



(19) 대한민국특허청(KR)

(12) 등록특허공보(B1)

(45) 공고일자 2020년04월21일

(11) 등록번호 10-2103030

(24) 등록일자 2020년04월14일

- (51) 국제특허분류(Int. Cl.)
C08J 5/00 (2006.01) **B29B 11/00** (2006.01)
C08G 64/04 (2006.01) **C08L 69/00** (2006.01)
- (21) 출원번호 10-2013-0065210
- (22) 출원일자 2013년06월07일
 심사청구일자 2018년05월09일
- (65) 공개번호 10-2013-0138133
- (43) 공개일자 2013년12월18일
- (30) 우선권주장
 JP-P-2012-131382 2012년06월08일 일본(JP)
 (뒷면에 계속)
- (56) 선행기술조사문헌
 JP08132437 A*
 JP2001072757 A*
 W02008105553 A1
 JP2000273185 A
 *는 심사관에 의하여 인용된 문헌
- (73) 특허권자
 미츠비시 가스 가가쿠 가부시키가이샤
 일본 도쿄도 지요다쿠 마루노우치 2초메 5반 2고
- (72) 발명자
 조우타 게이이치
 일본 도쿄도 가즈시카쿠 니이주쿠 6초메 1반 1고
 미츠비시 가스 가가쿠 가부시키가이샤 도쿄 연구
 소 내
 가야노 요시히로
 일본 도쿄도 가즈시카쿠 니이주쿠 6초메 1반 1고
 미츠비시 가스 가가쿠 가부시키가이샤 도쿄 연구
 소 내
 (뒷면에 계속)
- (74) 대리인
 제일특허법인(유)

전체 청구항 수 : 총 37 항

심사관 : 이수재

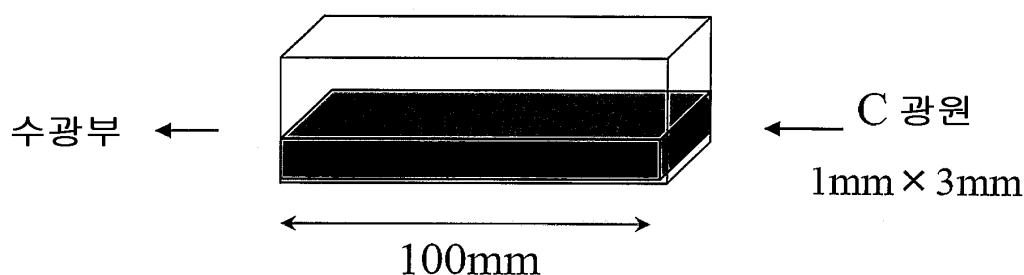
(54) 발명의 명칭 폴리카보네이트 수지 성형품의 제조 방법, 및 폴리카보네이트 수지 성형품

(57) 요약

착색이 적고 색상이 양호하며, 높은 투명성을 갖는 폴리카보네이트 수지 성형품의 제조 방법, 및 폴리카보네이트 수지 성형품을 제공한다.

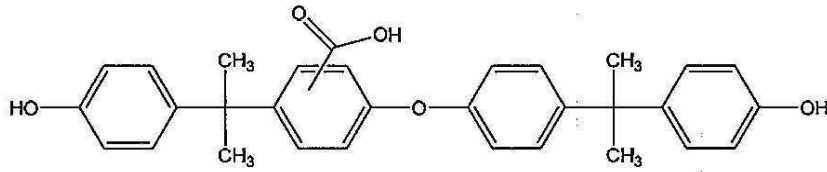
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고(입체 선별 공 (뒷면에 계속))

대표도 - 도1

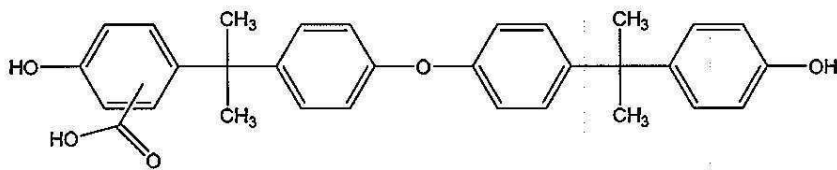


정), 선별 입체를 용융하여 펠렛을 형성한다(펠렛 형성 공정). 이렇게 하여 형성된 펠렛은, 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하이며, 황색(호박색)의 착색이 무시될 수 있을 정도로 적고, 높은 투명성을 갖는다.

[화학식 A]



[화학식 B]



(72) 발명자

시모마이 겐

일본 도쿄도 가츠시카구 니이주쿠 6초메 1반 1고
미즈비시 가스 가가쿠 가부시키키가이샤 도쿄 연구소
내

다하라 히사시

일본 도쿄도 가츠시카구 니이주쿠 6초메 1반 1고
미즈비시 가스 가가쿠 가부시키키가이샤 도쿄 연구소
내

(30) 우선권주장

JP-P-2012-267604	2012년12월06일	일본(JP)
JP-P-2012-267605	2012년12월06일	일본(JP)
JP-P-2012-267606	2012년12월06일	일본(JP)
JP-P-2012-267607	2012년12월06일	일본(JP)

명세서

청구범위

청구항 1

폴리카보네이트 수지를 성형하여 성형품을 제조하는 방법으로서,

(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체(粉粒體)로부터 300 μ m 미만의 입경을 갖는 미분을 제거하여 선별 입체(粒體)를 얻는 입체 선별 공정과,

(b) (b1) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정,

(b2) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하고, 상기 펠렛을 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 펠렛 압출 공정,

(b3) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하고, 상기 펠렛을 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 펠렛 사출 공정,

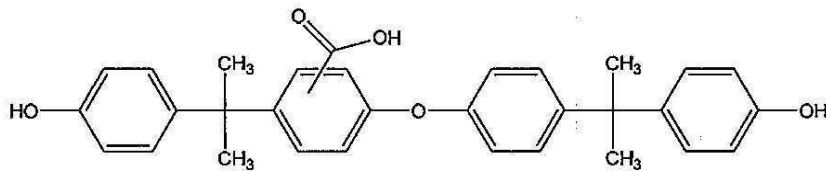
(b4) 상기 선별 입체를 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 압출 공정, 및

(b5) 상기 선별 입체를 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 사출 공정

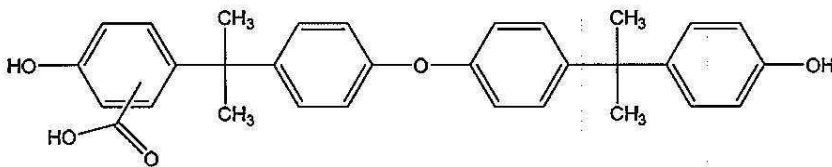
중 어느 하나의 공정을 갖고,

수득된 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 폴리카보네이트 수지 성형품의 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 2

제 1 항에 있어서,

상기 선별 입체를 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 상기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 3중량ppm 이하, 또는 상기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 3중량ppm 이하인, 제조 방법.

청구항 3

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (a) 입체 선별 공정이, 500 μ m 이상의 입경을 갖는 입체의 함유량이 90중량% 이상인 선별 입체를 얻는 공정인, 제조 방법.

청구항 4

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 선별 입체의 용액 YI값이 상기 선별 입체를 얻기 전의 상기 분립체의 용액 YI값보다도 0.05 이상 작은, 제조 방법.

청구항 5

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (a) 입체 선별 공정에서, 풍력을 이용하여 상기 분립체로부터 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.

청구항 6

제 5 항에 있어서,

송풍 수단을 이용하여 부유시킨 상기 미분을 제거하여, 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.

청구항 7

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (a) 입체 선별 공정에서, 체를 이용하여 상기 분립체로부터 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.

청구항 8

제 7 항에 있어서,

체를 진동시키고 있는 상태에서 상기 미분을 제거하여, 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.

청구항 9

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 선별 입체의 용액 YI값이 1.30 이하인, 제조 방법.

청구항 10

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

제조된 성형품의 용액 YI값이 2.00 이하인, 제조 방법.

청구항 11

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (b1) 펠렛 형성 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 선별 입체를 용융시켜 펠렛을 형성하는, 제조 방법.

청구항 12

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (b1) 펠렛 형성 공정에 의해 형성된 펠렛을, 상기 펠렛의 표면 온도가 50 내지 100℃인 상태에서 밀폐하는, 제조 방법.

청구항 13

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서, 상기 (b1) 펠렛 형성 공정에 의해서 형성된 펠렛을 보관하는, 제조 방법.

청구항 14

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 펠렛의 용액 YI값이 1.40 이하인, 제조 방법.

청구항 15

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 펠렛 중의 용존 산소 농도가 $0.015\text{cm}^3/\text{g}$ 이하이고, 펠렛 중의 함유율이 300ppm 이하인, 제조 방법.

청구항 16

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (b2) 펠렛 압출 공정 또는 상기 (b3) 펠렛 사출 공정 전에, 상기 펠렛을 포장 수단에 의해 밀폐한 상태에서, 상기 펠렛의 표면 온도가 60°C 이상이 되도록 가열하는, 제조 방법.

청구항 17

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (b2) 펠렛 압출 공정 또는 상기 (b3) 펠렛 사출 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 1000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 펠렛을 압출 성형 또는 사출 성형하여 성형품을 제조하는, 제조 방법.

청구항 18

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

상기 (b4) 압출 공정 또는 상기 (b5) 사출 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 선별 입체를 압출 성형 또는 사출 성형하여 성형품을 제조하는, 제조 방법.

청구항 19

제 1 항 또는 제 2 항에 있어서,

사출 성형 전의 상기 선별 입체를 건조시켜 함유율을 200ppm 이하로 하는, 제조 방법.

청구항 20

제 1 항에 있어서,

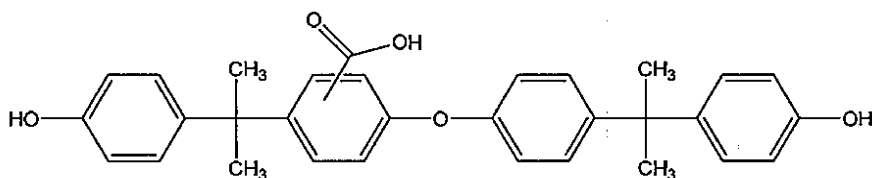
상기 성형품이 펠렛이며,

(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터, 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

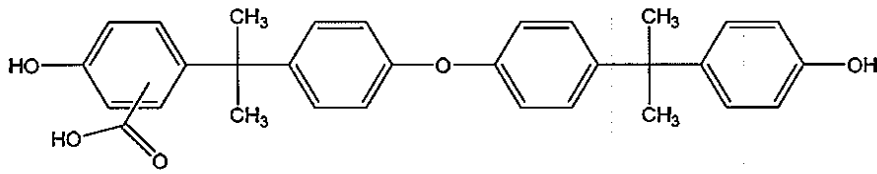
(b1) 상기 선별 입체를 145°C 이상의 온도 하에서 용융시켜 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정을 갖고,

상기 펠렛을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 21

제 1 항에 있어서,

상기 성형품이 압출 성형품이며,

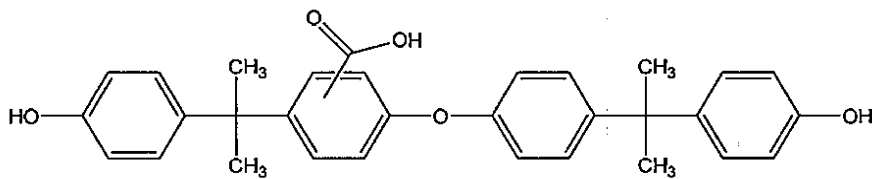
(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

(b2) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정과,

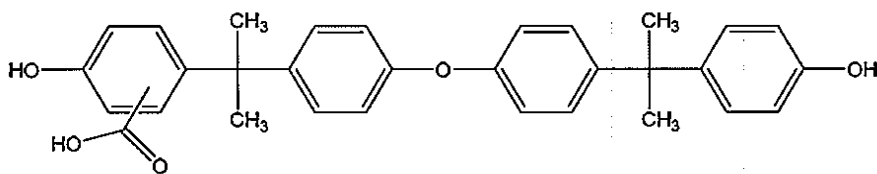
상기 펠렛을 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 펠렛 압출 공정을 갖고,

상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 22

제 1 항에 있어서,

상기 성형품이 사출 성형품이며,

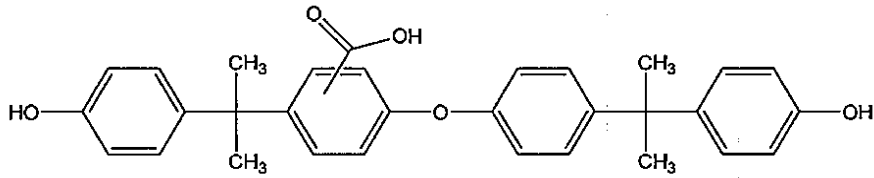
(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

(b3) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정과,

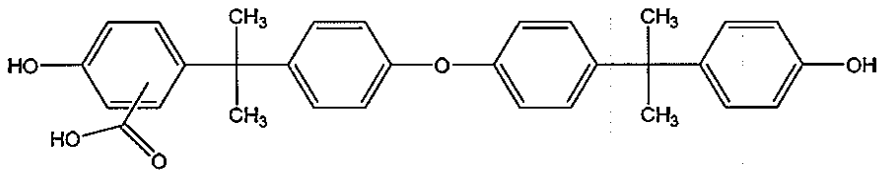
상기 펠렛을 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 펠렛 사출 공정을 갖고,

상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 23

제 1 항에 있어서,

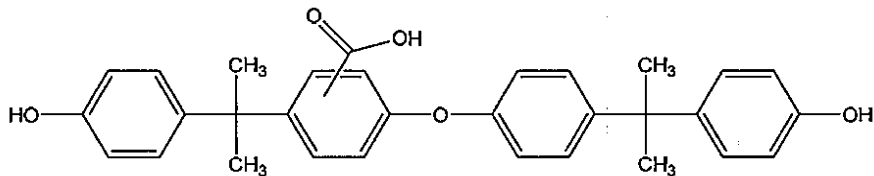
상기 성형품이 압출 성형품이며,

(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

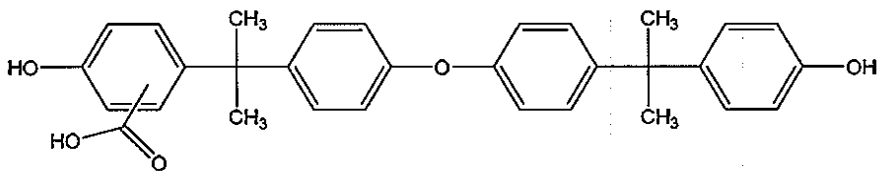
(b4) 상기 선별 입체를 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 압출 공정을 갖고,

상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 24

제 1 항에 있어서,

상기 성형품이 사출 성형품이며,

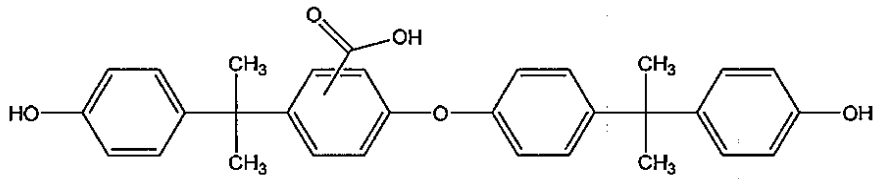
(a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

(b5) 상기 선별 입체를 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 사출 공정을 갖고,

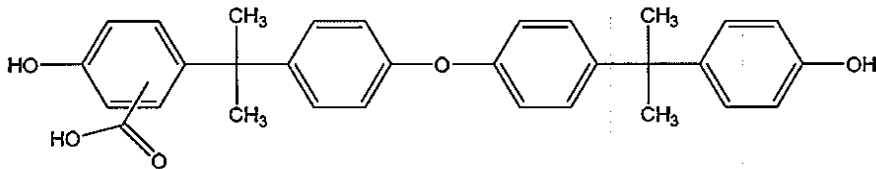
상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량

ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 25

제 1 항에 기재된 폴리카보네이트 수지 성형품의 제조 방법에 의해 제조되는 성형품.

청구항 26

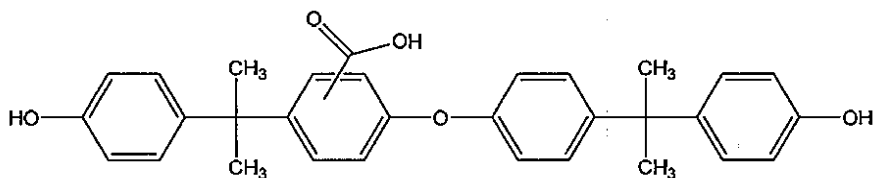
제 25 항에 있어서,

상기 성형품이,

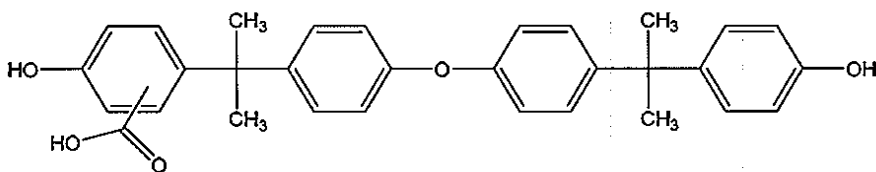
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 형성되는 폴리카보네이트 수지 펠렛으로서,

상기 펠렛을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 27

제 26 항에 있어서,

상기 펠렛의 용액 YI값이 1.40 이하인, 성형품.

청구항 28

제 26 항 또는 제 27 항에 있어서,

펠렛 중의 용존 산소 농도가 $0.015\text{cm}^3/\text{g}$ 이하인, 성형품.

청구항 29

제 26 항 또는 제 27항에 있어서,

펠렛 중의 함수율이 300ppm 이하인, 성형품.

청구항 30

제 25 항 내지 제 27 항 중 어느 한 항에 있어서,

상기 성형품의 용액 YI값이 2.00 이하인, 성형품.

청구항 31

제 25 항 내지 제 27 항 중 어느 한 항에 있어서,

400nm의 파장에서의 평행 광 투과율이 40%/300mm 이상인, 성형품.

