

【公報種別】特許法第 17 条の 2 の規定による補正の掲載

【部門区分】第 3 部門第 3 区分

【発行日】平成 18 年 3 月 30 日 (2006.3.30)

【公開番号】特開 2004-137450 (P2004-137450A)

【公開日】平成 16 年 5 月 13 日 (2004.5.13)

【年通号数】公開・登録公報 2004-018

【出願番号】特願 2003-134921 (P2003-134921)

【国際特許分類】

**C 0 8 L 71/12 (2006.01)**

**B 2 9 B 7/38 (2006.01)**

**B 2 9 B 9/06 (2006.01)**

**C 0 8 J 3/20 (2006.01)**

C 0 8 L 25/04 (2006.01)

B 2 9 K 71/00 (2006.01)

【F I】

C 0 8 L 71/12

B 2 9 B 7/38

B 2 9 B 9/06

C 0 8 J 3/20 C E Z Z

C 0 8 L 71/12

C 0 8 L 25:04

B 2 9 K 71:00

【手続補正書】

【提出日】平成 18 年 2 月 8 日 (2006.2.8)

【手続補正 1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項 1】ポリフェニレンエーテル粉体 70 ～ 99 重量部、ポリスチレン系樹脂 1 ～ 30 重量部および必要に応じて難燃剤を、押出機を用いて熔融混練し、中間原料ペレットを造る下記 (a)、(c) の工程および (b) の配置を含む第一工程ならびに該中間原料ペレット 10 ～ 90 重量部、ポリスチレン系樹脂 90 ～ 10 重量部及び該樹脂部 100 重量部に対して難燃剤 5 ～ 30 重量部を押出機を用いて、熔融混練する第二工程からなる難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

(a) ポリフェニレンエーテル粉体を、上から下方向に向かって粉体ストックホッパー、粉体用重量式フィーダー、押出機第一供給口ホッパーの順序で供給する。

(b) ポリフェニレンエーテル粉体供給配管及びガス抜き用配管を該第一供給口ホッパー上部に、またギアボックス側からダイ方向に向かって、ポリフェニレンエーテル粉体供給配管、ガス抜き用配管の順番に配置する。

(c) ポリフェニレンエーテル粉体を該粉体供給配管に通し、ギアボックス側の壁面角度 60 ～ 85 度の第一供給口ホッパー壁面に沿って、該第一供給口に供給し、さらに粉体に含まれるガスをガス抜き配管から脱気する。

【請求項 2】第一工程において、フレキシブルコンテナ中のポリフェニレンエーテル樹脂をストックホッパーに供給することを特徴とする請求項 1 に記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 3】第一工程において、該ポリフェニレンエーテル粉体を不活性ガスと共に

ストックホッパーに供給し、粉体用重量式フィーダーを経て該第一供給口ホッパーに供給することを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 4】第一工程において、ポリスチレン系樹脂を該第一供給口ホッパーのガス抜きベント配管の下流側に供給することを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 5】第一工程において、ポリスチレン系樹脂を該第一供給口ホッパーの下部に供給することを特徴とする請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 6】第一工程において、第一供給口ホッパー内の酸素濃度が 10 w t % 未満であることを特徴とする請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 7】第一工程において、押出機のスクリュ直径  $D$  が 43 ～ 180 mm であることを特徴とする請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 8】第一工程の押出機において、下記ヨ(1)～(3)の条件で熔融混練することを特徴とする請求項 1 ～ 7 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【数 1】

$$2000 \times D^{-0.57} < N < 5000 \times D^{-0.57}$$

$N$ : スクリュ回転数 rpm

$$7 \times 10^{-3} < DLQ < 18 \times 10^{-3}$$

$DLQ$ : 無次元押出量

$$DLQ = Q / (60 \times \rho \times 2 \times 3.14 \times N \times D^3)$$

$Q$ : 押出量 kg/H

$\rho$ : 密度 ここでは、1000 kg/m<sup>3</sup>

$$60: \text{kg/H/rpm} \rightarrow \text{kg/s/rps}$$

【請求項 9】第一工程の押出機において、粉体搬送ゾーンバレル温度を 150 ～ 300 に設定し、且つ可塑化ゾーンのバレル設定温度を 250 ～ 300 に設定することを特徴とする請求項 1 ～ 8 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 10】第一工程の押出機において、真空ベントを可塑化ゾーンの下流側に少なくとも 1 箇所設け、ガス成分を減圧脱気することを特徴とする請求項 1 ～ 9 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 11】第一工程の押出機において、ブレーカープレート濾過面積を押出量 1 kg あたり 1 ～ 50 mm<sup>2</sup> に設定することを特徴とする請求項 1 ～ 10 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 12】第一工程の押出機において、スクリーンチェンジャーがプレート式スクリーンチェンジャーであることを特徴とする請求項 1 ～ 11 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 13】第一工程の押出機において、ペレットのカッティング方式がストランドカット方式、ホットカット方式およびアンダーウォーターカット方式から選ばれる一種あることを特徴とする請求項 1 ～ 12 のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 14】該中間原料ペレットのサイズを、1～6 mmの球状または円柱状にカッティングすることを特徴とする請求項 1～13のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 15】該ポリフェニレンエーテルの分子量分布 ( $M_w / M_n$ ) が、2.3～3.5であることを特徴とする請求項 1～14のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 16】第二工程の押出機が液状添加装置付きの単軸押出機であり、該押出機バレル温度を150～290 且つスクリュ回転数を100～800 rpmに設定し、熔融混練することを特徴とする請求項 1～15のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 17】第二工程の押出機が液状添加装置付きの二軸同方向回転押出機であり、バレル設定温度を150～290 且つスクリュ回転数を200～1500 rpmに設定し、熔融混練することを特徴とする請求項 1～15のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 18】第二工程の押出機において、難燃剤供給装置が、重量式液状添加フィーダーであることを特徴とする請求項 1～17のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【請求項 19】第二工程の押出機において、中間原料ペレット、ポリスチレン系樹脂および必要に応じて添加剤を第一供給口にフィードして、二軸押出機で熔融混練して得られた樹脂組成物100重量部に対して、ファイバーおよび/または強化材を5～60重量部をサイドフィードすることを特徴とする請求項 1～18のいずれかに記載の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0001

