

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4227522号
(P4227522)

(45) 発行日 平成21年2月18日(2009.2.18)

(24) 登録日 平成20年12月5日(2008.12.5)

(51) Int.Cl.	F 1
B29B 9/06	(2006.01)
B29K 23/00	(2006.01)
B29K 25/00	(2006.01)
B29K 33/04	(2006.01)
B29K 69/00	(2006.01)
B29B	9/06
B29K	23:00
B29K	25:00
B29K	33:04
B29K	69:00

請求項の数 16 (全 9 頁)

(21) 出願番号	特願2003-554400 (P2003-554400)
(86) (22) 出願日	平成14年12月5日 (2002.12.5)
(65) 公表番号	特表2005-512850 (P2005-512850A)
(43) 公表日	平成17年5月12日 (2005.5.12)
(86) 國際出願番号	PCT/EP2002/013785
(87) 國際公開番号	W02003/053650
(87) 國際公開日	平成15年7月3日 (2003.7.3)
審査請求日	平成17年4月1日 (2005.4.1)
(31) 優先権主張番号	M12001A002708
(32) 優先日	平成13年12月20日 (2001.12.20)
(33) 優先権主張国	イタリア (IT)

(73) 特許権者	502198696 ポリメーリ エウローパ ソシエタ ペル アチオニ POLIMERI EUROPA S. P. . A.
	イタリア国 ブリンディシ イ-7210 O ビア・エ・フェルミ 4 VIA E. FERMI 4, 1-72 100 BRINDISI, ITALY
(74) 代理人	100082005 弁理士 熊倉 賢男
(74) 代理人	100084009 弁理士 小川 信夫
(74) 代理人	100084663 弁理士 箱田 篤

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置であって：

a) 円筒形のボディからなるダイであって、複数の押出し孔を備えた複数の小さいプレートを外表面に含み、また穿孔された小さいプレートに対応し且つこれに接続されて円筒形ボディの内部に配置された、40 W/mKよりも高い熱伝導率を有する材料でライニングされた複数の溶融ポリマー供給ダクトを含むダイと；

b) 切断された顆粒を冷却および除去するために使用され、ダイに対して噴霧およびスプレーされた温度調節液の液滴ジェットを形成する、一組のスプレーノズルを有する切断チャンバ；

c) 回転シャフトに緊密に束縛された切断プレートを有する切断システムであって、切断プレートが一組のナイフを支持し、該ナイフの配置が当該切断システムに面したダイの表面に関して放射状であるようになっている切断システムと；

からなり、ダイのボディが温度調節されて、ポリマーの軟化点以上の温度に維持されることを特徴とする装置。

【請求項 2】

溶融ポリマーの供給ダクトが40 W/mKよりも高い熱伝導率を有する金属でライニングされる、請求項 1 に記載の装置。

【請求項 3】

供給ダクトが、孔の数が 1 以上である穿孔された小さいプレートを通して顆粒化すべき

ポリマーを引抜く、請求項 1 又は 2 に記載の装置。

【請求項 4】

孔が0.2 mmよりも大きい直径を有する、請求項 3 に記載の装置。

【請求項 5】

押出し孔が、溶融ポリマーの各供給ダクトに対応させてダイ上に直接配置される、請求項 1 に記載の装置。

【請求項 6】

熱可塑性ポリマーが、ポリスチレン(PS)、高衝撃ポリスチレン(HIPS)、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン、関連のPS/PE(またはHIPS/PE)アロイ、SAN、ABS、ポリメチルメタクリレート、ビスフェノールA由来のポリカーボネート、関連のアロイ、スチレン-ブタジエン共重合体、熱可塑性ゴムから選択される、請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の装置。

10

【請求項 7】

熱可塑性ポリマーがそのまま押出されるか、またはC₃-C₆脂肪族炭化水素、フレオン、二酸化炭素、水、メチルアルコール、イソプロピルアルコールから選択される発泡剤もしくはこれら発泡剤の組合せを1~10質量%の量で添加して押出される、請求項 6 に記載の装置。

【請求項 8】

温度調節液が、水、およびグリセリン、鉛油、またはシリコーン油から選択され、一以上のスプレーノズルによって液滴の形態でダイに対して噴霧およびスプレーされる、請求項 1 ~ 7 の何れか 1 項に記載の装置。