청구항 32

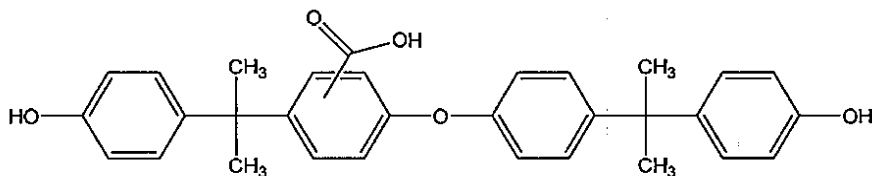
제 25 항에 있어서,

상기 성형품이,

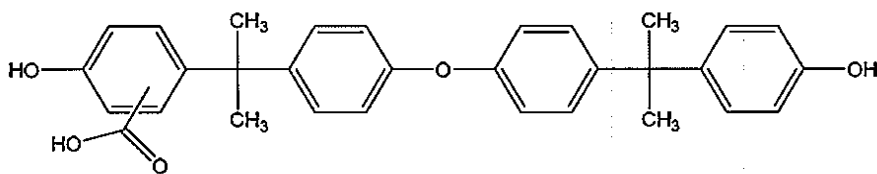
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 용융시켜 형성된 펠렛을 압출 성형하여 제조되는 압출 성형품이며,

상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 33

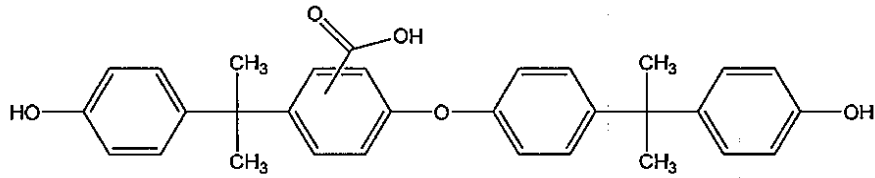
제 25 항에 있어서,

상기 성형품이,

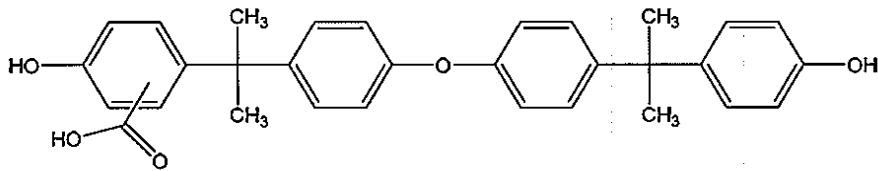
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 용융시켜 형성된 펠렛을 사출 성형하여 제조되는 사출 성형품이며,

상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 34

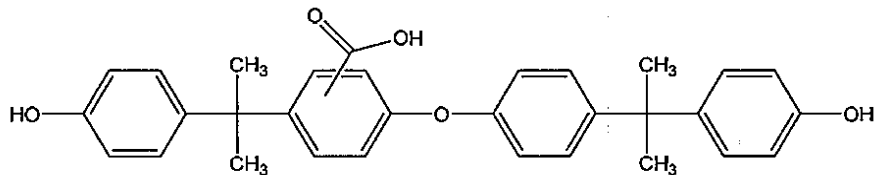
제 25 항에 있어서,

상기 성형품이,

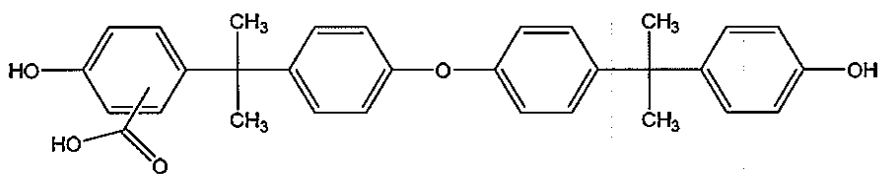
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 압출 성형하여 제조되는 압출 성형품이며,

상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 35

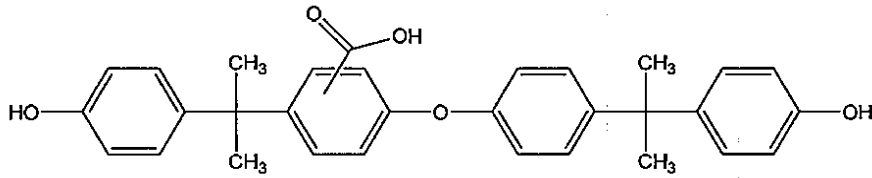
제 25 항에 있어서,

상기 성형품이,

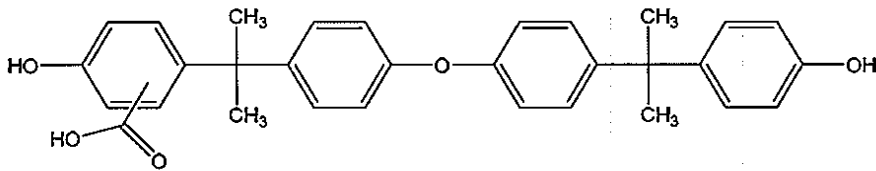
계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 사출 성형하여 제조되는 사출 성형품이며,

상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[화학식 A]



[화학식 B]



청구항 36

제 1 항에 있어서,

상기 (b1)~(b5) 중 적어도 어느 하나의 공정에서 상기 폴리카보네이트 수지에 자외선 흡수제를 가하여, 상기 폴리카보네이트 수지와 함께 상기 자외선 흡수제를 포함하는 성형품을 제조하는, 제조 방법.

청구항 37

제 25 항에 있어서,

자외선 흡수제를 추가로 포함하는, 성형품.

발명의 설명

기술 분야

[0001]

본 발명은, 착색이 적고 색상이 양호한 폴리카보네이트 수지의 펠렛, 압출 성형품 및 사출 성형품의 제조 방법, 및 폴리카보네이트 수지의 펠렛, 압출 성형품 및 사출 성형품에 관한 것이다.

배경 기술

[0002]

폴리카보네이트 수지는, 투명성, 내열성, 기계적 특성이 우수한 데다가, 치수 정밀도가 높다는 등, 많은 우수한 특성을 가져, 다방면에 걸친 분야에서 널리 이용되고 있다. 예컨대, 폴리카보네이트 수지의 펠렛 등의 압출 성형 또는 사출 성형 등에 의해, 성형품이 제조되고 있다. 그리고, 투명성 등이 우수한 폴리카보네이트 수지는, 광학 렌즈, 필름 등의 광학 용도에서도 널리 사용되고 있다. 그러나, 폴리카보네이트 수지체의 성형품(이하, 단순히 『성형품』이라고 칭한다)이 대형화되고, 도광판과 같이 평면에 평행하게 광을 입사하는 용도의 증가에 따라서, 보다 높은 투명성이 요구되게 된 결과, 종래에서는 문제가 되지 않던 투명성의 문제가 현재화되고 있다. 즉, 성형품이 황색(호박색)으로 착색되어 있는 것이 눈에 띄어, 그대로는, 높은 투명성이 요구되는 분야에 이용하기가 곤란하다.

[0003]

이러한 문제를 해결하기 위해서, 예컨대, 일본 특허공개 평06-145337호 공보에는, 폴리카보네이트 수지의 합성 시의 전 처리가 규정되어 있고, 일본 특허공개 평05-331277호 공보나 일본 특허공표 제2002-533544호 공보에는, 합성 시의 산소 농도를 제어하는 기술이 개시되어 있다. 또한, 일본 특허공개 평06-145492호 공보에는, 폴리카보네이트 공중합체에 산화 방지제를 배합하는 기술이 개시되어 있다. 또한, 압출 성형 수지 가공품의 제조 방법에 있어서, 압출 성형 전에 수지 원료에 일반적인 진공 건조에 의해서 탈산소 처리를 실시하는 기술이 일본 특허공개 제2009-029031호에 개시되어 있다. 또한, 성형 장치에 구비된 호퍼(hopper) 내에 불활성 가스를 흘리는 기술이 일본 특허공개 제2001-088176호에 개시되어 있다.

[0004]

그러나, 폴리카보네이트 수지의 합성 시에 전 처리를 실시하거나, 합성 시의 산소 농도를 제어하여도, 또한, 폴리카보네이트 수지에 산화 방지제를 배합하여도, 폴리카보네이트 수지가 합성·제조되고 나서 폴리카보네이트

수지를 대기에 노출시킨 채로는, 실제로 성형에 사용되기까지의 사이에 폴리카보네이트 수지의 용존 산소 가스량이 증가하여, 최적의 산화 방지제의 양이 변화된다. 즉, 제조 직후에 성형하는 데 충분한 산화 방지제 양을 첨가했다고 해도, 제조 후, 대기 중에 방치한 후에는 불충분한 양이 되어, 폴리카보네이트 수지는 착색된다. 한편, 후자의 상황에 있어서 충분한 첨가량으로 하면, 제조 직후에 성형하는 경우에는 과량이 되어, 금형에의 부착(mold deposit)의 원인이 되며, 첨가제에 의해서 투명성을 손상하는 것으로 된다.

[0005] 또한, 압출 성형의 직전에 수지 원료에 탈산소 처리를 실시하여도, 또는, 성형 장치에 구비된 호퍼 내에 불활성 가스를 흘리는 정도로는, 보관 중에 일단 증가된 폴리카보네이트 수지의 용존 산소 가스량을 감소시키는 것은 곤란하다. 그리고, 폴리카보네이트 수지의 용존 산소 가스량이 많은 채로, 관련된 폴리카보네이트 수지에 기초하여 성형을 행하여도, 수득된 성형품에는 황색(호박색)의 착색이 눈에 띈다는 것이, 본 발명자들의 검토에 의해서 밝혀져 왔다. 한편, 예컨대, 혼마세이치편 「폴리카보네이트 수지 핸드북」의 제323페이지, 도 7. 128에는, 140℃의 열 처리에 의한 폴리카보네이트 수지의 산소 흡수량이 나타나 있다. 폴리카보네이트 수지의 성형 전의 건조 온도는 120℃이며, 일반적으로, 성형 전 건조에 의해서, 산소가 수지 중에 받아들여지는 것으로 해석된다. 이들의 측정 방법은, Journal of Applied Polymer Science Vol.10 P843-857에 기재되어 있지만, 열 천칭에 의한 중량 증가를 측정하고 있다.

[0006] 또한, 산소를 차단한 상태에서 열가소성 수지를 저장한다는 것이 일본 특허공개 평03-239508호에 개시되어 있다. 그러나, 산소를 차단함으로써, 저장 시간의 경과에 따르는 열가소성 수지의 착색이 억제되어, 색상의 열화가 방지될 수 있다고 해도, 열가소성 수지의 제조 시에 비하여 색상의 개선이 가능해지는 것은 아니다. 따라서, 저장 상태의 개량에만 의해서는, 열가소성 수지의 본질적인 색상 개선은 곤란하다.

[0007] 이상과 같이, 폴리카보네이트 수지에 포함되는 산소 농도를 억제하는 수법에만 의해서는, 성형품의 착색에 의한 투명성의 문제를 반드시 확실히 해결할 수 있다고는 말할 수 없다. 이 때문에, 착색을 보다 확실히 방지할 수 있는 폴리카보네이트 수지의 제조 방법, 및 착색이 충분히 억제되고, 투명성이 우수한 폴리카보네이트 수지의 제공이 필요로 되고 있었다.

선행기술문헌

특허문헌

- [0008] (특허문헌 0001) 일본 특허공개 평06-145337호 공보
(특허문헌 0002) 일본 특허공개 평05-331277호 공보
(특허문헌 0003) 일본 특허공표 제2002-533544호 공보
(특허문헌 0004) 일본 특허공개 평06-145492호 공보
(특허문헌 0005) 일본 특허공개 제2009-029031호 공보
(특허문헌 0006) 일본 특허공개 제2001-088176호 공보
(특허문헌 0007) 일본 특허공개 평03-239508호 공보

발명의 내용

해결하려는 과제

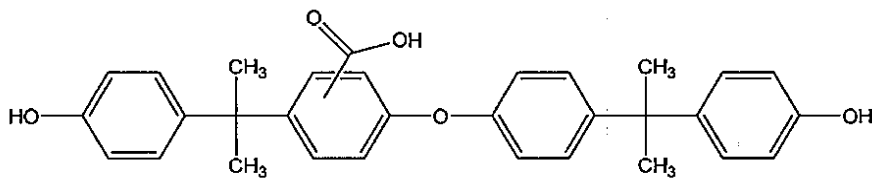
[0009] 따라서, 본 발명은, 황색(호박색)의 착색이 무시될 수 있을 정도로 적고, 높은 투명성을 갖는 폴리카보네이트 수지의 펠렛, 압출 성형품 및 사출 성형품, 및 상기 폴리카보네이트 수지 펠렛 및 성형품의 제조 방법을 제공하는 것을 과제로 한다.

과제의 해결 수단

[0010] 본 발명자들은, 폴리카보네이트 수지의 분립체(粉粒體)로부터 미분을 제거하여 선별 입체(粒體)를 얻고, 이 선별 입체를 이용하여 펠렛을 형성하는 펠렛의 제조 방법에 의해, 상기 과제를 해결하여 본 발명에 이르렀다. 즉, 본 발명은 이하와 같다.

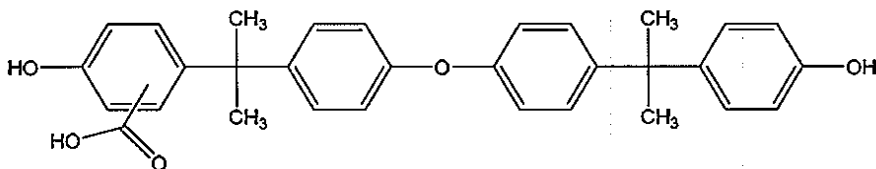
- [0011] <1> 폴리카보네이트 수지를 성형하여 성형품을 제조하는 방법으로서,
- [0012] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분(微粉)을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,
- [0013] (b) (b1) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정,
- [0014] (b2) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하고, 상기 펠렛을 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 펠렛 압출 공정,
- [0015] (b3) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하고, 상기 펠렛을 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 펠렛 사출 공정,
- [0016] (b4) 상기 선별 입체를 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 압출 공정, 및
- [0017] (b5) 상기 선별 입체를 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 사출 공정
- [0018] 중 어떤 공정을 갖고,
- [0019] 수득된 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 폴리카보네이트 수지 성형품의 제조 방법.

[0020] [화학식 A]



[0021]

[0022] [화학식 B]



[0023]

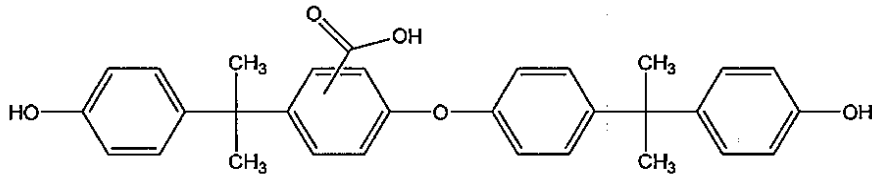
- [0024] <2> 상기 <1>에 있어서,
- [0025] 상기 선별 입체를 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 상기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 3중량ppm 이하, 또는 상기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 3중량ppm 이하인, 제조 방법.
- [0026] <3> 상기 <1> 또는 <2>에 있어서,
- [0027] 상기 (a) 입체 선별 공정이, 500μm 이상의 입경을 갖는 입체의 함유량이 90중량% 이상인 선별 입체를 얻는 공정인, 제조 방법.
- [0028] <4> 상기 <1> 내지 <3> 중 어느 하나에 있어서,
- [0029] 상기 선별 입체의 용액 YI값이 상기 선별 입체를 얻기 전의 상기 분립체의 용액 YI값보다도 0.05 이상 작은, 제조 방법.
- [0030] <5> 상기 <1> 내지 <4> 중 어느 하나에 있어서,
- [0031] 상기 (a) 입체 선별 공정에서, 풍력을 이용하여 상기 분립체로부터 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.
- [0032] <6> 상기 <5>에 있어서,
- [0033] 송풍 수단을 이용하여 부유시킨 상기 미분을 제거하여, 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.

- [0034] <7> 상기 <1> 내지 <4> 중 어느 하나에 있어서,
- [0035] 상기 (a) 입체 선별 공정에서, 체를 이용하여 상기 분립체로부터 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.
- [0036] <8> 상기 <7>에 있어서,
- [0037] 체를 진동시키고 있는 상태에서 상기 미분을 제거하여, 상기 선별 입체를 얻는, 제조 방법.
- [0038] <9> 상기 <1> 내지 <8> 중 어느 하나에 있어서,
- [0039] 상기 선별 입체의 용액 YI값이 1.30 이하인, 제조 방법.
- [0040] <10> 상기 <1> 내지 <9> 중 어느 하나에 있어서,
- [0041] 제조된 성형품의 용액 YI값이 2.00 이하인, 제조 방법.
- [0042] <11> 상기 <1> 내지 <10> 중 어느 하나에 있어서,
- [0043] 상기 (b1) 펠렛 형성 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 선별 입체를 용융시켜 펠렛을 형성하는, 제조 방법.
- [0044] <12> 상기 <1> 내지 <11> 중 어느 하나에 있어서,
- [0045] 상기 (b1) 펠렛 형성 공정에 의해 형성된 펠렛을, 상기 펠렛의 표면 온도가 50 내지 100℃인 상태에서 밀폐하는, 제조 방법.
- [0046] <13> 상기 <1> 내지 <12> 중 어느 하나에 있어서,
- [0047] 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서, 상기 (b1) 펠렛 형성 공정에 의해서 형성된 펠렛을 보관하는, 제조 방법.
- [0048] <14> 상기 <1> 내지 <13> 중 어느 하나에 있어서,
- [0049] 상기 펠렛의 용액 YI값이 1.40 이하인, 제조 방법.
- [0050] <15> 상기 <1> 내지 <14> 중 어느 하나에 있어서,
- [0051] 상기 펠렛 중의 용존 산소 농도가 $0.015\text{cm}^3/\text{g}$ 이하이고, 펠렛 중의 함유율이 300ppm 이하인, 제조 방법.
- [0052] <16> 상기 <1> 내지 <15> 중 어느 하나에 있어서,
- [0053] 상기 (b2) 펠렛 압출 공정 또는 상기 (b3) 펠렛 사출 공정 전에, 상기 펠렛을 포장 수단에 의해 밀폐한 상태에서, 상기 펠렛의 표면 온도가 60℃ 이상이 되도록 가열하는, 제조 방법.
- [0054] <17> 상기 <1> 내지 <16> 중 어느 하나에 있어서,
- [0055] 상기 (b2) 펠렛 압출 공정 또는 상기 (b3) 펠렛 사출 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 1000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 펠렛을 압출 성형 또는 사출 성형하여 성형품을 제조하는, 제조 방법.
- [0056] <18> 상기 <1> 내지 <17> 중 어느 하나에 있어서,
- [0057] 상기 (b4) 압출 공정 또는 상기 (b5) 사출 공정에서, 불활성 가스의 첨가 및/또는 감압에 의해 산소 농도를 10000ppm 이하로 한 분위기 하에서 상기 선별 입체를 압출 성형 또는 사출 성형하여 성형품을 제조하는, 제조 방법.
- [0058] <19> 상기 <1> 내지 <18> 중 어느 하나에 있어서,
- [0059] 사출 성형 전의 상기 선별 입체를 건조시켜 함유율을 200ppm 이하로 하는, 제조 방법.
- [0060] <20> 상기 <1>에 있어서,
- [0061] 상기 성형품이 펠렛이며,
- [0062] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터, 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

[0063] (b1) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정을 갖고,

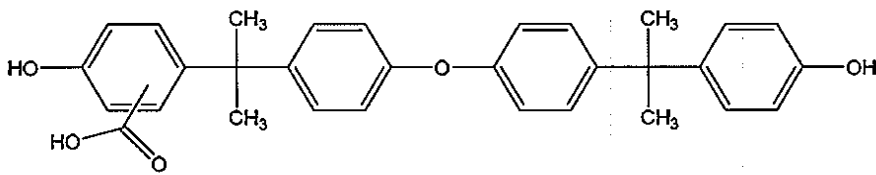
[0064] 상기 펠렛을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[0065] [화학식 A]



[0066]

[0067] [화학식 B]



[0068]

[0069] <21> 상기 <1>에 있어서,

[0070] 상기 성형품이 압출 성형품이며,

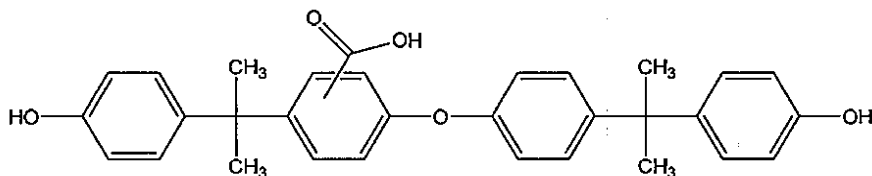
[0071] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