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0001】

【発明の属する技術分野】

ポリフェニレンエーテル樹脂組成物は、ロットサイズが小さいものから大きいものまであり、且つグレード数が多く、着色も多種である。しかも、ポリフェニレンエーテル樹脂は、粉体で且つハンドリングの難しい樹脂のため、ポリフェニレンエーテル粉体を押出機で熔融混練するには、押出機一台毎に特殊な粉体供給設備を要する。

本発明は、生産性、物性及び着色性に優れた難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法に関する。

【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0007

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0007】

(5) ポリフェニレンエーテル中間原料の種類が多いと、第一工程では、品種切り替えロスが多くなり、生産性低下を起こし、生産計画が複雑になり、労力が増加する。

これらのポリフェニレンエーテル粉体の課題を解決することが求められている。

しかしながら、先行技術では、これらの課題に対して十分とは言えない。

本発明は、生産性、物性及び着色性に優れた難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法を確立することを目的とする。

【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0048

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0048】

〔製造7〕

窒素バージを止めた以外は、製造1と同様に製造した。酸素濃度が高いため、異物が多かった。得られた組成物を中間原料種dとした。詳細を表1に示す。

【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0054

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0054】

押出量：500kg/H

金属メッシュ：20番/60番/20番/100番を組み合わせた金属メッシュをプレートカープレートに張り付けた。

ダイプレート：4mmの穴径25穴

ストランドバスの長さ：5m

ストランド水：40

ストランドは、ストランド水に2m浸漬したのち、空冷し、エアワイパーでストランド表面に付着している水を吹き飛ばした。

ストランドのペレタイザーの入り口温度：140

【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0056

【補正方法】削除

【補正の内容】

【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0057

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0057】

【実施例1】

第一工程で得られた中間原料a 76.5重量部及びエーアンドエムミ製ハイスゴムのH9302 11.5重量部及び酸化チタン2重量部を均一混合し、重量式フィーダーから供給し、難燃剤（大八化学製）は、重量式難燃剤フィーダーに仕込み、12重量部添加した。押出量は、500kg/Hに設定した。着色性もで、物性も良好であった。

【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

【表 1】

中間原料種	製造例1	製造例2	製造例3	製造例4	製造例5	製造例6	製造例7
PPE 還元粘度	a	b	c				d
Mw/Mn	0.51 2.90	0.51 2.90	0.51 2.90	0.51 2.90	0.51 2.90	0.51 2.90	0.51 2.90
PPE供給方法	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー
PPE重量部	85	85	85	85	85	85	85
PS重量部	15	15	15	15	15	15	15
安定剤	1	1	1	1	1	1	1
PPE供給配管	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間	ギアボックス側 中間
ガス抜き配管				ギアボックス側 ダイ側	ギアボックス側 ダイ側	ギアボックス側 ダイ側	ギアボックス側 ダイ側
PS系供給配管	ダイ側	ダイ側	ダイ側	ダイ側	ダイ側	ダイ側	ダイ側
ホッパ角度 度	70	70	70	70	40	70	70
搬送ゾーンバレル温度 °C	260	260	260	260	260	260	260
酸素濃度 wt%	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	3.2	21
異物	0	13	27	15	—	—	54
運転安定性	安定	安定	安定	ガス抜き不良のため、パウダーが第一供給ホッパに貯まった 運転不可能	ガス抜き不良のため、パウダーが第一供給ホッパに貯まった 運転不可能	重量式フィーダーで粉体が液化化現象を起こし、粉体が押出機供給口ホッパに充満した 運転不可能	安定
押出量 kg/H	3030	1500	3030	3030	3030	3030	3030
回転数 rpm	300	300	500	300	300	300	300
無次元押出量	0.0107	0.0054	0.0064	—	—	—	0.0107

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0061

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0061】

【表2】

	製造例9	製造例10
	f	g
PPE還元粘度	0.51	0.51
Mw/Mn	2.00	2.90
PPE供給方法	フレコン/ストックホッパー	フレコン/ストックホッパー
PPE重量部	85	60
PS重量部	10	40
安定剤	1	1
PPE供給配管	ギアボックス側	ギアボックス側
ガス抜き配管	中間	中間
PS系供給配管	ダイ側	ダイ側
ホッパー角度 度	70	70
搬送ゾーンパレル温度 °C	260	260
酸素濃度 wt%	3.2	3.2
異物	0	0
運転安定性	安定	安定
押出量 kg/H	3030	4080
回転数 rpm	300	300
無次元押出量	0.0107	0.0147

【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0063

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0063】

【発明の効果】

以上説明したように、本発明の難燃ポリフェニレンエーテル樹脂組成物の製造方法は生産性に優れ、得られた樹脂組成物は優れた物性及び着色性を有する。