20

【請求項 9】

温度調節液が、10 からポリマーの軟化点までの温度に維持される、請求項 8 に記載の装置。

【請求項 10】

ノズルが、ダイに対して直角および/または接線位置に配置され、またはナイフに固定される、請求項 1 ~ 9 の何れか 1 項に記載の装置。

30

【請求項 11】

ノズルがブレードホルダディスクの背後に配置される、請求項 1 ~ 10 の何れか 1 項に記載の装置。

【請求項 12】

発泡性の熱可塑性ポリマーを顆粒化する場合、切断チャンバが0.1~10 MPaの圧力で動作する、請求項 1 ~ 11 の何れか 1 項に記載の装置。

【請求項 13】

ナイフが1個以上である、請求項 1 ~ 12 の何れか 1 項に記載の装置。

【請求項 14】

ナイフがステップ形状であり、且つダイに対して放射状の切断エッジを備えている、請求項 1 ~ 13 の何れか 1 項に記載の装置。

【請求項 15】

熱可塑性ポリマーが発泡性である、請求項 1 に記載の装置。

40

【請求項 16】

水が、付着防止剤を含む、請求項 8 に記載の装置。

【発明の詳細な説明】

【発明の詳細な説明】

【0001】

本発明は、熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置に関する。

より詳細に言えば、本発明は、熱可塑性ポリマー、例えば任意に発泡性の芳香族ビニルポリマーを熱顆粒化するための装置に関する。

更に詳細に言えば、本発明は、ポリスチレンおよび発泡性ポリスチレンを熱顆粒化するための装置に関する。

50

【0002】

文献中で知られている熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置は、一般に下記を有する：

- ・加熱される穿孔されたボディからなるダイ；
- ・例えは発泡性ポリマーのために加圧下に維持することができる、顆粒を切断および収集するチャンバ；
- ・回転駆動シャフトと、該駆動シャフト上に支持されたブレードホルダディスクと、前記ダイの外側に対する前記ブレードの位置決め装置とから本質的になる切断システム；
- ・切断された顆粒を冷却および放出するための、前記切断チャンバ内のサーモスタット調節された流体（一般には水）の供給および分配システム。

溶融状態の前記熱可塑性材料は、前記ダイの孔を通して押し出され、それがダイを出るときに前記回転ブレードによって切断され、こうして得られた顆粒はサーモスタット調節液によって冷却および除去される。

種々のヘッド切断顆粒化装置が知られているが、実際の実施形態において、それらは技術的要求を完全には満足していない。例えは、ブレードの作用によってダイから出て行くポリマー流を分割し、こうして形成された顆粒を遠心効果によって除去する一方、冷却段階は主に流体リング（例えは水、または空気）で得られるような、「乾式切断」顆粒化装置が知られている。しかし、これらの装置は、特に高粘性ポリマーの存在下では高い流速を保証できないだけでなく、ミクロ顆粒をナイフから除去するために遠心効果が充分でないという事実によって、小さい直径の顆粒（ミクロ顆粒）を製造するためには適さない。

【0003】

他の顆粒化装置は、「水中切断（underwater cutting）」装置として知られるものであり、これは乾式切断装置よりも大きな流速を保証するが、次のような他の欠点を有している：

- ・結果としてダイまたは切断水の高温を必要とする、水／ポリマーの高い熱交換；
- ・切断チャンバ内の作動圧が充分に高くない場合、または回転数が高すぎる場合の、切断ナイフの後方における空洞形成の可能性；
- ・切断の際の故障により生じた顆粒化の停止および再開による、長く且つ面倒な再開手順。結果として材料の浪費を伴う。加えて、切断チャンバ内での介入なしに、その後に複数回の再起動を行うことは不可能である；

【0004】

英国特許第1,062,307号に記載された公知のもう一つの装置は、水ジェットの下で行われる「スパゲッティ切断」として知られているが、これは以下のような欠点を有する：

- ・スパゲッティ法によって切断された顆粒は強く配向しており、その結果、ストレスを完全に除去することにより許容可能な製品を調製するのが極めて困難である；
- ・顆粒は大気圧で切断され、また部分的に冷却されるに過ぎず（65～70℃）、従って、望ましくないミクロ膨張の形成を助長する発泡性ポリマーには適さない。これら顆粒の加工性および構造は許容可能ではない；
- ・発泡性ポリマーの場合に、押出し機の流速は、機能的条件、ポリマーの密度、または発泡剤（ペンタン）の流速等の小さな変動に関連して変化する可能性があるので（ベースの粘度に強く影響する事実）、採用される切断システムは不規則な顆粒を調製する。事実、例えは、ブレードのエッジ自身をプレートから除去し易い如何なる急激な作用にも対抗できる、ブレードに結合されたコントラスト素子で切断の規則性を保証することは不可能である；