[0072] (b2) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정과,

[0073] 상기 펠렛을 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 펠렛 압출 공정을 갖고,

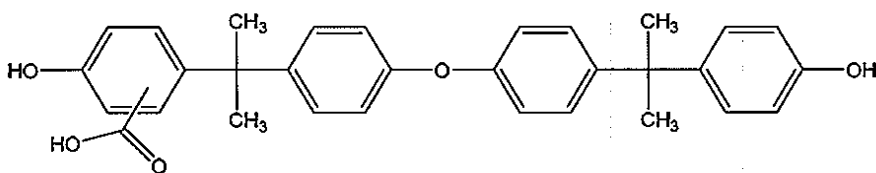
[0074] 상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[0075] [화학식 A]



[0076]

[0077] [화학식 B]



[0078]

[0079] <22> 상기 <1>에 있어서,

[0080] 상기 성형품이 사출 성형품이며,

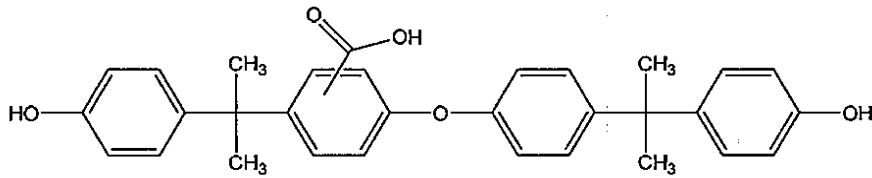
[0081] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

[0082] (b3) 상기 선별 입체를 145℃ 이상의 온도 하에서 용융시켜 상기 펠렛을 형성하는 펠렛 형성 공정과,

[0083] 상기 펠렛을 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 펠렛 사출 공정을 갖고,

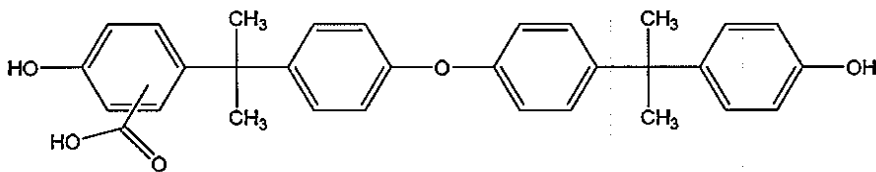
[0084] 상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[0085] [화학식 A]



[0086]

[0087] [화학식 B]



[0088]

[0089] <23> 상기 <1>에 있어서,

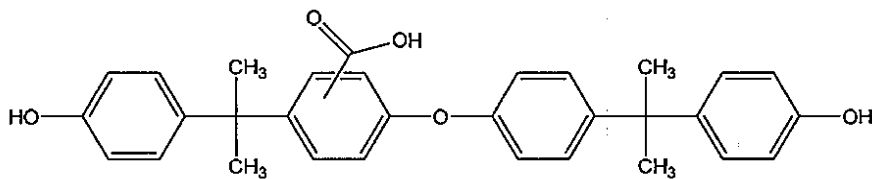
[0090] 상기 성형품이 압출 성형품이며,

[0091] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

[0092] (b4) 상기 선별 입체를 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 압출 공정을 갖고,

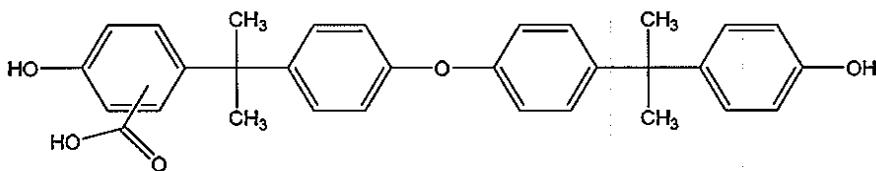
[0093] 상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[0094] [화학식 A]



[0095]

[0096] [화학식 B]



[0097]

[0098] <24> 상기 <1>에 있어서,

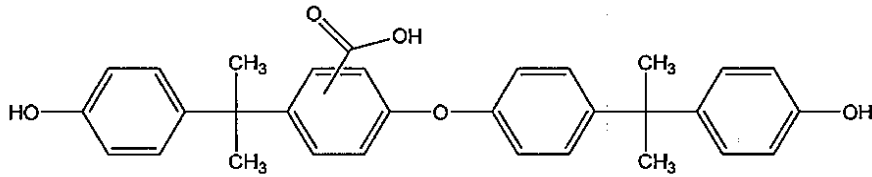
[0099] 상기 성형품이 사출 성형품이며,

[0100] (a) 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻는 입체 선별 공정과,

[0101] (b5) 상기 선별 입체를 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 사출 공정을 갖고,

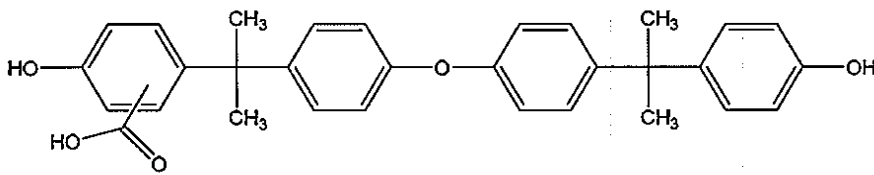
[0102] 상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 제조 방법.

[0103] [화학식 A]



[0104]

[0105] [화학식 B]

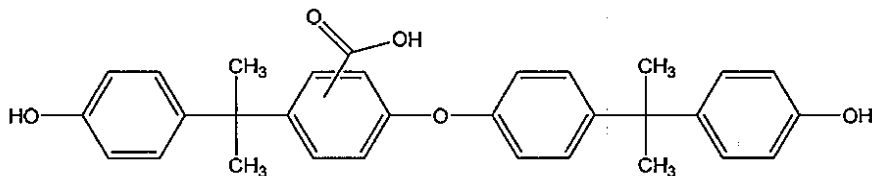


[0106]

[0107] <25> 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 형성되는 성형품이며,

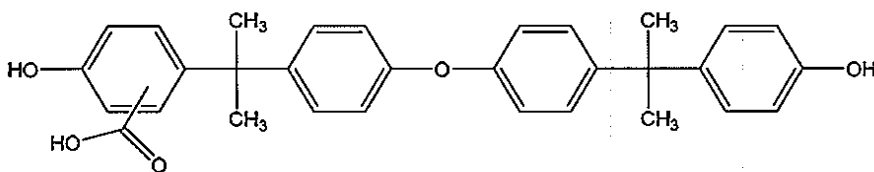
[0108] 수득된 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 폴리카보네이트 수지의 성형품.

[0109] [화학식 A]



[0110]

[0111] [화학식 B]



[0112]

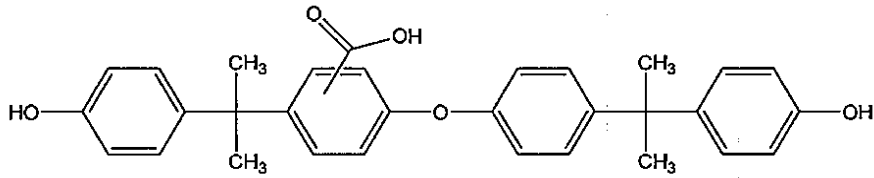
[0113] <26> 상기 <25>에 있어서,

[0114] 상기 성형품이,

[0115] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 형성되는 폴리카보네이트 수지 펠렛으로서,

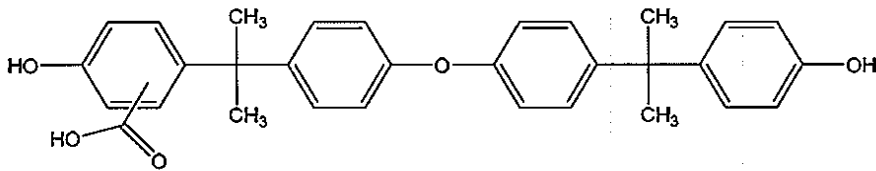
[0116] 상기 펠렛을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[0117] [화학식 A]



[0118]

[0119] [화학식 B]



[0120]

[0121] <27> 상기 <26>에 있어서,

[0122] 상기 펠렛의 용액 YI값이 1.40 이하인, 성형품.

[0123] <28> 상기 <26> 또는 <27>에 있어서,

[0124] 펠렛 중의 용존 산소 농도가 $0.015\text{cm}^3/\text{g}$ 이하인, 성형품.

[0125] <29> 상기 <26> 내지 <28> 중 어느 하나에 있어서,

[0126] 펠렛 중의 함유율이 300ppm 이하인, 성형품.

[0127] <30> 상기 <25> 내지 <29> 중 어느 하나에 있어서,

[0128] 상기 성형품의 용액 YI값이 2.00 이하인, 성형품.

[0129] <31> 상기 <25> 내지 <30> 중 어느 하나에 있어서,

[0130] 400nm의 파장에서의 평행 광 투과율이 40%/300mm 이상인, 성형품.

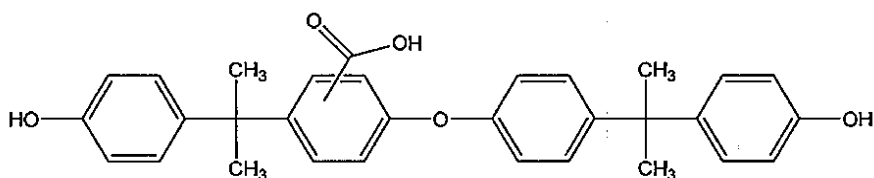
[0131] <32> 상기 <25>에 있어서,

[0132] 상기 성형품이,

[0133] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 용융시켜 형성된 펠렛을 압출 성형하여 제조되는 압출 성형품이며,

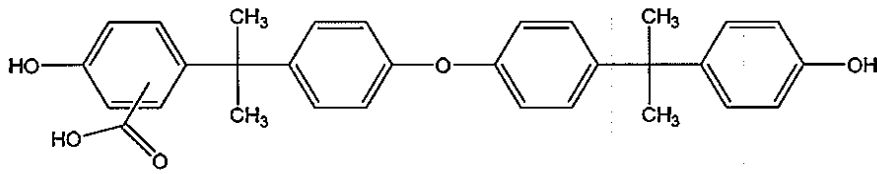
[0134] 상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[0135] [화학식 A]



[0136]

[0137] [화학식 B]



[0138]

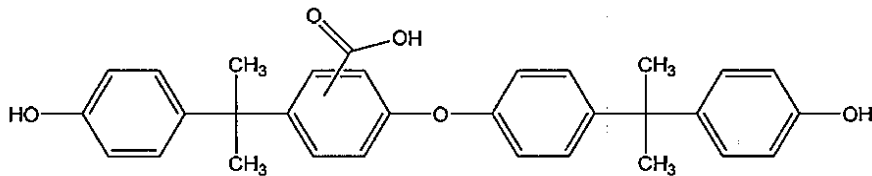
[0139] <33> 상기 <25>에 있어서,

[0140] 상기 성형품이,

[0141] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 용융시켜 형성된 펠렛을 사출 성형하여 제조되는 사출 성형품이며,

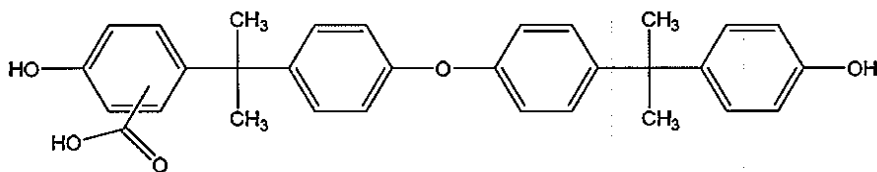
[0142] 상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[0143] [화학식 A]



[0144]

[0145] [화학식 B]



[0146]

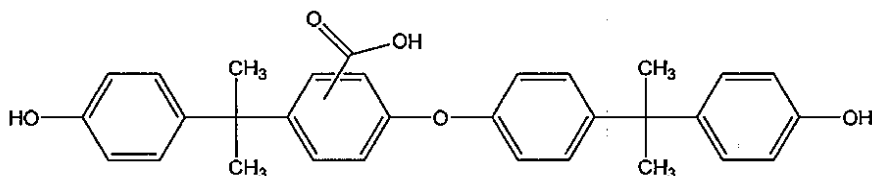
[0147] <34> 상기 <25>에 있어서,

[0148] 상기 성형품이,

[0149] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 압출 성형하여 제조되는 압출 성형품이며,

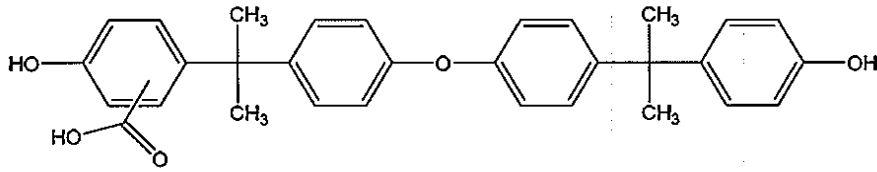
[0150] 상기 압출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[0151] [화학식 A]



[0152]

[0153] [화학식 B]



[0154]

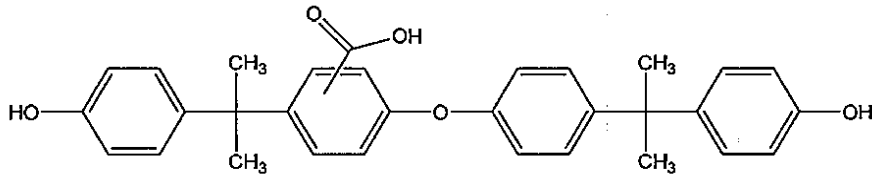
[0155] <35> 상기 <25>에 있어서,

[0156] 상기 성형품이,

[0157] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고, 상기 선별 입체를 사출 성형하여 제조되는 사출 성형품이며,

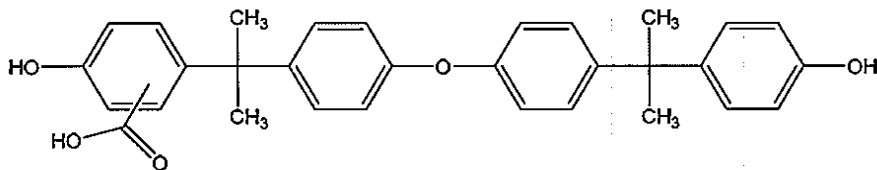
[0158] 상기 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량 ppm 이하, 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하인, 성형품.

[0159] [화학식 A]



[0160]

[0161] [화학식 B]



[0162]

발명의 효과

[0163] 본 발명에서는, 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거한 선별 입체를 얻고(입체 선별 공정), 추가로 이하의 어느 공정, 즉, 선별 입체를 용융시켜 펠렛을 형성하는 공정(펠렛 형성 공정), 선별 입체를 이용하여 형성한 펠렛을 압출 형성하여 압출 성형품을 제조하는 공정(펠렛 압출 공정), 선별 입체를 이용하여 형성한 펠렛을 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 공정(펠렛 사출 공정), 선별 입체를 압출 성형하여 압출 성형품을 제조하는 공정(압출 공정), 및 선별 입체를 사출 성형하여 사출 성형품을 제조하는 공정(사출 공정)중 어느 것에 의해, 폴리카보네이트 수지 펠렛 등의 성형품을 제조할 수 있다. 이렇게 하여 제조되는 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 상기 화학식 A로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하, 또는 상기 화학식 B로 표시되는 화합물의 함유량이 5중량ppm 이하이며, 폴리카보네이트 수지의 성형품은 황색(호박색)의 착색이 무시될 수 있을 정도로 적고, 높은 투명성을 갖는다.

도면의 간단한 설명

[0164] 도 1은 용액 YI값의 측정 방법의 개략을 나타내는 도면이다.

도 2는 펠렛 형성에 사용되는 제 1 압출 성형기를 나타내는 도면이다.

도 3은 펠렛 형성에 사용되는 제 2 압출 성형기를 나타내는 도면이다.

도 4는 사출 성형품의 제조에 사용되는 제 1 사출 성형기를 나타내는 도면이다.

도 5는 사출 성형품의 제조에 사용되는 금형 조립체의 단면도이다.

도 6은 사출 성형품의 제조에 사용되는 제 2 사출 성형기를 나타내는 도면이다.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0165] 1. 폴리카보네이트 수지의 분립체

[0166] 본 발명에서의 폴리카보네이트 수지의 분립체는 계면 중합법에 의해 생성된다.

[0167] 구체적으로는, 폴리카보네이트 수지는, 방향족 다이하이드록시 화합물 또는 이것과 소량의 폴리하이드록시 화합물과, 일반적으로 포스젠으로서 알려져 있는 염화카보닐, 또는 다이메틸카보네이트나 다이페닐카보네이트로 대표되는 탄산다이에스터, 일산화탄소나 이산화탄소라고 하는 카보닐계 화합물을 반응시킴으로써 얻어진다. 본 발명에서의 폴리카보네이트 수지는, 직쇄상 또는 분기되어 있어도 좋은 열가소성 방향족 폴리카보네이트의 중합체 또는 공중합체이다.

[0168] 원료의 방향족 다이하이드록시 화합물로서는, 예컨대, 2,2-비스(4-하이드록시페닐)프로페인[= 비스페놀 A], 2,2-비스(4-하이드록시-3,5-다이메틸페닐)프로페인, 2,2-비스(4-하이드록시-3,5-다이에틸페닐)프로페인, 2,2-비스(4-하이드록시-(3,5-다이페닐)페닐)프로페인, 2,2-비스(4-하이드록시-3,5-다이브로모페닐)프로페인, 2,2-비스(4-하이드록시페닐)펜테인, 2,4'-다이하이드록시-다이페닐메테인, 비스-(4-하이드록시페닐)메테인, 비스-(4-하이드록시-5-나이트로페닐)메테인, 1,1-비스(4-하이드록시페닐)에테인, 3,3-비스(4-하이드록시페닐)펜테인, 1,1-비스(4-하이드록시페닐)사이클로헥세인, 비스(4-하이드록시페닐)설펜, 2,4'-다이하이드록시다이페닐설펜, 비스(4-하이드록시페닐)설펜, 4,4'-다이하이드록시다이페닐에터, 4,4'-다이하이드록시-3,3'-다이클로로다이페닐에터, 4,4'-다이하이드록시-2,5-다이에톡시다이페닐에터, 1-페닐-1,1-비스(4-하이드록시페닐)에테인, 1,1-비스(4-하이드록시-3-메틸페닐)사이클로헥세인, 1-페닐-1,1-비스(4-하이드록시-3-메틸페닐)에테인 등을 들 수 있지만, 바람직하게는 비스(4-하이드록시페닐)알케인류이며, 특히 바람직하게는 2,2-비스(4-하이드록시페닐)프로페인[비스페놀 A라고 불린다]이다. 이들 방향족 다이하이드록시 화합물은, 단독으로 또는 2종 이상을 혼합하여 사용할 수 있다.

