉末添加する添加剤として、ジステアリン酸アルミニウム、Irganox 1098（チバ・スペシャルティ・ケミカルズ（株）社製N,N'-ヘキサン-1,6-ジイルビス[3-(3,5-ジ-tert-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオアミド]）の重量比1/1を用いる以外は実施例3と同様にして行った。得られたペレット表面を走査型電子

50

顕微鏡写真で観測したところ、固体粉末が浮き出ることなく、均一にフィルム状に付着した形態で有ることが観測された。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 2 4 】

本発明の方法は、熱可塑性樹脂ペレット表面に添加剤を均一に付着させることに好適に利用できる。

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I  
C 0 8 L 101:00

(72)発明者 荒巻 政昭  
千葉県袖ヶ浦市中袖 5 番地 1 旭化成ケミカルズ株式会社内

審査官 奥野 剛規

(56)参考文献 特開平 8 - 2 3 9 4 8 2 ( J P , A )  
特表平 8 - 5 0 0 5 4 9 ( J P , A )  
国際公開第 0 1 / 0 6 2 8 3 3 ( W O , A 1 )  
特開 2 0 0 2 - 1 9 1 9 5 3 ( J P , A )  
特開平 0 5 - 3 4 5 3 1 6 ( J P , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

|         |                       |
|---------|-----------------------|
| B 2 9 B | 7 / 0 0 - 7 / 9 4     |
| B 2 9 B | 9 / 0 0 - 9 / 1 6     |
| C 0 8 J | 3 / 0 0 - 3 / 2 8     |
| B 0 1 F | 3 / 0 0 - 3 / 2 2     |
| B 0 1 F | 7 / 0 0 - 7 / 3 2     |
| B 0 1 F | 1 5 / 0 0 - 1 5 / 0 6 |