・ダイにおける供給チャンネルは、ポリマーの均一な温度を保証せず、押し出しにおける不安定さを生じる。事実、金属と接触したポリマーは内側のポリマーの温度よりも温度が高く、従ってより大きな流動性を有する。

剛性のブレード切断システムを備えた顆粒化装置も知られているが、これは品質の低い顆粒を生じるだけでなく、ブレードとダイの間の潤滑が単純な水の膜で行われており、従って非常に有効ではないので、この両者に過酷な磨耗を生じる。

10

20

30

40

50

【0005】

本発明の目的は、公知の装置を特徴付ける欠点を克服し、従って、ポリマーの一定で且つ高い流速を保証することができ（即ち、溶融ポリマー供給ダクトのエッジと中心との間の温度勾配を回避するために、押し出し孔までの均一な熱流を維持することができ）、如何なるサイズの規則的な顆粒の製造をも可能にし、内部ストレスを容易に除去でき、ブレードおよびダイの磨耗が少なく、中断後に容易に再開できる、発泡性熱可塑性ポリマーの熱顆粒化のための装置を提供することである。

【0006】

今回、出願人は、任意に発泡性の熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための、下記を有する装置によって上記目的を達成することが可能であることを見出した：

10

a) 円筒形のボディからなるダイであって、複数の押し出し孔を備えた複数の小さいプレートを外表面に含み、また穿孔された前記小さいプレートに対応し且つこれに接続されて前記円筒形ボディの内部に配置された、高熱伝導率を有する材料でライニングされた複数の溶融ポリマー供給ダクトを含むダイ；

b) 一組のスプレーノズルを有する切断チャンバであって、前記スプレーノズルが前記ダイに対して噴霧およびスプレーされたサーモスタッフ調節液の液滴ジェットを形成し、該液滴ジェットが、切断された顆粒を冷却および除去するために使用される切断チャンバ；

c) 回転シャフトに緊密に束縛された切断プレートを有する切断システムであって、前記切断プレートが一組のナイフを支持し、該ナイフの切断プロファイルは当該切断システムに面した前記ダイの表面に関して放射状であるようになっている切断システム。

20

【0007】

本発明によれば、前記ダイは、溶融状態にあるポリマーの高い流速を保証することができ、またダクトの中心におけるポリマーの冷却を回避するために、均一な熱流をダクトの自由端に運ぶことができる。こうして、押し出し機の均一な流速が保証され、結果的に顆粒の均一なサイズが保証される。

この結果を得るために、ダイのボディはサーモスタッフ調節され、ポリマーの軟化点の近傍の温度またはそれよりも高い温度に維持される。該サーモスタッフ調節は、この分野で知られた何れかの手段、例えばダイのボディ内に配置された電気抵抗または適切なチャネル内の熱流体を用いて得ることができる。

30

【0008】

ポリマーの供給ダクトは、例えば相互に平行な向き、またはダイの軸に平行な向き（切断システムの回転軸と実質的に一致する）に配置することができ、また40 W/mKよりも高く、好ましくは100 W/mKよりも高い熱伝導率を有する金属でライニングされる。これら金属の例は、銅、銀、金である。

該供給ダクトは、得られる流速に関して変化する孔の数によって特徴付けられる穿孔された小さいプレートを通して、顆粒化すべきポリマーを引抜く。この孔の数は1以上、例えば4~10であることができる。孔の直径は、製造すべき顆粒のタイプおよび直径に依存して、0.2 mmよりも大きく、典型的には0.2~5 mm、好ましくは0.3~1.5 mm、更に好ましくは0.4~1 mmである。

40

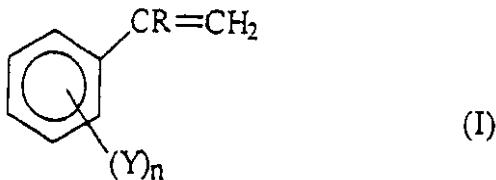
本発明の別の実施形態によれば、前記の小さいプレートを省略して、押し出し孔を、溶融ポリマーの各供給ダクトに対応させてダイ上に直接配置することができる。