[0169] 분기된 폴리카보네이트를 얻기 위해서는, 플루오르글루신, 4,6-다이메틸-2,4,6-트리스(4-하이드록시페닐)헵텐-2,4,6-다이메틸-2,4,6-트리스(4-하이드록시페닐)헵테인, 2,6-다이메틸-2,4,6-트리스(4-하이드록시페닐)헵텐-3,1,3,5-트리스(4-하이드록시페닐)벤젠, 1,1,1-트리스(4-하이드록시페닐)에테인 등으로 표시되는 폴리하이드록시 화합물, 또는 3,3비스(4-하이드록시아릴)옥시인돌(=이사틴비스페놀), 5-클로로이사틴비스페놀, 5,7-다이클로로이사틴비스페놀, 5-브로미이사틴비스페놀 등을 전술한 방향족 다이하이드록시 화합물의 일부로서 이용하면 좋고, 사용량은, 예컨대 0.01 내지 10몰%, 바람직하게는 0.1 내지 2몰%이다.

[0170] 계면 중합법에 의한 반응에서는, 반응에 불활성인 유기 용매, 알칼리 수용액의 존재 하에서, 통상 pH를 10 이상으로 유지하고, 방향족 다이하이드록시 화합물 및 분자량 조절제(말단 정지제), 필요에 따라 방향족 다이하이드록시 화합물의 산화 방지를 위한 산화 방지제 등을 이용한다. 그리고, 방향족 다이하이드록시 화합물 등을 포스젠과 반응시킨 후, 제3급 아민 또는 제4급 암모늄염 등의 중합 촉매를 첨가하여, 계면 중합을 행함으로써 폴리카보네이트 수지가 생성된다. 분자량 조절제의 첨가의 타이밍은, 포스젠화 시부터 중합 반응 개시 시까지의 사이이면 특별히 한정되지 않는다. 한편, 반응 온도는 예컨대 0 내지 35℃이며, 반응 시간은 예컨대 수분 내지 수시간이다.

[0171] 반응에 불활성인 유기 용매로서는, 다이클로로메테인, 1,2-다이클로로에테인, 클로로폼, 모노클로로벤젠, 다이클로로벤젠 등의 염소화 탄화수소류, 벤젠, 톨루엔, 자일렌 등의 방향족 탄화수소 등을 들 수 있다. 분자량 조절제 또는 말단 정지제로서, 1가의 페놀성 하이드록실기를 갖는 화합물을 들 수 있고, 구체적으로는, m-메틸페놀, p-메틸페놀, m-프로필페놀, p-프로필페놀, p-tert-부틸페놀, p-장쇄 알킬 치환 페놀 등을 들 수 있다. 중합 촉매로서, 트라이메틸아민, 트라이에틸아민, 트라이부틸아민, 트라이프로필아민, 트라이헥실아민, 피리딘 등의 제3급 아민류; 트라이메틸벤질암모늄클로라이드, 테트라메틸암모늄클로라이드, 트라이에틸벤질암모늄클로라이드 등의 제4급 암모늄염 등을 들 수 있다.

[0172] 폴리카보네이트 수지의 분립체(플레이크)는, 예컨대, 이하의 방법에 의해 생성된다. 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지를 포함하는 다이클로로메테인 용액을 약 45℃로 유지한 온수에 적하하고, 용매를 증발 제거함으로써 생성된다. 또는, 계면 중합법에 의한 폴리카보네이트 수지를 포함하는 다이클로로메테인 용액을 메탄올 중에 투입하고, 석출한 폴리머를 여과, 건조시킴으로써 생성된다. 또한, 계면 중합법에 의한 폴리카보네이트 수지를 포함하는 다이클로로메테인 용액을 니더에서 교반 하, 약 40℃로 유지하면서 교반 분쇄 후, 95℃

이상의 열수로 탈용제함으로써도 폴리카보네이트 수지의 플레이크를 생성할 수 있다.

[0173] 이렇게 하여 생성된 폴리카보네이트 수지의 분립체는, 예컨대, 평균 입경 50 내지 300 μm , 300 내지 500 μm , 500 내지 700 μm , 700 내지 900 μm 정도이며, 예컨대 600 μm , 800 μm 등이다. 분립체의 입도 분포는 50 내지 1500 μm , 100 내지 1500 μm , 200 내지 1500 μm , 300 내지 1500 μm 등이다.

[0174] 2. 분체 선별 공정

[0175] 본 발명에서는, 입체 선별 공정에서, 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터, 미분, 즉, 분립체에 포함되는 다른 입체보다도 입경이 작은 미분을 제거하여 선별 입체를 얻는다. 이것은, 후술하는 것과 같이, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 미세한 입체는, 보다 큰 입체에 비하여 황색으로 착색되어 있고, 색상이 뒤떨어지는 경향이 있기 때문이다. 선별 입체는 소정의 기준 입경 이상의 입경을 갖는 입체를 소정의 기준 함유량 이상 함유하고 있고, 예컨대, 200 μm 이상의 입경을 갖는 입체를 90중량% 이상 함유한다. 선별 입체의 기준 입경과 기준 함유량은, 사용하는 분립체의 입경 분포 및 색상 등에 따라 적절히 선택된다. 예컨대, 기준 입경은 100 μm , 200 μm , 300 μm , 500 μm , 1000 μm 등이며, 기준 함유량은 80중량%, 90중량%, 95중량%, 97중량% 등이다.

[0176] 본 발명의 입체 선별 공정에서는, 소정 크기의 눈 크기를 갖는 체 또는 송풍 수단을 이용하는 풍력 선별기 등이 사용될 수 있다. 또한, 체와 풍력 선별기 등을 병용하여도 좋다.

[0177] 1) 체

[0178] 소정의 크기의 눈 크기를 갖는 체에 의해 분립체를 체질하여, 미분을 제거할 수 있다. 이러한 체로서, 예컨대, 금속 망 또는 수지 망의 JIS 표준체(JIS Z8801-1) 등이 사용될 수 있다. 단, JIS 규격에 준하지 않는 체를 사용하여도 좋다. 또한, 체(망)을 구비한 분급 장치를 이용하여도 좋다. 이 경우, 체를 진동시키는 것 등에 의해, 분립체로부터 효율적으로 미분을 제거할 수 있다.

[0179] 2) 풍력 선별기

[0180] 송풍 기능을 갖는 풍력 선별기를 이용하여, 송풍에 의해 분립체를 부유시킨 상태에서 미분을 제거하여도 좋다. 풍력 선별기에서는, 예컨대, 통의 아래쪽에 설치한 송풍기(송풍 수단)에 의해 통 내에 위쪽을 향하는 바람을 발생시키면서 분립체를 부유시킨다. 이때, 미분은 풍력에 의해 날려져 통을 통과하고, 통에 연결된 확산실에 도달하는 데 비하여, 미분보다도 입경이 크고 무거운 분체는 일시적으로 부유했다고 하여도 중력에 의해 통 내를 낙하한다. 이 결과, 미분과 보다 입경이 큰 선별 입체를 분리하여, 선별 입체를 얻을 수 있다.

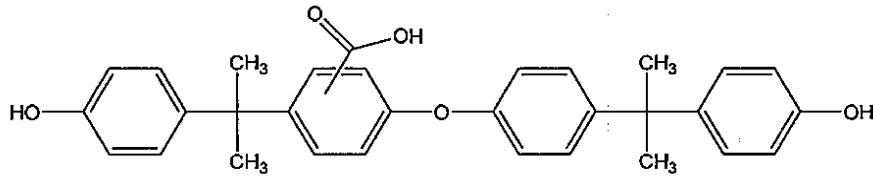
[0181] 또한, 풍력 선별기의 구조는 이것으로 한정되지 않는다. 예컨대, 기 내의 위쪽에 설치한 배풍기(排風機)에 의해 계 내를 감압시켜, 미분을 감압계 내로 이동시키면서 선별 입체를 낙하시켜도 좋다. 또한, 확산실을 갖는 송풍기로 분립체를 공급하고, 미분을 부유시켜 확산실로 보냄과 함께, 선별 입체를 분립체의 공급구 부근에서 낙하시켜도 좋다. 한편, 부분적으로 자연풍을 활용하여도 좋다.

[0182] 본원 명세서에서, 선별 입체의 입경은, JIS Z8801-1의 공칭 눈 크기(mm) 값에 기초하여 결정할 수 있다. 예컨대, 공칭 눈 크기가 200 μm 인 체를 통과하지 않는 입체를, 200 μm 이상의 입경을 갖는 입체라고 정한다. 한편, JIS 규격에 준하지 않는 체나 풍력 선별기를 사용하여 선별 입체를 얻은 경우 등에서는, 그 후 추가로 선별 입체를 상기 JIS 규격에 준하여 체질하는 것에 의해, 전술한 기준 입경 및 기준 함유량을 파악할 수 있다.

[0183] 3. 선별 입체

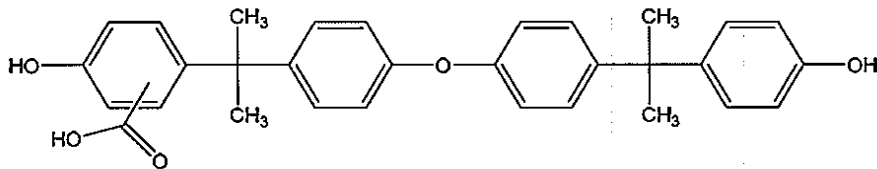
[0184] 본 발명에서는, 선별 입체를 알칼리 가수분해한 후의 분해물 중의 하기 화학식 A로 표시되는 화합물(이하, 「화합물 A」라고 부른다), 또는 하기 화학식 B로 표시되는 화합물(이하, 「화합물 B」라고 부른다)의 함유량이, 각각 바람직하게는 3중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 또한, 선별 입체의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 화합물 B의 함유량이, 어느 것이든 3중량ppm 이하인 것, 또는 화합물 A 및 화합물 B의 합계 함유량이 3중량ppm 이하인 것이 보다 바람직하다. 또한, 이들의 함유량의 값도, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 한편, 선별 입체를 알칼리 가수분해한 후의 분해물에서의 화합물 A의 함유량(농도)의 측정 방법은, 이하에서 설명하는 펠렛의 경우와 같다.

[0185] [화학적 A]



[0186]

[0187] [화학적 B]



[0188]

[0189] 4. 펠렛 형성 공정

[0190] 본 발명에서는, 펠렛 형성 공정에서, 상기의 선별 입체를 소정의 온도 조건 하에서 용융시켜, 폴리카보네이트 수지의 펠렛을 형성한다.

[0191] 4-1. 펠렛의 성분

[0192] 펠렛 형성 공정에서는, 폴리카보네이트 수지의 선별 입체 외에도, 이하의 성분을 가할 수 있다. 예컨대, 산화 방지제, 페놀계나 인계, 황계의 열 안정제, 벤조트리아아졸계나 벤조페논계의 자외선 흡수제, 카복실산에스터, 폴리실록세인 화합물, 파라핀 왁스(폴리올레핀계), 폴리카프로락톤 등의 이형제 또는 광 안정제 등의 첨가제 등을 들 수 있다.

[0193] 산화 방지제로서는, 페놀계 산화 방지제, 힌더드 페놀계 산화 방지제, 비스페놀계 산화 방지제, 폴리페놀계 산화 방지제, 유기 황 화합물, 포스파이트 등의 유기 인 화합물을 들 수 있다. 구체적으로는, 페놀계 산화 방지제로서, 2,6-다이-오부틸-4-메틸페놀, n-옥타데실-3-(3',5'-다이-tert-부틸-4'-하이드록시페닐)프로피오네이트, 테트라키스[메틸렌-3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트]메테인, 트리스(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시벤질)아이소사이아누레이드, 4,4'-부틸렌비스-(3-메틸-6-tert-부틸페놀), 트라이에틸렌글리콜-비스[3-(3-tert-부틸-하이드록시-5-메틸페닐)프로피오네이트], 3,9-비스{2-[3-(3-tert-부틸-4-하이드록시-5-메틸페닐)프로피오닐옥시]-1,1-다이메틸에틸}-2,4,8,10-테트라옥사스파이로[5,5]운데케인을 들 수 있다. 또한, 힌더드 페놀계 산화 방지제로서, 펜타에리트리톨테트라키스[3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트], 옥타데실-3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트, 싸이오다이에틸렌비스[3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트], N,N'-헥세인-1,6-다이일비스[3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오나마이드], 2,4-다이메틸-6-(1-메틸헥사데실)페놀, 다이에틸[[3,5-비스(1,1-다이메틸에틸)-4-하이드록시페닐]메틸]포스포에이트, 3,3',3'',5,5',5''-헥사-tert-부틸-a,a',a''-(메틸렌-2,4,6-트라이일)트라이-p-크레졸, 4,6-비스(옥틸싸이오메틸)-o-크레졸, 에틸렌비스(옥시에틸렌)비스[3-(5-tert-부틸-4-하이드록시-m-톨릴)프로피오네이트], 헥사메틸렌비스[3-(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시페닐)프로피오네이트], 1,3,5-트리스(3,5-다이-tert-부틸-4-하이드록시벤질)-1,3,5-트리아진-2,4,6(1H,3H,5H)-트라이온, 2,6-다이-tert-부틸-4-(4,6-비스(옥틸싸이오)-1,3,5-트리아진-2-일아미노)페놀 등을 들 수 있다.

[0194] 열 안정제로서, 분자 중의 적어도 1개의 에스터가 페놀 및/또는 탄소수 1 내지 25의 알킬기를 적어도 1개 갖는 페놀로 에스터화된 아인산에스터 화합물(a), 아인산(b) 및 테트라키스(2,4-다이-tert-부틸페닐)-4,4'-바이페닐렌-다이-포스포나이트(c)의 군으로부터 선택된 적어도 1종을 들 수 있다. 아인산에스터 화합물(a)의 구체예로서, 트라이옥틸포스파이트, 트라이데실포스파이트, 트라이페닐포스파이트, 트리스노닐페닐포스파이트, 트리스(옥틸페닐)포스파이트, 트리스(2,4-다이-tert-부틸페닐)포스파이트, 트라이데실포스파이트, 다이데실모노페닐포스파이트, 다이옥틸모노페닐포스파이트, 다이아이소프로필모노페닐포스파이트, 모노부틸다이페닐포스파이트, 모노데실다이페닐포스파이트, 모노옥틸다이페닐포스파이트, 다이스테아릴펜타에리트리톨다이포스파이트, 다이페닐펜타에리트리톨다이포스파이트, 비스(2,6-다이-tert-부틸-4-메틸페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트, 2,2-메틸렌비스(4,6-다이-tert-부틸페닐)옥틸포스파이트, 비스(노닐페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트, 비스(2,4-다이-

tert-부틸페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트, 비스(2,6-다이-tert-부틸-4-에틸페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트 등을 들 수 있다. 이들은 단독으로 사용하여도 좋고, 2종 이상을 혼합하여 사용하여도 좋다.

[0195]

자외선 흡수제의 구체예로서, 산화세륨, 산화아연 등의 무기 자외선 흡수제 외에, 벤조트리아아졸 화합물, 벤조페논 화합물, 트리아진 화합물 등의 유기 자외선 흡수제를 들 수 있다. 이들 중에서는, 유기 자외선 흡수제가 바람직하다. 특히, 벤조트리아아졸 화합물, 2-(4,6-다이페닐-1,3,5-트리아진-2-일)-5-[(핵실)옥시]-페놀, 2-[4,6-비스(2,4-다이메틸페닐)-1,3,5-트리아진-2-일]-5-(옥틸옥시)페놀, 2,2'-(1,4-페닐렌)비스[4H-3,1-벤조사진-4-온], [(4-메톡시페닐)-메틸렌]-프로페인이산-다이메틸에스터의 군으로부터 선택되는 1종 이상이 바람직하다. 벤조트리아아졸 화합물의 구체예로서, 메틸-3-[3-tert-부틸-5-(2H-벤조트리아아졸-2-일)-4-하이드록시페닐]프로피오네이트-폴리에틸렌글리콜과의 축합물을 들 수 있다. 또한, 그 밖의 벤조트리아아졸 화합물의 구체예로서, 2-비스(5-메틸-2-하이드록시페닐)벤조트리아아졸, 2-(3,5-다이-tert-부틸-2-하이드록시페닐)벤조트리아아졸, 2-(3',5'-다이-tert-부틸-2'-하이드록시페닐)-5-클로로벤조트리아아졸, 2-(3-tert-부틸-5-메틸-2-하이드록시페닐)-5-클로로벤조트리아아졸, 2-(2'-하이드록시-5'-tert-옥틸페닐)벤조트리아아졸, 2-(3,5-다이-tert-아밀-2-하이드록시페닐)벤조트리아아졸, 2-[2-하이드록시-3,5-비스(α , α -다이메틸벤질)페닐]-2H-벤조트리아아졸, 2,2'-메틸렌-비스[4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸)-6-(2N-벤조트리아아졸-2-일)페놀], [메틸-3-[3-tert-부틸-5-(2H-벤조트리아아졸-2-일)-4-하이드록시페닐]프로피오네이트-폴리에틸렌글리콜] 축합물 등을 들 수 있다. 이들의 2종 이상을 병용하여도 좋다. 상기 중에서는, 바람직하게는 2-(2'-하이드록시-5'-tert-옥틸페닐)벤조트리아아졸, 2-[2-하이드록시-3,5-비스(α , α -다이메틸벤질)페닐]-2H-벤조트리아아졸, 2-(4,6-다이페닐-1,3,5-트리아진-2-일)-5-[(핵실)옥시]-페놀, 2-[4,6-비스(2,4-다이메틸페닐)-1,3,5-트리아진-2-일]-5-(옥틸옥시)페놀, 2,2'-메틸렌-비스[4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸)-6-(2N-벤조트리아아졸-2-일)페놀]이다.