【0009】

如何なる熱可塑性ポリマーも、本発明の目的である顆粒化装置のダイを通して押出すことができる。典型的な例は、ポリオレフィン、ポリカーボネートおよびポリエチレンのような縮合（共）重合体、エンジニアリングポリマー、およびビニル芳香族モノマーに由来するポリマーであり、これらは全て発泡性の形態であってもよい。

ここでの説明および特許請求の範囲において用いる「ビニル芳香族モノマー」の用語は、本質的に、以下の一般式に対応した生成物を意味する：

【化1】



ここで、Rは水素またはメチル基であり、nはゼロまたは1~5の整数であり、Yは塩素もしくは臭素のようなハロゲン、または1~4の炭素原子を有するアルキル基もしくはアルコキシ基である。

上記一般式を有するビニル芳香族モノマーの例は、スチレン、-メチルスチレン、メチルスチレン、エチルスチレン、ブチルスチレン、ジメチルスチレン、モノ-、ジ-、トリ-、テトラ-およびペンタ-クロロスチレン、プロモ-スチレン、メトキシ-スチレン、アセトキシ-スチレン等である。好ましいビニル芳香族モノマーは、スチレンおよび-メチルスチレンである。

一般式(I)を有するビニル芳香族モノマーは、単独で、または50質量%以下の他の共重合可能なモノマーとの混合物として使用することができる。これら共重合可能なモノマーの例は、(メタ)アクリル酸；アクリル酸メチル、メタアクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタアクリル酸エチル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸ブチルのような(メタ)アクリル酸のC₁-C₄アルキルエステル；アクリルアミド、メタクリルアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリルのような(メタ)アクリル酸のアミドおよびニトリル；ブタジエン、エチレン、ジビニルベンゼン、無水マレイン酸等である。好ましい共重合可能なモノマーは、アクリロニトリルおよびメタクリル酸メチルである。

本発明の装置を用いて顆粒化できる熱可塑性ポリマーの典型的な例は、ポリスチレン(PS)、高衝撃ポリスチレン(HIPS)、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン、関連のPS/PEアロイ、SAN、ABS、ポリメチルメタクリレート、ビスフェノールA由来のポリカーボネート、関連のアロイ、スチレン-ブタジエン共重合体、一般には熱可塑性ゴムである。

上記ポリマーはそのまま押出しができ、或いはC₃-C₆脂肪族炭化水素、フレオン、二酸化炭素、水、メチルアルコール、イソプロピルアルコールから選択される発泡剤またはこれら発泡剤の組合せを、1~10質量%の量で添加してもよい。

【0010】

切断チャンバの内部では、切断システムによって押出されたポリマーが顆粒化され、またダイに対して噴霧およびスプレーされることによりミストを形成するサーモスタット調節液の液滴ジェットによって冷却される。この液体は、一般的には任意に付着防止剤が添加された水、またはグリセリン、エチレングリコール、鉛油、シリコーン油等、またはこれらの混合物からなり、また10℃から前記ポリマーの軟化点までの温度に維持される。

上記サーモスタット調節液は、例えば、ダイに対して直角および/または接線位置に配置された、またはナイフに固定されたスプレーノズルによって、前記ダイに対してスプレーされる。このスプレーノズルは、好ましくはブレードホルダディスクの背後に配置されており、ナイフによる突出した表面が、ナイフ自身の形状、および/またはブレードホルダディスクおよび/またはスプレーされた液滴の回転速度によって、ダイ上での液滴の流れを調節するようになっている。

このサーモスタット調節液は、切断された顆粒と共に切断チャンバの底に回収され、任意に更なる冷却液を添加されて、後続の処理のために放出および送給される。

発泡性の熱可塑性ポリマーを顆粒化する場合には、顆粒が予め発泡してしまう危険を排除するために、切断チャンバは加圧下に置かれる。この動作圧力は、一般的に0.11~10 MPaである。

【0011】

切断システムは、本質的に、その上に2個以上のナイフが固定されたプレートからなっ

10

20

30

40

50

ている。該ナイフの数および寸法は、ダイにおけるダクトの数および寸法、または顆粒化すべきポリマーの種類（即ち、それが高粘度もしくは低粘度の何れのポリマーであるか）に関連して変化することができる。一般には、1個以上、好ましくは2~40個のナイフ数が用いられる。

これらのナイフは一般にステップ形状を有しており、これにより均一な磨耗が保証され、該ナイフは破断することなく屈曲することができ、複数回の開始動作を著しく容易にする。更に、放射状に配置されたステップ形状のナイフは、ポリマーを効果的に切断する目的を有するだけでなく、ダイに対して噴霧されたサーモスタッフ調節液の流れを分割して、それを間欠的かつ不均一にする目的をも有している。

このナイフは、例えばヨーロッパ特許出願第266,673号に記載されているような、特定の位置決めシステムによって維持されるダイに対するスラストに起因して、一定の圧力で動作する。この位置決めシステムは最適な圧力が働くことを可能にし、該圧力は、顆粒の均一な切断を保証して凝集体の形成を回避するために充分に高いが、ナイフおよびダイの磨耗を制限するために、過剰に高くはない。

これは、寸法および温度に関する顆粒の定量的不变性を保証する（一定した圧力は、溶融ポリマーの周囲環境との熱交換を遙かに均一且つ一定にする）。事実、ダイの中のポリマー圧力は、添加剤（例えば抗酸化剤、ワックス、色素、不活性充填剤、発泡剤等）の分子量および分布の両者に関連して、供給製品の不均一性に関して変化することが知られている。

【0012】

熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置の始動は、次の三つの段階からなっている：

- i) ポリマーなしで、ダイにサーモスタッフ調節液または水をスプレーすることによるダイの予備冷却；
- ii) サーモスタッフ調節液なしで数秒間ダイを加熱して、スプレーされた流れの分割または合流により、動作温度に到達させる。
- iii) 水およびポリマーを同時に供給することにより始動させる。

これら三つの段階は、切断ヘッドを開く必要なく、開いた孔のパーセンテージを自由孔の100%まで最適化するために、数回反復することができる。この手順は、顆粒化動作の間に何時でも繰り返すことができる。

本発明の目的である顆粒化装置の運転は、液滴のジェットが形成される前に、付着防止添加剤をサーモスタッフ調節液の中に連続的またはバッチ式に添加して使用することにより、更に容易にすることができる。これらの添加剤は金属上に非常に薄い層を形成するので、ブレードが徐々に汚染されるのを防止することによって、ビーズをナイフから取外すのを容易にし、従って長時間の実施のための完全な切断をも保証する。

本発明による好ましい付着防止剤は、水の中に溶解または乳化可能な、ポリジメチルシリコンのようなポリシリコサン類である。噴霧前にサーモスタッフ調節液の中に添加されるポリシリコサンの量は、1 ppm以上、好ましくは1~1000 ppm、更に好ましくは10~100 ppmである。

【0013】

本発明の目的である、任意に発泡性の熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置は、本発明の例示的かつ非限定的な実施形態を示した添付の図面を参照することによって、更に良く理解できるであろう。

図1は、円筒形のボディ（2）から実質的になり、その中には、溶融ポリマー（5）を供給するための、高熱伝導率を有する材料（4）でライニングされたダクト（3）が存在するダイ（1）の平坦な断面を示す概略図を表している。ダクト（3）は、穿孔された小さなブレード（6）を通して外側に伸びている。電気抵抗（7）は、ダイの円筒形ボディを正しい温度下に維持する。

図2は、対応する切断システム（9）に関連した切断チャンバ（8）の平坦な断面の概略図を表している。この切断チャンバは、ダイ（1）に合致する容器（10）から実質的にな

10

20

30

40

50

っており、該容器には出口(11)が設けられ、そこからはサーモスタッフ調節液と混合された顆粒の混合物(12)が回収される。この切断システムは、ダイ(1)に面し且つ回転シャフト(14)に緊密に固定されたブレードホルダディスク(13)を備えている。ダイ(1)に対して放射状に配置されたステップ状の切断エッジ(16)を備えたナイフ(15)が、ブレードホルダディスクに束縛されている。容器(10)の背面に束縛されたスプレーノズル(17)は、ブレードホルダディスクの背後に配置されており、これは図示されていない高圧ポンプによって供給され、サーモスタッフ調節液を噴霧して、それを液滴または微小液滴の形態でダイに吹き付ける。