[0196]

이형제로서, 지방족 카복실산, 지방족 카복실산과 알코올과의 에스터, 수 평균 분자량 200 내지 15000의 지방족 탄화수소 화합물, 폴리실록세인계 실리콘 오일의 군으로부터 선택되는 적어도 1종의 화합물을 들 수 있다. 지방족 카복실산으로서, 포화 또는 불포화의 지방족 1가, 2가 또는 3가 카복실산을 들 수 있다. 여기서, 지방족 카복실산이란, 지환식의 카복실산도 포함한다. 이들 중에서도, 바람직한 지방족 카복실산은 탄소수 6 내지 36의 1가 또는 2가 카복실산이며, 탄소수 6 내지 36의 지방족 포화 1가 카복실산이 더욱 바람직하다. 지방족 카복실산의 구체예로서, 팔미트산, 스테아르산, 카프로산, 카프르산, 라우르산, 아라킨산, 베헨산, 리그노세르산, 세로트산, 펠리스산, 테트라리아콘탄산, 몬탄산, 아디프산, 아젤라산 등을 들 수 있다. 지방족 카복실산과 알코올의 에스터에서의 지방족 카복실산으로서, 상기 지방족 카복실산과 같은 것이 사용될 수 있다. 한편, 알코올로서, 포화 또는 불포화의 1가 또는 다가 알코올을 들 수 있다. 이들의 알코올은, 불소 원자, 아릴기 등의 치환기를 갖고 있어도 좋다. 이들 중에서는, 탄소수 30 이하의 1가 또는 다가의 포화 알코올이 바람직하고, 탄소수 30 이하의 지방족 포화 1가 알코올 또는 다가 알코올이 더욱 바람직하다. 여기서, 지방족에는 지환식 화합물도 포함된다. 알코올의 구체예로서, 옥탄올, 데칸올, 도데칸올, 스테아릴알코올, 베헨알코올, 에틸렌글리콜, 디에틸렌글리콜, 폴리프로필렌글리콜, 글리세린, 펜타에리트리톨, 2,2-다이하이드록시퍼플루오로프로판올, 네오펜틸렌글리콜, 다이트라이메틸올프로페인, 다이펜타에리트리톨 등을 들 수 있다. 한편, 상기의 에스터 화합물은 분산물로서 지방족 카복실산 및/또는 알코올을 함유하고 있어도 좋고, 복수의 화합물의 혼합물이어도 좋다. 지방족 카복실산과 알코올의 에스터의 구체예로서, 밀랍(미리실팔미테이트를 주성분으로 하는 혼합물), 스테아르산스테아릴, 베헨산베헨일, 베헨산스테아릴, 글리세린모노팔미테이트, 글리세린모노스테아레이트, 글리세린다이스테아레이트, 글리세린트라이스테아레이트, 펜타에리트리톨모노팔미테이트, 펜타에리트리톨모노스테아레이트, 펜타에리트리톨다이스테아레이트, 펜타에리트리톨트라이스테아레이트, 펜타에리트리톨테트라스테아레이트 등을 들 수 있다. 수 평균 분자량 200 내지 15000의 지방족 탄화수소로서, 유동 파라핀, 파라핀 왁스, 마이크로 왁스, 폴리에틸렌 왁스, 피서-트롭쉬 왁스, 탄소수 3 내지 12의 α -올레핀올리고머 등을 들 수 있다. 여기서, 지방족 탄화수소에는 지환식 탄화수소도 포함된다. 또한, 이들의 탄화수소 화합물은 부분 산화되어 있어도 좋다. 이들 중에서는, 파라핀 왁스, 폴리에틸렌 왁스 또는 폴리에틸렌 왁스의 부분 산화물이 바람직하고, 파라핀 왁스, 폴리에틸렌 왁스가 더욱 바람직하다. 수 평균 분자량은, 바람직하게는 200 내지 5000이다. 이들의 지방족 탄화수소는 단일 물질이어도, 구성 성분이나 분자량이 다양한 것의 혼합물이어도 좋고, 주성분이 상기의 범위 내이면 좋다. 폴리실록세인계 실리콘 오일로서, 예컨대, 다이메틸실리콘 오일, 페닐메틸실리콘 오일, 다이페닐실리콘 오일, 불소화 알킬실리콘 등을 들 수 있다. 이들의 2종류 이상을 병용하여도 좋다.

[0197]

광 안정제로서, 벤조트리아아졸계 자외선 흡수제, 벤조페논계 자외선 흡수제, 트리아진계 자외선 흡수제, 옥사닐라이드계 자외선 흡수제 말론산에스터계 자외선 흡수제, 힌더드 아민 등을 들 수 있다. 광 안정제의 구체예로서, 예컨대, 2,2-메틸렌비스[4-(1,1,3,3-테트라메틸부틸)-6-(2H-벤조트리아아졸-2-일)페놀], 2-(2-하이드록시-5-tert-옥틸페닐)벤조트리아아졸, 2-(3-tert-부틸-5-메틸-2-하이드록시페닐)-5-클로로벤조트리아아졸, 2-(5-

메틸-2-하이드록시페닐)벤조트라이아졸, 2-[2-하이드록시-3,5-비스(α , α -다이메틸벤질)페닐]-2H-벤조트라이아졸, 2,2'-메틸렌비스(4-큐밀-6-벤조트라이아졸페닐), p-페닐렌비스(1,3-벤조옥사진-4-온), [(4-메톡시페닐)-메틸렌]-말론산다이메틸에스터 등을 들 수 있다.

[0198] 이들의 첨가제를, 텀블러, 믹서 등에 의해 필요로 되는 전량을 직접 혼합하여 폴리카보네이트 수지의 선별 입체에 가하여도 좋고, 모든 종류의 첨가제로 이루어지는 마스터배치를 형성하고, 펠렛의 형성에 사용하여도 좋다. 또한, 일부의 종류의 첨가제에 대하여 필요한 전량을 서로 혼합하고, 다른 첨가제에 대해서는 마스터배치를 형성하여도 좋다.

[0199] 4-2. 펠렛의 형성

[0200] 펠렛 형성 공정에서는, 예컨대, 선별 입체를 이용한 압출 조립(造粒)에 의해 펠렛이 형성된다. 이 압출 조립에 사용하기에 적합한 압출 성형기로서, 벤트식 압출기, 탠덤식 압출기를 포함하는 주지의 1축 압출기, 병렬식 2축 압출기, 원뿔형식 2축 압출기를 포함하는 주지의 2축 압출기 등을 이용할 수 있다. 또한, 스트랜드·다이의 구조, 구성, 형식 등은 임의이다. 가열 실린더는, 일반적으로, 공급부(feed zone), 압축부(compression zone), 계량화부(metering zone)로 구성되며, 계량화부의 하류에 다이가 배치되어 있고, 공급부에 호퍼가 부착되어 있다. 사용하는 압출 성형기에 따라서는 가열 실린더를 밀폐 구조로 하고, 가열 실린더로 불활성 가스를 도입할 수 있도록 개조가 실시되어 있어도 좋다.

[0201] 호퍼로 투입된 폴리카보네이트 수지의 선별 입체는, 가열 실린더의 공급부에서는 고형인 그대로 압축부로 보내어지고, 압축부의 전후에서 가소화, 용융이 진행된다. 그리고, 선별 입체는 계량화부에서 계량되고, 스트랜드·다이를 통하여 압출된다. 한편, 배기구(벤트부)를 압축부 또는 그의 하류(예컨대, 압축부와 계량부 사이)에 설치하여도 좋다. 가열 실린더, 스크류, 호퍼의 형식, 구조, 구성은 본질적으로 임의이며, 공지된 가열 실린더, 스크류, 호퍼를 이용할 수 있다. 연속하여 펠렛의 형성, 즉 조립을 행하는 경우, 원료가 되는 플레이크상(狀)의 선별 입체를 호퍼로 반입할 필요가 있지만, 이러한 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다. 예컨대, 호퍼 내를 부압(負壓)으로 하고, 선별 입체의 저장부로부터 배관을 경유하여, 호퍼 내로 선별 입체를 기류 반입하는 방식으로 할 수 있다.

[0202] 펠렛을 형성하기 위한 선별 입체의 용융 온도는, 원료인 선별 입체의 종류(특히 유리전이온도 등)에 따라 조정되지만, 145℃ 이상이며, 230 내지 300℃인 것이 바람직하다.

[0203] 4-3. 불활성 가스

[0204] 본 발명에서는, 불활성 가스의 사용에 의해 또는 감압 공정에 의해, 대기 중보다도 산소 농도를 저하시킨 환경 하에서 펠렛을 형성하는 것이 펠렛에 대한 착색을 억제하기 위해서 바람직하다. 또한, 불활성 가스를 사용하기 전에, 미리 계 내를 감압 또는 진공화하여 산소를 제거하는 것이 바람직하다. 보다 구체적으로는, 불활성 가스의 첨가 또는 계 내의 감압, 또는 이들의 병용에 의해, 산소 농도가 바람직하게는 10000(부피)ppm(1%) 이하, 보다 바람직하게는 5000ppm 이하, 가장 바람직하게는 2000ppm 이하의 분위기 하에서, 폴리카보네이트 수지의 선별 입체를 용융시켜 펠렛을 형성한다.

[0205] 불활성 가스로서는, 헬륨 가스, 아르곤 가스를 들 수도 있지만, 질소 가스를 이용하는 것이 경제면에서 바람직하다. 불활성 가스로서 질소 가스를 이용하는 경우, 시판 중인 질소 가스 봄베, 또는 분리막 방식 또는 PSA 방식의 질소 가스 발생 장치 등을 이용할 수 있다.

[0206] 불활성 가스는, 불활성 가스원으로부터, 배관, 가열 실린더, 호퍼를 경유하여 계 외로 흐르는 것이 바람직하다. 또한, 소재 병커(저장고)를 향하여 유입시킴으로써, 불활성 가스를 유효하게 이용하는 것이 가능하다. 이 경우, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분은 기밀(氣密)로 되어 있는 것이 바람직하다. 단, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분에서의 불활성 가스의 압력이 거의 일정하게 유지된다면, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분으로부터 약간의 불활성 가스의 누출이 있어도 좋다. 또한, 이 경우, 호퍼 내에 선별 입체가 충전되고, 호퍼가 부착된 가열 실린더의 부위로부터 가열 실린더의 선단부까지 선별 입체가 가소화된 상태에서, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분의 압력은 대기압보다도 높은 것이 바람직하다. 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분의 압력은, 예컨대, 대기압보다도 $2 \times 10^3 \text{ Pa}$ (0.02 kgf/cm^2) 정도, 또는 그 이상 높은 것이 바람직하다. 또한, 압출 성형기에서 선별 입체가 투입되는 호퍼 내, 또는 선별 입체를 가소화, 용융시킬 때의 가열 실린더 내의 압력을 바람직한 수준, 예컨대 $1.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ 이하로 할 수 있도록, 진공 펌프에 의해서 감압할 수도 있다.

[0207] 압출 성형기로부터 압출되는 용융 수지를 스트랜드상으로 하고, 스트랜드 커터 등을 사용하여, 폴리카보네이트 수지의 펠렛을 제조하여도 좋다. 이때, 스트랜드상의 용융 수지를 수냉한다. 수냉 시에는, 냉각된 펠렛의 표면 온도를 바람직하게는 60 내지 140℃, 보다 바람직하게는 80 내지 120℃로 조정하는 것이, 펠렛 중의 수분 잔류를 억제하면서, 용융된 펠렛의 블록킹을 방지하는 관점에서 바람직하다. 단, 스트랜드상의 용융 수지를 공냉하여 절단함으로써 펠렛을 제조하여도 좋다.

[0208] 5. 펠렛의 보관

[0209] 전술한 펠렛 형성 공정에서 형성된 펠렛을, 불활성 가스의 첨가 또는 계 내의 감압, 또는 이들의 병용에 의해, 산소 농도가 바람직하게는 10000(부피)ppm 이하, 보다 바람직하게는 5000ppm 이하, 가장 바람직하게는 2000ppm 이하로 한 분위기 하에서 보관하는 것이, 잔존 산소 농도를 저하시키기 위해서 바람직하다. 또한, 바람직하게는 펠렛의 표면 온도가 50 내지 100℃인 상태, 보다 바람직하게는 60 내지 80℃인 상태에서 보관 용기에 펠렛을 보관(밀폐)하는 것이, 펠렛에 의한 수분 흡착을 방지하는 관점에서 바람직하다.

[0210] 또, 펠렛은, 밀폐 보관 용기 내에 보관되거나, 포장하는 것이 바람직하다. 밀폐 보관 용기 또는 포장에 사용되는 자루는, 산소 투과율이 바람직하게는 $100\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이하, 보다 바람직하게는 $10\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이하이며, 또한 보다 바람직하게는 $1\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이하이며, 40℃, 90%RH에서의 수증기 투과율이 바람직하게는 $10\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{시간})$ 이하, 보다 바람직하게는 $1\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이하이다. 또한, 산소 가스 흡수제를 포함하는 밀폐 용기 중에서 보관하고, 계 내의 산소 농도를 저하시켜도 좋다.

[0211] 본 발명에서는, 전술한 수법에 의해, 펠렛 중의 용존 산소 농도를 바람직하게는 $0.015\text{cm}^3/\text{g}$ 이하, 보다 바람직하게는 $0.010\text{cm}^3/\text{g}$ 이하로 억제할 수 있고, 또한, 펠렛 중의 함유율을 바람직하게는 300중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 200중량ppm 이하로 억제할 수 있다. 펠렛 중의 용존 산소 농도를 억제한 결과, 보관 중인 펠렛에의 착색을 방지할 수 있다. 또한, 보관 중인 펠렛의 함유율을 억제함으로써, 그 후의 펠렛의 사출 성형 시의 발포 등의 성형 불량도 방지되기 때문에, 펠렛의 건조 공정을 생략할 수 있다. 건조 공정에서는, 일반적으로, 펠렛이 공기 중의 산소를 흡장해 버려, 색상의 저하(착색)을 초래한다. 따라서, 펠렛의 함유율의 억제에 의해, 간접적으로, 색상을 양호하게 유지하는 효과도 얻을 수 있다.

[0212] 6. 펠렛의 개봉 시의 처리

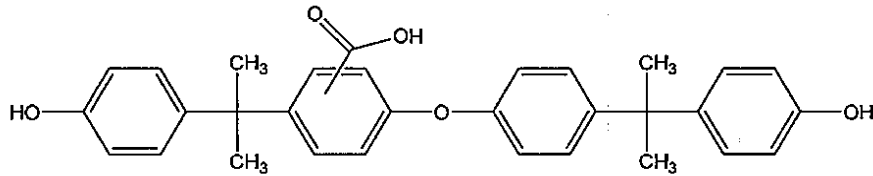
[0213] 전술한 포장 수단에서 밀폐된 펠렛을 개봉할 때는, 이하의 처리를 실시하는 것이 바람직하다. 우선, 펠렛을 밀폐 보관 용기 또는 자루 등에 의해 밀폐된 상태에서 펠렛의 표면 온도가 60℃ 이상, 보다 바람직하게는 80℃ 이상이 되도록 밀폐 용기 등마다 60℃ 내지 100℃, 보다 바람직하게는 80 내지 100℃에서 1시간 이상, 예컨대 4시간 정도 가열한다. 이러한 개봉 전의 처리로, 외기에 접하기 전에 펠렛의 온도를 상승시킴으로써, 개봉 후의 펠렛의 수분 흡착이나 산소 가스의 용존(흡장)을 억제할 수 있다.

[0214] 또, 밀폐된 펠렛을 개봉한 직후에, 산소 농도가 1000ppm 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하의 분위기 하에 펠렛을 두는 것이 바람직하다. 공기 중의 산소의 펠렛에의 용존을 방지하기 위해서이며, 이를 위해서, 질소 가스 등의 불활성 가스를 퍼지하는 호퍼 또는 진공 호퍼 등을 이용한다. 또한, 개봉 전뿐만 아니라, 개봉 후에도, 전술한 목적으로 펠렛을 가열하는 것이 바람직하다. 이상과 같이, 개봉 후로부터 압출 성형 또는 사출 성형에 이용되기까지의 사이, 펠렛의 표면 온도를 예컨대 60℃ 이상으로, 주위의 산소 농도를 예컨대 1000ppm 이하로 유지함으로써 제조되는 압출 성형품 또는 사출 성형품의 색상을 보다 향상시킬 수 있다.

[0215] 7. 펠렛 분해물 중의 화합물

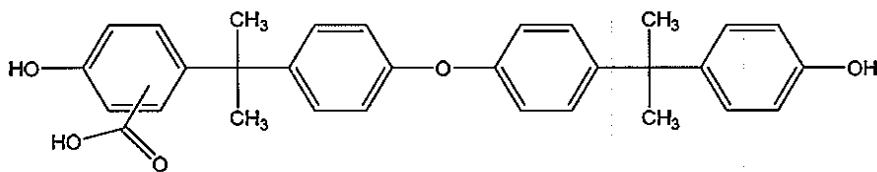
[0216] 본 발명에서는, 폴리카보네이트 수지의 펠렛을 알칼리 가수분해한 후의 분해물에서, 하기 화학식 A로 표시되는 화합물 A 및 하기 화학식 B로 표시되는 화합물 B의 함유량은, 각각 5중량ppm 이하, 바람직하게는 3중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 또한, 상기 펠렛의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 화합물 B의 함유량이, 어느 것이든 5중량ppm 이하인 것, 또는 화합물 A 및 화합물 B의 합계 함유량이 5중량ppm 이하인 것이 보다 바람직하다. 또한, 이들의 함유량의 값도, 바람직하게는 3중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 본 발명에서는, 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거함으로써, 화합물 A의 함유량을 낮게 억제할 수 있고, 그 결과, 보다 색상이 우수한 펠렛을 제조할 수 있다.

[0217] [화합식 A]



[0218]

[0219] [화합식 B]



[0220]

[0221] 펠렛의 알칼리 가수분해 후의 분해물에서의 화합물 A 및 B의 함유량(농도)은, 이하와 같이, LC-MS/MS를 이용하여 측정한다. 우선, 0.1g의 펠렛의 샘플을 다이클로로메테인 10ml에 용해시킨다. 이 다이클로로메테인 용액에, 28% 나트륨메톡사이드의 메탄올 용액 1.8ml, 메탄올 8ml 및 물 2.6ml를 가하고, 1시간 교반한다. 이 용액에, 1N 염산 수용액을 12ml 가하여 10분간 교반하여, 계 내를 산성화시킨 후에 정치한다. 그 후, 수층과 분리된 다이클로로메테인의 유기층을 10ml로 정용(定容)하여, 다이클로로메테인 용액을 2ml 채취한다. 이 다이클로로메테인 용액을 질소 기류 하에서 건조(乾固)시키고, 수득된 시료를 내부 표준 용액으로서의 메톡시살리실산 10mg/l의 아세토나이트릴 용액 2ml에 용해시켜, LC-MS/MS 측정 시료로 한다. 이 측정 시료에 대한 LC-MS/MS 측정에 의해, 펠렛의 알칼리 가수분해물에서의 화합물 A 및 B의 함유량을 산출한다.

[0222] 폴리카보네이트 수지 펠렛의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 B의 함유량은, 상세를 후술한 것과 같이, 펠렛의 색상과 밀접한 관계에 있다. 즉, 화합물 A 및 B의 함유량이 적은 펠렛은 무색에 가까워 색상이 우수한 데 비하여, 화합물 A 또는 B의 함유량이 많은 펠렛은 황색 또는 호박색으로 착색되어 있어, 색상이 뒤틀어지는 경향이 있다. 본 발명에서는, 전술한 바와 같이 선별 입체를 이용하여 펠렛을 형성함으로써, 색상이 양호한 펠렛을 제조하는 것이며, 펠렛의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 B의 함유량은 각각 5중량ppm 이하로 억제된다.

[0223] 8. 폴리카보네이트 수지의 색상

[0224] 본원 명세서 중에서는, 폴리카보네이트 수지의 펠렛, 압출 성형품, 사출 성형품 및 분립체의 색상을 용액 YI값으로 평가하고 있다. 불순물에 의해 황색(호박색)으로 착색되어 있는 폴리카보네이트 수지일수록, 큰 용액 YI값을 갖는다. 용액 YI값은 이하와 같이 측정한다. 즉, 폴리카보네이트 수지의 15중량% 다이클로로메테인 용액을 투명 용기에 넣고, C광원(1mm×3mm)으로부터의 광을, 100mm의 다이클로로메테인 용액층을 투과시켜 수광부에서 수광하고, 이때 산출되는 투과율이 용액 YI값이다(도 1 참조). 본원 명세서 중의 용액 YI값의 측정에는, 니폰전색공업주식회사제 분광 투과 색계 ASA-1을 이용했다. 이하, 본 명세서에서는, 용액 YI값을 이용하여, 펠렛 및 분립체 등의 색상을 나타낸다.

[0225] 폴리카보네이트 수지의 분립체에서는, 표 1에 예시된 것과 같이, 입경이 큰 성분일수록 낮은 용액 YI값을 갖고, 색상이 우수한 한편, 입경이 작은 성분일수록 높은 용액 YI값을 갖고, 착색되어 있다는 것이 밝혀졌다. 이 분립체의 입경 분포와 색상의 관계에 근거하여, 본 발명에서는, 미분을 제거하여 얻어지는 선별 입체를 이용하여, 색상이 우수한 펠렛을 형성한다. 바람직하게는, 500 μ m 이상의 입경을 갖는 입체의 함유량이 90중량% 이상인 선별 입체를 이용하고, 특히 바람직하게는 1mm 이상의 입경을 갖는 입체의 함유량이 90중량% 이상인 선별 입체를 이용하여, 색상이 우수한 펠렛을 형성한다.

표 1

입경	1mm 이상	500 μ m~ 1mm미만	200 μ m~ 500 μ m미만	100 μ m~ 200 μ m미만	100 μ m미만
용액 YI값	1.05	1.25	1.35	1.55	1.75

[0226]

[0227]

그리고, 본 발명에서는, 선별 입체의 용액 YI값이, 선별 입체를 얻기 전의 분립체의 용액 YI값보다도 0.05 이상, 바람직하게는 0.10 이상, 보다 바람직하게는 0.20 이상 작은 것이 바람직하다. 또한, 선별 입체의 용액 YI값이 바람직하게는 1.30 이하, 보다 바람직하게는 1.20 이하, 특히 바람직하게는 1.00 이하인 것이, 보다 무색에 가까운 색상의 양호한 펠렛 및 성형품을 제조하는 관점에서 바람직하다. 또한, 본 발명의 제조 방법에 의해 제조된 펠렛의 용액 YI값은 바람직하게는 1.40 이하, 보다 바람직하게는 1.20 이하, 특히 바람직하게는 1.00 이하이다.

[0228]

9. 펠렛 압출 공정 및 펠렛 사출 공정

[0229]

본 발명에서는, 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에서, 상기의 펠렛을 압출 성형 또는 펠렛 사출 공정하여, 폴리카보네이트 수지의 압출 성형품 및 사출 성형품을 제조한다.

[0230]

9-1. 압출 성형품 및 사출 성형품의 성분

[0231]

펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에서는, 폴리카보네이트 수지의 펠렛만을 압출 성형 또는 사출 성형하여도 좋고, 또한 전술한 4-1. 펠렛의 성분 항목에서 열거한 첨가제 등의 성분을 펠렛에 가하여 압출 성형 또는 사출 성형하여도 좋다.

[0232]

9-2. 펠렛 압출 공정에 의한 압출 성형품의 제조

[0233]

펠렛 압출 공정에서는, 전술한 4-2. 펠렛의 형성 항목에서 설명한 방법에 준하여, 압출 성형품이 제조된다. 즉, 4-2. 펠렛의 형성 항목에서 열거한 종류의 압출 성형기 등을 이용할 수 있다. 그리고, 펠렛 형성을 위한 압출 성형과 마찬가지로, 다이의 구조, 구성, 형식 등은 임의이며, 가열 실린더는, 일반적으로, 공급부(feed zone), 압축부(compression zone), 계량화부(metering zone)로 구성되며, 계량화부의 하류에 다이가 배치되어 있고, 공급부에 호퍼가 부착되어 있다. 또한, 가열 실린더를 밀폐 구조로 하고, 가열 실린더로 불활성 가스를 도입할 수 있는 것이 바람직하다.

[0234]

호퍼로 투입된 폴리카보네이트 수지의 펠렛은, 전술한 4-2. 펠렛의 형성 항목에서의 선별 입체와 마찬가지로, 가열 실린더의 공급부에서는 고형인 그대로 압축부로 보내어지고, 압축부의 전후에서 가소화, 용융이 진행되어, 다이를 통해 압출된다. 그리고, 압출 성형기로부터 압출되는 용융 수지를 적절히 수냉 또는 공냉하고, 절단하여, 소정의 형상을 갖는 압출 성형품을 제조한다. 압출 성형품의 형상 및 크기에 대해서는, 특별히 한정되지 않고, 예컨대, 폭 1000mm, 두께 2mm, 길이 2000mm의 크기의 시트상 등의 압출 성형품이 얻어진다.

[0235]

9-3. 펠렛 사출 공정에 의한 사출 성형품의 제조

[0236]

펠렛 사출 공정에서는, 전술한 펠렛을 이용한 사출 성형에 의해 사출 성형품이 제조된다. 이 사출 성형에 적합한 사출 성형기로서, 예컨대, 인라인(in line) 스크류 방식의 사출 성형기를 들 수 있다. 또한, 스크류 구동 장치와 스크류를 연결하는 성형용 실린더(가열 실린더)의 후단부를 밀폐 구조로 하고, 불활성 가스를, 예컨대 밀폐 부분으로 도입할 수 있는 사출 성형기도 사용할 수 있다. 성형용(가열) 실린더는, 일반적으로, 공급부(feed zone), 압축부(compression zone), 계량화부(metering zone)로 구성되며, 계량화부의 하류에 다이가 배치되어 있고, 공급부에 호퍼가 부착되어 있다.

[0237]

호퍼로 투입된 폴리카보네이트 수지의 펠렛은, 전술한 4-2. 펠렛의 형성 항목에서의 선별 입체와 마찬가지로, 가열 실린더의 공급부에서는 고형인 그대로 압축부로 보내어지고, 압축부의 전후에서 가소화, 용융이 진행되어, 수지 도출부를 통하여 사출된다. 이와 같이, 사출 성형기로부터 사출되는 용융 수지를 금형의 캐비티(cavity)로 공급하고, 냉각시켜, 캐비티의 형상에 대응한 형상의 사출 성형품을 제조한다.

[0238]

압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조하기 위한 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에 사용되는 압출 성형기 또는 사출 성형기에서도, 배기구(벤트부)를 압축부 또는 그의 하류(예컨대, 압축부와 계량부 사이)에 설치하여도 좋다. 이 경우에서도, 가열 실린더, 스크류, 호퍼의 형식, 구조, 구성은 본질적으로 임의이며, 공지된 가열

실린더, 스크류, 호퍼를 이용할 수 있고, 연속하여 압출 성형품을 제조하는 경우, 원료의 펠렛을 호퍼로 반입할 필요가 있지만, 이러한 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다. 예컨대, 호퍼 내를 부압으로 하고, 펠렛의 저장부로부터 배관을 경유하여, 호퍼 내로 펠렛을 기류 반입하는 방식으로 할 수 있다.

[0239] 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조하기 위한 펠렛의 용융 온도는, 원료인 펠렛의 종류(특히 유리전이온도 등)에 따라 조정되지만, 145℃ 이상이며, 230 내지 300℃인 것이 바람직하다.

[0240] 10. 압출 공정 및 사출 공정

[0241] 본 발명에서는, 압출 공정 또는 사출 공정에서, 펠렛을 경유하지 않고서 상기의 선별 입체를 압출 성형 또는 사출 성형하여, 폴리카보네이트 수지의 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조할 수도 있다.

[0242] 10-1. 압출 성형품 및 사출 성형품의 성분

[0243] 압출 공정 또는 사출 공정에서는, 폴리카보네이트 수지의 선별 입체 외에도, 이하의 성분을 가할 수 있다. 예컨대, 산화 방지제, 페놀계나 인계, 황계의 열 안정제, 벤조트리아졸계나 벤조페논계의 자외선 흡수제, 카복실산에스터, 폴리실록세인 화합물, 파라핀 왁스(폴리올레핀계), 폴리카프로락톤 등의 이형제, 또는 광 안정제 등의 첨가제 등을 들 수 있다. 이들의 압출 공정 또는 사출 공정에서 사용 가능한 첨가제의 구체예는, 전술한 단락 [0029] 내지 [0034]에 기재된 것과 같다.

[0244] 또한, 선별 입체를 사출 성형에 이용하기 전에, 건조에 의해 함수율을 저하시켜 두는 것이 바람직하다. 구체적으로는, 선별 입체를 건조시켜, 선별 입체 내의 함수율을 바람직하게는 300중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 200중량ppm 이하로 억제한다. 선별 입체 내의 함수율을 억제함으로써 그 후의 선별 입체의 사출 성형 시의 발포 등의 성형 불량에 방지된다.

[0245] 10-2. 압출 공정에 의한 압출 성형품의 제조

[0246] 압출 공정에서는, 선별 입체를 이용한 압출 성형에 의해 압출 성형품이 제조된다. 이 압출 성형에 적합한 압출 성형기로서, 예컨대, 벤트식 압출기, 탠덤식 압출기를 포함하는 주지의 1축 압출기, 병렬식 2축 압출기, 원뿔형식 2축 압출기를 포함하는 주지의 2축 압출기 등을 이용할 수 있다. 또한, 다이의 구조, 구성, 형식 등은 임의이다. 가열 실린더는, 일반적으로, 공급부(feed zone), 압축부(compression zone), 계량화부(metering zone)로 구성되며, 계량화부의 하류에 다이가 배치되어 있고, 공급부에 호퍼가 부착되어 있다. 사용하는 압출 성형기에 따라서는, 가열 실린더를 밀폐 구조로 하고, 가열 실린더로 불활성 가스를 도입할 수 있도록 개조가 실시되어도 좋다.

[0247] 호퍼로 투입된 폴리카보네이트 수지의 선별 입체는, 가열 실린더의 공급부에서는 고형인 그대로 압축부로 보내어지고, 압축부의 전후에서 가소화, 용융이 진행된다. 그리고, 선별 입체는 계량화부에서 계량되어, 다이를 통하여 압출된다. 이와 같이, 압출 성형기로부터 압출되는 용융 수지를 적절히 냉각 롤 등, 금형과의 접촉에 의해 냉각되고, 절단되어, 소정의 형상을 갖는 압출 성형품을 제조한다. 압출 성형품의 형상 및 크기에 관해서는, 특별히 한정되지 않고, 예컨대, 폭 1600mm, 두께 2mm, 길이 2000mm의 크기의 시트상 등의 압출 성형품이 얻어진다.

[0248] 한편, 배기구(벤트부)를, 압축부 또는 그의 하류(예컨대, 압축부와 계량부 사이)에 설치하여도 좋다. 가열 실린더, 스크류, 호퍼의 형식, 구조, 구성은 본질적으로 임의이며, 공지된 가열 실린더, 스크류, 호퍼를 이용할 수 있다. 예컨대, 연속하여 압출 성형품을 제조하는 경우, 원료가 되는 플레이크상의 선별 입체를 호퍼로 반입할 필요가 있지만, 이러한 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다. 예컨대, 호퍼 내를 부압으로 하고, 선별 입체의 저장부로부터 배관을 경유하여, 호퍼 내로 선별 입체를 기류 반입하는 방식으로 할 수 있다.

[0249] 10-3. 사출 공정에 의한 사출 성형품의 제조

[0250] 사출 공정에서는, 선별 입체를 이용한 사출 성형에 의해 사출 성형품이 제조된다. 이 사출 성형에 적합한 사출 성형기로서, 예컨대, 인라인 스크류 방식의 사출 성형기를 들 수 있다. 또한, 스크류 구동 장치와 스크류를 연결하는 성형용 실린더(가열 실린더)의 후단부를 밀폐 구조로 하고, 불활성 가스를, 예컨대 밀폐 부분으로 도입할 수 있는 사출 성형기도 사용할 수 있다. 성형용(가열) 실린더는, 일반적으로, 공급부(feed zone), 압축부(compression zone), 계량화부(metering zone)로 구성되며, 계량화부의 하류에 다이가 배치되어 있고, 공급부에 호퍼가 부착되어 있다.

[0251] 호퍼로 투입된 폴리카보네이트 수지의 선별 입체는, 성형용 실린더의 공급부에서는 고형인 그대로 압축부로 보

내어지고, 압축부의 전후에서 가소화, 용융이 진행된다. 그리고, 선별 입체는 계량화부에서 계량되고, 수지 도출부를 통하여 사출된다. 이와 같이, 사출 성형기로부터 사출되는 용융 수지를 금형의 캐비티고 공급하고, 냉각시켜, 캐비티의 형상에 대응한 형상의 사출 성형품을 제조한다.

[0252] 한편, 배기구(벤트부)를 압축부 또는 그의 하류(예컨대, 압축부와 계량부 사이)에 설치하여도 좋다. 성형용 실린더, 스크류, 호퍼의 형식, 구조, 구성은 본질적으로 임의이며, 공지된 성형용 실린더, 스크류, 호퍼를 이용할 수 있다. 예컨대, 연속하여 사출 성형품을 제조하는 경우, 원료가 되는 플레이크상의 선별 입체를 호퍼로 반입할 필요가 있지만, 이러한 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다. 예컨대, 호퍼 내를 부압으로 하고, 선별 입체의 저장부로부터 배관을 경유하여, 호퍼 내로 선별 입체를 기류 반입하는 방식으로 할 수 있다.

[0253] 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조하기 위한 선별 입체의 용융 온도는, 원료인 선별 입체의 종류(특히 유리전이온도 등)에 따라 조정되지만, 145℃ 이상이며, 230 내지 300℃인 것이 바람직하다.

[0254] 11. 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에서의 불활성 가스

[0255] 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에서도, 불활성 가스의 사용 또는 감압 공정에 의해, 대기 중보다도 산소 농도를 저하시킨 환경 하에서 진행시켜, 압출 성형품 또는 사출 성형품의 착색을 억제하는 것이 바람직하다. 보다 구체적으로는, 불활성 가스의 첨가 또는 계 내의 감압, 또는 이들의 병용에 의해, 산소 농도가 바람직하게는 1000(부피)ppm(1%) 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하, 가장 바람직하게는 200ppm 이하의 분위기 하에서, 폴리카보네이트 수지의 펠렛을 용융시켜 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조한다.

[0256] 예컨대, 상세를 후술하는 압출 성형기 또는 사출 성형기의 호퍼 및 스크류의 후단부 등으로부터 계 내로 불활성 가스를 공급하여, 호퍼 내의 산소 농도를 1000ppm 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하로 하고, 스크류의 후단부에서의 산소 농도를 1000ppm 이하, 보다 바람직하게는 500ppm 이하로 한다. 이를 위해서, 예컨대, 호퍼 상부에는 20 내지 150리터/분, 스크류의 후단부에는 10 내지 50리터/분의 불활성 가스 유량을 확보한다. 한편, 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에서도, 전술한 4-2. 불활성 가스 항목에 예시한 질소 가스 등의 불활성 가스가 사용 가능하다.

[0257] 12. 압출 공정 또는 사출 공정에서의 불활성 가스

[0258] 본 발명의 압출 공정 또는 사출 공정에서는, 불활성 가스의 사용에 의해, 또는 감압 공정에 의해, 대기 중보다도 산소 농도를 저하시킨 환경 하에서 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조하는 것이, 압출 성형품 또는 사출 성형품에 대한 착색을 억제하기 위해서 바람직하다. 또한, 불활성 가스를 사용하기 전에, 미리 계 내를 감압 또는 진공화하여 산소를 제거하는 것이 바람직하다. 보다 구체적으로는, 불활성 가스의 첨가 또는 계 내의 감압, 또는 이들의 병용에 의해, 산소 농도가 바람직하게는 10000(부피)ppm(1%) 이하, 보다 바람직하게는 5000ppm 이하, 가장 바람직하게는 2000ppm 이하의 분위기 하에서, 폴리카보네이트 수지의 선별 입체를 압출 성형 또는 사출 성형하여 성형품을 제조한다.

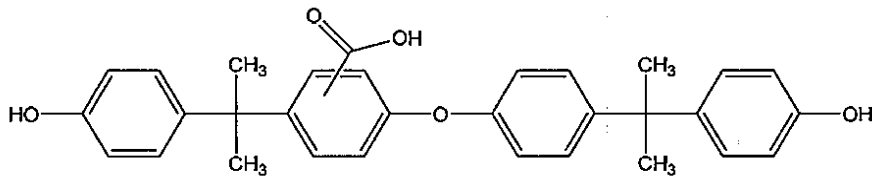
[0259] 불활성 가스로서는, 헬륨 가스, 아르곤 가스를 들 수도 있지만, 질소 가스를 이용하는 것이 경제면에서 바람직하다. 불활성 가스로서 질소 가스를 이용하는 경우, 시판 중인 질소 가스 봄베, 또는 분리막 방식 또는 PSA 방식의 질소 가스 발생 장치 등을 이용할 수 있다.

[0260] 불활성 가스는, 불활성 가스원으로부터, 배관, 가열 실린더, 호퍼를 경유하여 계 외로 흐르는 것이 바람직하다. 또한, 소재 병커(저장고)에 향하여 유입시킴으로써, 불활성 가스를 유효하게 이용하는 것이 가능하다. 이 경우, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분은 기밀로 되어 있는 것이 바람직하다. 단, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분에서의 불활성 가스의 압력이 거의 일정하게 유지된다면, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분으로부터 약간의 불활성 가스의 누출이 있어도 좋다. 또한, 이 경우, 호퍼 내에 선별 입체가 충전되고, 호퍼가 부착된 가열 실린더의 부위로부터 가열 실린더의 선단부까지 선별 입체가 가소화된 상태에서, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분의 압력은 대기압보다도 높은 것이 바람직하다. 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분의 압력은, 예컨대, 대기압보다도 $2 \times 10^3 \text{ Pa} (0.02 \text{ kgf/cm}^2)$ 정도, 또는 그 이상 높은 것이 바람직하다. 또한, 압출 성형기에서 선별 입체가 투입되는 호퍼 내, 또는 선별 입체를 가소화, 용융시킬 때의 가열 실린더 내의 압력을 바람직한 수준, 예컨대 $1.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ 이하로 할 수 있도록, 진공 펌프에 의해서 감압할 수도 있다.

[0261] 13. 압출 성형품 및 사출 성형품의 분해물 중의 화합물

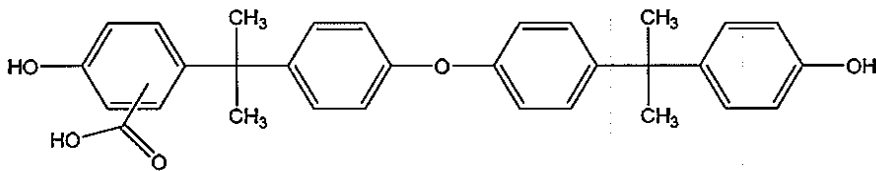
[0262] 본 발명에서는, 폴리카보네이트 수지의 압출 성형품 또는 사출 성형품을 알칼리 가수분해한 후의 분해물에서, 하기 화학식 A로 표시되는 화합물 A 및 하기 화학식 B로 표시되는 화합물 B의 함유량은 각각 5중량ppm 이하, 바람직하게는 3중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 또한, 상기 성형품의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 화합물 B의 함유량이, 어느 것이든 5중량ppm 이하인 것, 또는 화합물 A 및 화합물 B의 합계 함유량이 5중량ppm 이하인 것이 보다 바람직하다. 또한, 이들의 함유량의 값도, 바람직하게는 3중량ppm 이하, 보다 바람직하게는 2중량ppm 이하, 특히 바람직하게는 1중량ppm 이하이다. 본 발명에서는, 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터 미분을 제거함으로써, 화합물 A 및 B의 함유량을 낮게 억제할 수 있고, 그 결과, 보다 색상이 우수한 압출 성형품 및 사출 성형품을 제조할 수 있다.