図3は、ブレードホルダディスク(13)の背面部分の概略図を表しており、その上には、例示のためだけであるが、放射状にエッジが配置された8個のナイフ(15)が配置されている。

【0014】

この任意に発泡性の熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための装置は、下記の利点を提供する。

- ・サーモスタッフ調節液の液滴のジェットによる、顆粒の最適な冷却；
- ・サイズに関する顆粒の量的不变性；
- ・圧力カッティングに起因した、構造および加工性に関する顆粒の不变性；
- ・容易な起動／再起動；
- ・ダイに存在する孔の数の完全な使用；
- ・ナイフのステップ状コンホメーション、および切断システムの配置により作用する圧力が一定であることによる、ナイフの低い磨耗；
- ・サーモスタッフ調節液と共に注入される付着防止剤の使用による、長い実施期間およびより容易な起動。

【図面の簡単な説明】

【0015】

【図1】図1は、ダイの平坦な断面を示す概略図である。

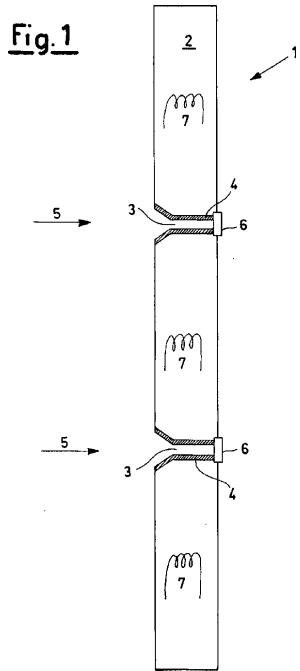
【図2】図2は、対応する切断システムに関連した切断チャンバの平坦な断面の概略図である。

【図3】図3は、ブレードホルダディスクの背面部分の概略図である。

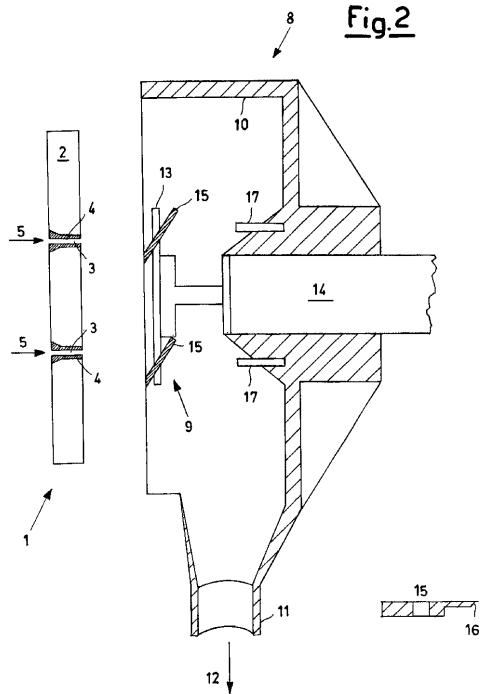
10

20

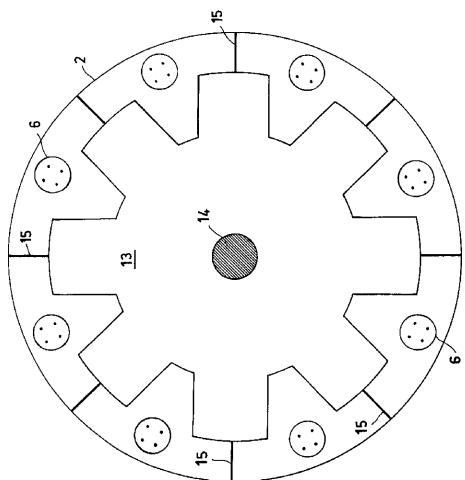
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

(74)代理人 100093300

弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100114007

弁理士 平山 孝二

(72)発明者 カサリーニ アレッサンドロ

イタリア イ - 4 6 1 0 0 マントーヴァ ヴィアレ ヘルマダ 1 0

審査官 細井 龍史

(56)参考文献 特公平05-083363 (JP, B2)

特開平11-300739 (JP, A)

実公平06-001368 (JP, Y2)

特開昭57-123016 (JP, A)

英国特許出願公開第01062307 (GB, A)

英国特許出願公開第01234639 (GB, A)

特開平06-210628 (JP, A)

実開平03-055211 (JP, U)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

B29B 9/00-9/16