[0263] [화학식 A]



[0264]

[0265] [화학식 B]



[0266]

[0267] 압출 성형품 또는 사출 성형품의 알칼리 가수분해 후의 분해물에서의 화합물 A 및 B의 함유량(농도)은, 이하와 같이, LC-MS/MS를 이용하여 측정한다. 우선, 0.1g의 압출 성형품 또는 사출 성형품의 샘플을 다이클로로메테인 10ml에 용해시킨다. 이 다이클로로메테인 용액에 28% 나트륨메톡사이드의 메탄올 용액 1.8ml, 메탄올 8ml 및 물 2.6ml를 가하여, 1시간 교반한다. 이 용액에, 1N 염산 수용액을 12ml 가하여 10분간 교반하여, 계 내를 산 성화시킨 후에 정지한다. 그 후, 수층과 분리된 다이클로로메테인의 유기층을 10ml에 정용하여, 다이클로로메테인 용액을 2ml 채취한다. 이 다이클로로메테인 용액을 질소 기류 하에서 건조시키고, 수득된 시료를 내부 표준 용액으로서의 메톡시살리실산 10mg/l의 아세트나이트릴 용액 2ml에 용해시켜, LC-MS/MS 측정 시료로 한다. 이 측정 시료에 대한 LC-MS/MS 측정에 의해, 압출 성형품 또는 사출 성형품의 알칼리 가수분해물에서의 화합물 A 및 B의 함유량을 산출한다.

[0268] 폴리카보네이트 수지의 압출 성형품 또는 사출 성형품의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 B의 함유량은, 상술한 후술한 것과 같이, 압출 성형품 또는 사출 성형품의 색상과 밀접한 관계에 있다. 즉, 화합물 A 및 B의 함유량이 적은 압출 성형품 또는 사출 성형품은 무색에 가까워 색상이 우수한 데 비하여, 화합물 A 또는 B의 함유량이 많은 압출 성형품 또는 사출 성형품은 황색 또는 호박색으로 착색되어 있어, 색상이 뒤떨어지는 경향이 있다. 본 발명에서는, 상술한 바와 같이, 선별 입체를 이용하여 형성된 펠렛으로부터 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조함으로써(펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정), 또는 선별 입체로부터 직접, 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조함으로써(압출 공정 또는 사출 공정), 압출 성형품 및 사출 성형품의 색상이 양호하며, 압출 성형품 또는 사출 성형품의 알칼리 가수분해물 중의 화합물 A 및 B의 함유량은 각각 5중량ppm 이하로 억제된다.

[0269] 14. 압출 성형품 및 사출 성형품의 색상

[0270] 전술한 선별 입체를 이용함으로써, 펠렛으로 형성되는 압출 성형품 및 사출 성형품의 용액 YI값도 낮은 값으로 억제할 수 있다. 보다 구체적으로는, 본 발명의 제조 방법의 펠렛 압출 공정 또는 펠렛 사출 공정에 의해 제조된 압출 성형품 및 사출 성형품의 용액 YI값은 2.00 이하이며, 바람직하게는 1.80 이하, 보다 바람직하게는 1.60 이하이다.

[0271] 또한, 전술한 선별 입체를 이용하여 형성되는 압출 성형품 또는 사출 성형품의 용액 YI값도 낮은 값으로 억제할 수 있다. 보다 구체적으로는, 본 발명의 제조 방법의 압출 공정에 의해 제조된 압출 성형품의 용액 YI값은

2.00 이하이며, 바람직하게는 1.40 이하, 보다 바람직하게는 1.20 이하, 특히 바람직하게는 1.00 이하이다. 또한, 본 발명의 제조 방법의 사출 공정에 의해 제조된 사출 성형품의 용액 YI값은 2.00 이하이며, 바람직하게는 1.80 이하, 보다 바람직하게는 1.60 이하이다.

[0272] 본 발명의 펠렛으로 형성되는 압출 성형품 및 사출 성형품에서는, 광원으로서 C광원을 이용했을 때에, 두께 300mm의 압출 성형품 또는 사출 성형품의 파장 400nm에서의 평행 투과율이 40% 이상(40%/300mm 이상)이며, 바람직하게는 45%/300mm 이상, 보다 바람직하게는 50%/300mm 이상이다.

[0273] 본 발명의 선별 입체로부터 직접 형성되는 압출 성형품에서는, 광원으로서 C광원을 이용했을 때에, 두께 300mm의 압출 성형품의 파장 400nm에서의 평행 투과율이 40% 이상(40%/300mm 이상)이며, 바람직하게는 50%/300mm 이상, 보다 바람직하게는 55%/300mm 이상이다. 또한, 본 발명의 선별 입체로부터 직접 형성되는 사출 성형품에서는, 광원으로서 C광원을 이용했을 때에, 두께 300mm의 사출 성형품의 파장 400nm에서의 평행 투과율이 40% 이상(40%/300mm 이상)이며, 바람직하게는 45%/300mm 이상, 보다 바람직하게는 50%/300mm 이상이다.

[0274] 실시예

[0275] 이하, 도면을 참조하고, 바람직한 실시예에 근거하여 본 발명을 설명하지만, 본 발명은 이들의 실시예로 한정되는 것이 아니며, 이들의 실시예에서의 여러가지 수치나 재료는 예시이다.

[0276] [수지 중의 불순물과 색상]

[0277] 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지 중의 불순물과 색상의 관련성을 조사하기 위해서, 3종류의 폴리카보네이트 수지 I 내지 III의 각각에 대하여, 입경이 100 μ m 이하의 분립체와, 1mm 이상의 분립체를 선택하여, 시료 1 내지 6으로 했다. 이들 시료 1 내지 6에서의 불순물 농도와 색상을 비교했다.

표 2

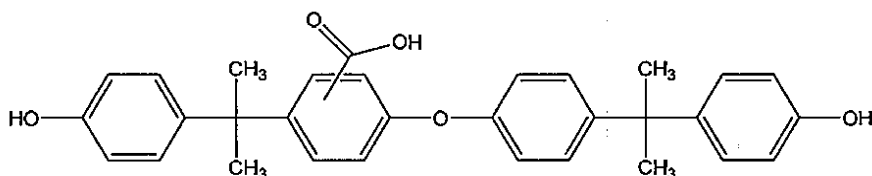
수지의 색상(YI값)과 불순물 농도(중량ppm)

시료	수지 샘플	입경	용액 YI값	화합물 A
1	I	100 μ m 이하	1.72	31.4
2	I	1mm 이상	1.14	n.d.
3	II	100 μ m 이하	1.55	7.4
4	II	1mm 이상	1.10	n.d.
5	III	100 μ m 이하	1.86	7.2
6	III	1mm 이상	1.35	n.d.

[0278]

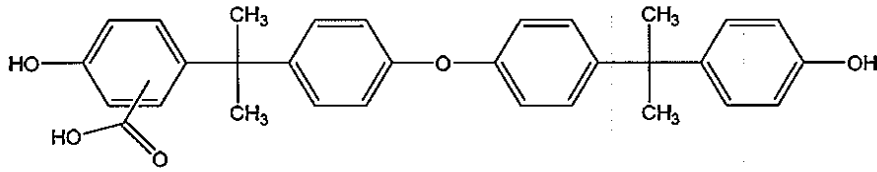
[0279] 이들 시료 1 내지 6의 알칼리 가수분해를 행하여, 분해물에 대한 LC-MS/MS 측정 등에 의해, 시료 1 내지 6 중에 포함되는 불순물을 특정, 정량했다. 이 결과, 화학식 A로 표시되는 화합물 A가 불순물로서 검출되었다. 단, 불순물의 주성분이 화합물 A인 것이 확인되었지만, 화학식 B로 표시되는 화합물 B도 미량인면서, 전술한 불순물에 포함되어 있었을 가능성이 있다. 이들 화합물은, 폴리카보네이트 수지의 분기쇄에 유래되는 성분이라고 생각되었다.

[0280] [화학식 A]



[0281]

[0282] [화합식 B]



[0283]

[0284] 표 2로부터 분명한 것과 같이, 화합물 A에 대하여, 시료 1 내지 6의 색상과 밀접한 관련성이 확인되었다. 즉, YI값이 높은 시료일수록 화합물 A의 농도가 높고, YI값이 낮은 시료, 구체적으로는 용액 YI값이 1.35 이하인 시료에서는, 화합물 A는 검출되지 않았다. 이 때문에, 본 발명에서는, 펠렛의 제조 방법의 요건 중 1개로서, 제조된 폴리카보네이트 수지의 펠렛 중의 화합물 A의 함유량이 소정량 이하라고 하는 요건을 규정했다.

[0285] 또, 전술한 표 2의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지에서, 입경이 작은 분립체일수록 YI값이 높고 착색되어 있고, 입경이 큰 분립체일수록 YI값이 낮고 색상이 우수하다는 점이 확인되었다.

[0286] (I. 펠렛의 제조)

[0287] 본 실시예에서는, 우선, 공통하는 폴리카보네이트 수지(미쓰비시엔지니어링플라스틱주식회사제의 H-4000F)의 분립체(입도 분포 50 내지 1200 μ m, 평균 입경 800 μ m, 용액 YI값 1.33)로부터 황색의 착색의 주된 원인이 되는 미분을 제거한 하기 표 3의 선별 입체의 각 샘플에 대하여, 용액 YI값 및 화합물 A의 농도를 측정했다.

표 3

	샘플 1	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	비교 샘플 1
선별 수단	눈 크기100 μ m의 체	눈 크기200 μ m의 체	눈 크기300 μ m의 체	눈 크기500 μ m의 체	분급 장치	선별하지 않음
제거된 미분체	100 μ m미만을 제거	200 μ m미만을 제거	300 μ m미만을 제거	500 μ m미만을 제거	500 μ m미만을 제거	제거하지 않음
잔류 미분량	-	-	-	-	3~5중량%	-
입체의 용액 YI값	1.27	1.17	1.12	1.10	1.12	1.33
입체 중의 화합물 A 및 B의 농도	2.4wt ppm	1.2 wt ppm미만	미검출	미검출	미검출	4.0wt ppm

[0288]

[0289] 샘플 1 내지 4의 선별 입체는, 상기 수지의 분립체로부터 눈 크기의 크기가 다른 체를 이용하여 미분을 제거함으로써 얻어졌다. 한편, 샘플 5의 선별 입체는, 분립체의 자동적인 선별이 가능한 분급 장치(프로인트·터보주식회사제: 터보 스크리너)를 이용하여, 상기 수지의 분립체로부터 미분을 제거함으로써 얻어졌다.

[0290] 분급 장치에 의해, 이하와 같이 샘플 5의 선별 입체를 선별했다. 우선, 분급 장치 내에 설치된 500메쉬 눈 크기의 합성 섬유체의 원통형을 한 망 내의 블레이드를 고속 회전시켰다. 이 상태에서, 흡인 장치(송풍 수단)로 공기를 흡인시킴으로써, 원통형의 망의 단부(端部) 개구로부터 원통의 내측으로 공기와 함께 분립체를 공급하고, 망에 미진동을 발생시켰다. 이 결과, 입경이 작은 분체의 대부분은, 비교적 빠르게 원통형의 망의 측면을 통과하여 낙하한 데 비하여, 망을 통과하지 않는 선별 입체 및 약간량의 작은 분체는, 분립체가 공급된 개구와는 반대측의 단부까지 이동하고, 개구로부터 낙하되었다.

[0291] 이러한 분급 장치를 이용함으로써, 샘플 5의 선별 입체에서는, 입경이 작은 분체가 약간 포함되었다. 즉, 샘플 1 내지 4에서는, 사용한 각 체의 눈 크기의 크기와 같은 입경 이하의 미분이 포함되어 있지 않는 데 비하여, 샘플 5의 선별 입체에서는, 입경 500 μ m 미만의 입체(粒體)가 선별 입체 전체 중량을 기준으로 하여 3 내지 5중량% 정도 포함되어 있었다. 이와 같이, 분급 장치를 이용함으로써, 입경이 작은 분립체가 선별 입체에 약간량 포함되지만, 원심력의 이용에 의해 대량의 분립체를 선별할 수 있다. 한편, 비교 샘플 1은 미선별된 상기 수지의 분립체 그 자체이다.

[0292] 이상의 샘플 1 내지 5, 및 비교 샘플 1의 색상과 화합물 A의 농도를 비교하면, 미분을 대부분 제외한 샘플일수록 용액 YI값이 작고, 색상이 양호하다는 것이 확인되었다. 또한, 화합물 A에 대해서는, 색상이 특히 양호한 샘플 3 내지 5에서는 미검출, 색상이 양호한 샘플 1 및 2에서는 3중량ppm 미만의 검출량이 확인된 데 비하여, 비교 샘플 1에서는, 4.0중량ppm으로 검출량이 크다는 것이 확인되었다. 이와 같이, 화합물 A의 농도가 용액 YI

값과 관련성을 갖고 있다는 것도 또한 확인되었다. 또한, 표 3에서는, 표 2의 수지 샘플에 비하여, 용액 YI값이 낮은 선별 입체의 샘플이어도 화합물 A가 검출되는 경향이 있다. 이것은, 화합물 A가 폴리카보네이트 수지 중의 불순물을 대표하는 지표이지만, 화합물 A 이외의 불순물도 존재하는 것 등에 기인한다고 생각된다.

- [0293] 다음으로, 전술한 샘플 2의 선별 입체를 이용하여 펠렛을 형성했다. 이 펠렛 형성을 위해, 도 2에 나타내는 압출 성형기(압출 조립기)(100)를 이용했다. 압출 성형기(100)는, 선단에 스트랜드·다이(11)를 구비한 가열 실린더(10), 가열 실린더(10)에 내장된 스크류(15), 가열 실린더(10) 내에 원료의 선별 입체(40)를 공급하기 위한 호퍼(20), 및 스크류(15)의 후단부(16)에 부착된 스크류 구동 장치(18) 등을 갖는다. 가열 실린더(10)에 설치된 스크류(15)는 선별 입체(40)를 가소화, 용융시킨다. 가열 실린더(10)의 외주(外周)에는 히터(도시하지 않음)가 부착되어 있고, 가열 실린더(10)와 스크류(15) 사이의 공극(17)에 존재하는 선별 입체(40)를 가소화, 용융시킬 수 있다. 선별 입체(40) 및 후술하는 첨가제(도시하지 않음)를 수지 저장부로부터 배관(도시하지 않음) 및 반입부(21)를 통하여 호퍼(20) 내로 기류 반입했다. 사용한 선별 입체(40) 및 첨가제의 조성은 이하와 같다.
- [0294] 선별 입체(40)(전술한 샘플 2·폴리카보네이트 수지 유폴론 H-4000F(미쓰비시엔지니어링플라스틱제): 99.92중량부
- [0295] 아데카스타브 PEP36(비스(2,6-다이-tert-뷰틸-4-에틸페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트·아데카제): 0.05중량부
- [0296] 리케말 S100A(글리세린모노스테아레이트·리켄비타민제): 0.03중량부
- [0297] 호퍼(20)에 설치된 배기부(22)의 하류에, 재료 공급 경로의 압력이 이상 상승하지 않도록, 체크 밸브(23)를 갖는 불활성 가스 배출부(24)가 구비되고, 그의 하류에 또한, 예컨대 블로어(25)가 설치되고, 블로어(25)의 작동에 의해서 호퍼(20) 내를 부압으로 하여, 원료 폴리카보네이트 수지 저장부로부터 배관 및 반입부(21)를 통하여 호퍼(20) 내로 플레이크상의 선별 입체(40)를 기류 반입했다. 단, 수지 저장부로부터 호퍼(20)로의 선별 입체(40)의 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다.
- [0298] 호퍼(20)로부터 가열 실린더(10)로 반입된 선별 입체(40)가 가열 실린더(10), 스크류(15)에 의해서 가열, 가소화, 용융, 반송되었다. 배럴(barrel)(가열 실린더)(10)의 설정 용융 온도는 240℃였다. 스크류 구동 장치(18)의 작동에 의해서 스크류(15)를 회전시키고, 가열 실린더(10) 내의 용융된 첨가제를 포함하는 선별 입체(41)를 스트랜드·다이(11)를 향하여 보내었다. 용융 선별 입체(41)는, 호퍼(20)가 부착된 가열 실린더(10)의 부위로부터 스트랜드·다이(11)까지의 가열 실린더(10)와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에 충전되었지만, 도 2에서는, 그 안의 일부분만을 나타내었다.
- [0299] 스크류 구동 장치(18)측의 가열 실린더(10)의 후단부(12)에는, 이러한 후단부(12)를 기밀 구조로 하기 위한 기밀용 부재(13)가 부착되어 있고, 기밀용 부재(13)와 스크류(15) 사이를 기밀로 하기 위한 시일 부재(14)가 기밀용 부재(13)에 부착되어 있다. 이것에 의해서, 불활성 가스(예컨대, 순도 약 99.99%의 질소 가스)가 흐르는 가열 실린더(10) 내부의 기밀 상태를 유지할 수 있었다. 한편, 가열 실린더(10) 그 자체가 기밀성을 갖고 있는 경우에는, 기밀용 부재나 시일 부재는 불필요하다. 도 2에, 불활성 가스의 흐름을 화살표로 나타내었다.
- [0300] 압출 성형기(100)는, 또한, 불활성 가스원(30), 및 불활성 가스원(30)으로부터의 불활성 가스를 가열 실린더(10) 내로 도입하기 위한 배관(32)을 구비하고 있다. 배관(32)은, 호퍼(20)가 부착된 가열 실린더(10)의 부위보다도 스크류 구동 장치측의 가열 실린더(10)의 부분, 보다 구체적으로는, 기밀용 부재(13)에 부착되어 있다. 한편, 배관(32)을 스크류 구동 장치측의 가열 실린더(10)의 후단부(12)에 부착하여도 좋다. 배관(32)의 도중에는, 압력 제어 밸브(33) 및 압력 센서(34)가 설치되어 있다. 또한, 호퍼(20) 내의 압력을 검출하기 위해서, 호퍼(20)에는 제 2 압력 센서(36)가 부착되어 있다. 압력 제어 밸브(33) 및 압력 센서(34, 36)는 주지의 방식, 구조, 구성의 것을 사용할 수 있다. 압력 센서(34, 36)의 출력은, 압력 제어 장치(31)로 보내어지고, 압력 제어 장치(31)의 출력에 따라서, 압력 제어 밸브(33) 및 불활성 가스원(30)의 작동이 제어된다.
- [0301] 불활성 가스 주입구(35)는 불활성 가스를 통과시키지만, 원료 폴리카보네이트 수지가 들어가지 않는 간극이다. 불활성 가스 주입구(35)의 위치 및 형상은, 불활성 가스의 통과와, 원료 폴리카보네이트 수지의 유출 방지가 가능하면 특별히 제한되지 않지만, 불활성 가스 주입구(35)의 개구는, 점상(點狀)이 아니며, 선상(線狀), 보다 바람직하게는 원상(圓狀)이다.
- [0302] 불활성 가스를, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 불활성 가스 주입구(35), 가열 실린더(10) 및 호퍼(20)의 배기부(22)를 경유하여 계 외로 흘렸다. 이때, 호퍼(20) 내에는 선별 입체(40)가 충전되어 있고, 호퍼(20)

가 부착된 가열 실린더(10)의 부위로부터 다이(11)까지의 가열 실린더(10)와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에 서는, 선별 입체(40)가 가소화되어 있었다.

[0303] 이 상태에서, 불활성 가스가 흐르는 가열 실린더의 부분(구체적으로는, 후단부(12))의 압력은, 예컨대, 대기압 보다도 $2 \times 10^3 \text{ Pa} (0.02 \text{ kgf/cm}^2)$ 정도 높다. 한편, 후단부(12)에서의 불활성 가스의 압력 또는 압력 변화는, 압력 센서(34)에 의해서 검출할 수 있고, 이러한 압력의 검출 결과에 근거하여, 압력 제어 장치(31)를 통하여 압력 제어 밸브(33)를 제어하고, 불활성 가스의 유량을 제어할 수 있다. 또한, 선별 입체(40)를 호퍼(20)로 기류 반입할 때, 호퍼(20) 내는 부압이 된다. 그 결과, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 가열 실린더(10), 호퍼(20)를 경유하여 계 외로 흐르는 불활성 가스의 압력에 변화가 생겼다. 이러한 호퍼(20) 내의 압력 변화를 제 2 압력 센서(36)로 검출하고, 또한 압력 센서(34)에 의해서 후단부(12)에서의 불활성 가스의 압력을 검출했다. 이들의 압력의 검출 결과에 근거하여, 압력 제어 장치(31)를 통하여 압력 제어 밸브(33) 및 불활성 가스원(30)을 제어하고, 불활성 가스의 유량을 제어하는 것이 가능했다. 이 때문에, 호퍼(20) 내의 압력이 변화되어 도, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 불활성 가스 주입구(35), 가열 실린더(10), 호퍼(20)를 경유하여 계 외로 흐르는 불활성 가스의 유량을 거의 일정하게 유지할 수 있었다.

[0304] 또한, 가열 실린더(10)와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에서 가소화, 용융된 선별 입체(41)로부터 발생한 가스는, 가열 실린더(10) 내를 흐르는 불활성 가스와 함께 호퍼(20)를 경유하여 배기부(22)로부터 계 외로 배출되었다.

[0305] 본 실시예 1에서는, 불활성 가스원(30)으로부터 공급되는 질소 가스에 의해, 원료인 선별 입체(40)가 투입된 호퍼(20) 내, 및 스트랜드·다이(11) 내에서의 산소 가스 농도를 5000ppm으로 했다. 또한, 도 3에 나타내는 압출 성형기(110)의 진공 펌프(26)를 이용하여 계 내를 감압함으로써 선별 입체(40)가 투입된 호퍼(20) 내의 산소 농도를 저하시켜도 좋다.

[0306] 그리고, 이하의 조건 하에서 압출 조립을 행했다.

[0307] 토출량: 500kg/hr

[0308] 배럴(10)의 설정 온도: 240℃

[0309] 스크류 회전수: 500rpm

[0310] 이렇게 하여 형성된 폴리카보네이트 수지의 스트랜드를 수냉하면서 절단하여, 펠렛을 제조했다. 이 냉각 직후의 펠렛의 표면 온도가 약 85℃가 되도록, 냉각수의 온도 등을 조정했다. 또한, 절단 시의 스트랜드는, 예컨대 60 내지 120℃의 범위 내에 수냉되어도 좋고, 또는 공냉되어도 좋다.

[0311] 이상과 같이, 샘플 2의 선별 입체를 이용하여 제조한 펠렛을 실시예 1로 했다. 또한, 샘플 3 내지 5의 선별 입체 및 비교 샘플 1을 이용하여 펠렛을 제조하여, 하기 표 4와 같이 실시예 2 내지 6 및 비교예 1로 했다. 실시예 2 내지 6 및 비교예 1의 펠렛은, 성형 가공 시의 산소 가스 농도가 다른 것 외에, 전술한 실시예 1과 같은 제조 방법으로 제조했다.

표 4

	실시예1	실시예2	실시예3	실시예4	실시예5	실시예6	비교예1
사용된 분립체	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	샘플 5	샘플 5	비교 샘플 1
제거된 미분체	200 μm 미만 을 제거	300 μm 미만 을 제거	500 μm 미만 을 제거	500 μm 미만 을 제거	500 μm 미만 을 제거	500 μm 미만 을 제거	제거하지 않음
성형 시의 산소 농도	5000ppm	2000ppm	2000ppm	5000ppm	3000ppm	2000ppm	5000ppm
펠렛의 용액 YI	1.18	1.20	1.10	1.12	1.12	1.12	1.39
화합물 A 및 B 의 농도 (wt ppm)	2.9	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	6.2
펠렛의 함유율	88ppm	87ppm	105ppm	91ppm	85ppm	86ppm	94ppm

[0312]

[0313] 표 4로부터 분명한 것과 같이, 실시예 1 내지 6은, 비교예에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 미분의 제거량이 많은 샘플 4 유래의 실시예 3에서는, 특히 이 경향이 현저했다. 단, 실시예 3에 비하면 입경이 작은 분립체가 약간 많이 포함되어 있었던 실시예 4 내지 6, 더욱 작은 분립체가 많은 실시예 1 및 2에서도, 펠렛의 용액 YI값이 1.12 내지 1.20으로 충분히 낮은 수준이며, 비교예의 용액 YI값

에 비하면 약 0.20 이상 저하되어 있기 때문에, 색상은 충분히 개선되었다고 할 수 있다.

[0314] 또한, 실시예 1에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 실시예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않다. 이에 비하여, 비교예에서는, 6.2중량ppm의 농도로 포함되어 있었기 때문에, 화합물 A의 농도가 색상에 관련되어 있다는 것도 재확인되었다. 또한, 각 실시예에서, 펠렛의 함수율은 150중량ppm 이하, 용존 산소 가스량은 $0.004\text{cm}^3/\text{g}$ 으로 억제되어 있어, 양호한 결과가 얻어졌다.

[0315] 제조된 수지 펠렛을, 산소 투과율이 $0\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이며, 수증기 투과율(40°C , 90%RH)이 $0\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{시간})$ 인 밀폐 용기에 보관했다. 그리고, 펠렛을 보관할 때에, 용기 내의 공기를 질소 가스로 치환하여, 보관 시의 용기 내의 산소 농도를 1000ppm으로 했다.

[0316] 이상과 같이, 알칼리 가수분해 시의 분해물이 적고, YI값이 낮고, 색상이 양호한 폴리카보네이트 수지 펠렛을, 산소나 물을 제거한 용기 내에 보관 또는 포장함으로써 실질적으로 무착색이며 높은 투명성을 갖는 펠렛의 상태를 장기간에 걸쳐 유지하는 것이 가능하였다.

[0317] 이상의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 입경이 작은 성분을 소정량 제거하여 펠렛을 제조함으로써 색상 및 투명성의 향상이 가능하고, 종래의 첨가제를 분립체에 가하여 펠렛을 제조하는 경우에 비하여도 큰 효과가 얻어지는 것이 확인되었다.

[0318] [용존 산소량의 측정]

[0319] 폴리카보네이트 수지 펠렛에 용존하는 산소량에 대해서는, 이하와 같이 측정했다. 측정의 대상이 되는 폴리카보네이트 수지의 펠렛의 시료를 채취하고, 승온시켜 샘플로부터 탈리되는 산소량을 측정했다. 구체적으로는, 승온 탈리 가스 질량 분석 장치 TPD-Mass(니폰벤투리식회사제), 검출기 Q-MASS를 이용하여, 플로우 가스로서 헬륨을 흘리는 조건 하, 시료 1g 중에 포함되어 있었던 산소량을 측정했다. 이렇게 하여 측정되는 펠렛의 시료 1g 중의 용존 산소량으로부터, 수지 중의 용존 산소 농도(cm^3/g)가 산출된다.

[0320] (II. 펠렛으로부터의 압출 성형품의 제조)

[0321] 다음으로, 펠렛을 제조하여 펠렛으로부터 압출 성형품을 제조한 실시예에 대하여 설명한다. 이하의 실시예에서는, 우선, 전술한 I. 펠렛의 제조의 실시예와는 다른 폴리카보네이트 수지(미쓰비시엔지니어링플라스틱주식회사의 S-3000F)의 분립체(입도 분포 50 내지 $1200\mu\text{m}$, 평균 입경 $800\mu\text{m}$, 용액 YI값 1.45)로부터, 황색의 착색의 주된 원인이 되는 미분을 제거한 하기 표 5의 선별 입체의 각 샘플에 대하여, 용액 YI값 및 화합물 A의 농도를 측정했다.

표 5

	샘플 6	샘플 7	샘플 8	샘플 9	샘플 10	비교 샘플 2
선별 수단	눈 크기 $100\mu\text{m}$ 의 체	눈 크기 $200\mu\text{m}$ 의 체	눈 크기 $300\mu\text{m}$ 의 체	눈 크기 $500\mu\text{m}$ 의 체	분급 장치	선별하지 않음
제거된 미분체	$100\mu\text{m}$ 미만을 제거	$200\mu\text{m}$ 미만을 제거	$300\mu\text{m}$ 미만을 제거	$500\mu\text{m}$ 미만을 제거	$500\mu\text{m}$ 미만을 제거	제거하지 않음
잔류 미분량	-	-	-	-	3~5중량%	-
입체의 용액 YI값	1.39	1.28	1.20	1.19	1.21	1.45
입체 중의 화합물 A 및 B의 농도	2.5wt ppm	미검출	미검출	미검출	미검출	4.5wt ppm

[0322]

[0323] 샘플 6 내지 9의 선별 입체는, 상기 수지의 분립체로부터, 눈 크기의 크기가 다른 체를 이용하여 미분을 제거함으로써 얻어졌다. 한편, 샘플 10의 선별 입체는, 분립체의 자동적인 선별이 가능한 분급 장치(프로인트·터보 주식회사제: 터보 스크리너)를 이용하여, 상기 수지의 분립체로부터 미분을 제거함으로써 얻어졌다.

[0324] 분급 장치에 의해, 이하와 같이 샘플 10의 선별 입체를 선별했다. 우선, 분급 장치 내에 설치된 500메쉬 눈 크기의 합성 섬유체의 원통형을 한 망 내의 블레이드를 고속 회전시켰다. 이 상태에서, 흡인 장치(송풍 수단)로 공기를 흡입시킴으로써, 원통형의 망의 단부 개구로부터 원통의 내측에 공기와 함께 분립체를 공급하고, 망에 미진동을 발생시켰다. 이 결과, 입경이 작은 분체의 대부분은, 비교적 빠르게 원통형의 망의 측면을 통과하여 낙하한 데 비하여, 망을 통과하지 않는 선별 입체 및 약간량의 작은 분체는, 분립체가 공급된 개구와는 반대측의 단부까지 이동하고, 개구로부터 낙하했다.

- [0325] 이러한 분급 장치를 이용함으로써, 샘플 10의 선별 입체에서는, 입경이 작은 분체가 약간 포함되었다. 즉, 샘플 6 내지 9에서는, 사용한 각 체의 눈 크기의 크기와 같은 입경 이하의 미분이 포함되어 있지 않는 데 비하여, 샘플 10의 선별 입체에서는, 입경 500 μ m 미만의 입체가 선별 입체 전체 중량을 기준으로 하여 3 내지 5중량% 정도 포함되어 있었다. 이와 같이, 분급 장치를 이용함으로써, 입경이 작은 분립체가 선별 입체에 약간량 포함되지만, 원심력의 이용에 의해 대량의 분립체를 빠르게 선별할 수 있다. 한편, 비교 샘플 2는 미선별된 상기 수지의 분립체 그 자체이다.
- [0326] 이상의 샘플 6 내지 10 및 비교 샘플 2의 색상과 화합물 A의 농도를 비교하면, 미분을 대부분 제외한 샘플일수록 용액 YI값이 작고, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 또한, 화합물 A에 대해서는, 색상이 특히 양호한 샘플 7 내지 10에서는 미검출, 색상이 양호한 샘플 6에서는 3중량ppm 미만의 검출량이 확인된 데 비하여, 비교 샘플 2에서는, 4.5중량ppm으로 검출량이 크다는 것이 확인되었다. 이와 같이, 화합물 A의 농도가 용액 YI값과 관련성을 갖고 있다는 것도 또한 확인되었다. 또한, 표 5에서는, 표 2의 수지 샘플에 비하여, 용액 YI값이 거의 같은 정도(1.35 내지 1.45)의 선별 입체의 샘플이어도 화합물 A가 검출되기 쉬운 경향이 있다. 이것은, 화합물 A가 폴리카보네이트 수지 중의 불순물을 대표하는 지표이지만, 화합물 A 이외의 불순물도 존재한다는 것 등에 기인한다고 생각된다.
- [0327] 다음으로, 전술한 표 5 중의 샘플 7의 선별 입체를 이용하여, 펠렛을 형성했다. 이 펠렛 형성에는, 전술한 (I. 펠렛의 제조)의 실시예와 같은 수법을 이용했다.
- [0328] 이상과 같이, 샘플 7의 선별 입체를 이용하여 제조한 펠렛을 제조예 1로 했다. 또한, 샘플 8 내지 10의 선별 입체 및 비교 샘플 2를 이용하여 펠렛을 제조하여, 하기 표 6과 같이 제조예 2 내지 6 및 제조 비교예 1로 했다. 제조예 2 내지 6 및 제조 비교예 1의 펠렛은, 성형 가공 시의 산소 가스 농도가 다른 것 외에, 전술한 제조예 1과 같은 제조 방법으로 제조했다.

표 6

	제조예 1	제조예 2	제조예 3	제조예 4	제조예 5	제조예 6	제조 비교예 1
사용된 분립체	샘플 7	샘플 8	샘플 9	샘플 10	샘플 11	샘플 12	비교 샘플 1
제거된 미분체	200 μ m 미만을 제거	300 μ m 미만을 제거	500 μ m 미만을 제거	500 μ m 미만을 제거	500 μ m 미만을 제거	500 μ m 미만을 제거	제거하지 않음
조립 성형 시의 산소 농도	500ppm	2000ppm	2000ppm	5000ppm	3000ppm	2000ppm	5000ppm
펠렛의 용액 YI값	1.30	1.20	1.20	1.25	1.23	1.22	1.48
화합물 A 및 B의 농도 (wt ppm)	2.7	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	6.9
펠렛의 함수율	98ppm	87ppm	92ppm	87ppm	94ppm	102ppm	93ppm

- [0329]
- [0330] 표 6으로부터 분명한 것과 같이, 제조예 1 내지 6은, 제조 비교예에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 미분의 제거량이 많은 샘플 3 내지 5 유래의 제조예 2 내지 6에서는, 특히 이 경향이 현저했다. 단, 제조예 2 내지 6에 비하면 입경이 작은 분립체가 많이 포함되어 있었던 제조예 1에서도, 펠렛의 용액 YI값이 1.30으로 충분히 낮은 수준이었다. 그리고, 제조예 2 내지 6에서는, 제조 비교예의 용액 YI값에 비하면 0.20 이상 저하되어 있고, 제조예 1에서도 제조 비교예의 용액 YI값보다 0.18 낮기 때문에, 이들의 제조예에서, 색상은 충분히 개선되었다고 할 수 있다.
- [0331] 또한, 제조예 1에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 제조예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않다. 이에 비하여, 제조 비교예에서는, 6.9중량ppm의 농도로 포함되어 있었기 때문에, 화합물 A의 농도가 색상에 관련되어 있다는 것도 재확인되었다. 또한, 각 제조예에서, 펠렛의 함수율은 150중량ppm 이하로 억제되어 있어, 양호한 결과가 얻어졌다.
- [0332] 제조된 제조예 1 내지 6 및 제조 비교예 1의 수지 펠렛을, 산소 투과율이 $0\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이며, 수증기 투과율(40°C , 90%RH)이 $0\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{시간})$ 인 밀폐 용기에 보관했다. 그리고, 펠렛을 보관할 때에, 용기 내의 공기를 질소 가스로 치환하여, 보관 시의 용기 내의 산소 농도를 1000ppm으로 했다.
- [0333] 이상과 같이, 알칼리 가수분해 시의 분해물이 적고, YI값이 낮고, 색상이 양호한 폴리카보네이트 수지 펠렛을, 산소나 물을 제거한 용기 내에 보관 또는 포장함으로써 실질적으로 무착색이고 높은 투명성을 갖는 펠렛의 상태를 장기간에 걸쳐 유지하는 것이 가능했다.

[0334] 전술한 제조예 1 내지 6 및 제조 비교예 1의 수지 펠렛을, 2주간, 밀폐 용기에 보관한 후, 이하와 같이 개봉했다. 우선, 펠렛을 알루미늄제의 밀폐 보관 용기에 의해 밀폐시킨 채의 상태에서, 펠렛의 표면 온도가 60℃ 이상이 되도록 밀폐 용기 등마다 80℃에서 4시간 정도 가열했다. 그리고, 펠렛을 밀폐 보관 용기로부터 개봉한 직후에, 전술한 도 2에 나타난 압출 성형기(100)에서, 진공 펌프(도시하지 않음)를 이용하여 호퍼(20) 내의 산소 농도를 1000ppm 이하로 한 분위기 하에 펠렛을 정치했다. 이때, 호퍼(20)의 상부에는 50리터/분(20 내지 150리터/분), 스크류(15)의 후단부에는 20리터/분(10 내지 50리터/분)의 유량으로 질소 가스를 흘려, 산소 농도를 전술한 저수준으로 유지했다.

[0335] 그리고, 압출 성형품 중에 기포가 생기는 것을 방지하기 위해서, 가열 실린더(10) 내의 진공도를 1.3×10^{-4} 이하로 유지하면서, 각 제조예 및 제조 비교예의 펠렛의 압출 성형을 진행시켰다. 이 압출 성형품을 제조하기 위한 펠렛의 압출 성형에서는, 이미 설명한 펠렛 형성을 위한 선별 입체(40)의 압출 성형과는 달리, 첨가제를 가하지 않고 펠렛만을 사용했다.

[0336] 펠렛의 압출 성형에 의해 다이(11)로부터 압출한 폴리카보네이트 수지를 공냉하면서 절단하여, 압출 성형품을 제조했다. 이렇게 하여 형성된 압출 성형품의 형상은 폭 900mm, 두께 2mm, 길이 1200mm의 크기의 직사각형 형상이었지만, 형상 및 크기는 특별히 이것에는 한정되지 않는다. 예컨대, 압출 성형품은 시트상, 필름상 등이다. 한편, 펠렛으로부터 압출 성형품을 제조한 2회째의 압출 성형에서는, 분립체로부터 펠렛을 형성한 최초의 압출 성형과는, 상술한 바와 같이, 계 내의 압력(진공도)이 다른 것 외는, 동일한 조건 하에서 진행시켰다.

[0337] 이상과 같이, 제조예 1 내지 6 및 제조 비교예 1의 수지 펠렛으로부터 각각 제조된 압출 성형품의 성상을 표 7에 나타내었다.

표 7

	실시에 7	실시에 8	실시에 9	실시에 10	실시에 11	실시에 12	비교예 2
사용된 펠렛	제조예 1	제조예 2	제조예 3	제조예 4	제조예 5	제조예 6	제조 비교예 1
화합물 A 및 B의 농도 (wt ppm)	3.5	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	8.0
성형 시의 산소 농도	1000ppm	200ppm	200ppm	1000ppm	500ppm	200ppm	1000ppm
용액 YI값	1.82	1.65	1.61	1.82	1.75	1.65	2.12
평행 광 투과율	44.3	46.8	47.1	44.5	45.5	46.8	42.2

[0338]

[0339] 표 7로부터 분명한 것과 같이, 실시에 7 내지 12의 압출 성형품은, 비교예에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 즉, 어느 압출 성형품에서도, 각각의 원료인 펠렛(표 6 참조)에 비하여 용액 YI값은 크지만, 실시에 7 내지 12의 압출 성형품의 용액 YI값은 어느 것이든 2.00 이하이며, 비교예 2의 압출 성형품의 용액 YI값(2.12)보다도 충분히 낮은 값이었다. 이와 같이, 실시에 7 내지 12 및 비교예 2의 압출 성형품의 성상을 비교한 결과, 색상이 양호한 펠렛을 이용하여 압출 성형품을 제조함으로써, 압출 성형품에서의 색상도 충분히 개선된다는 것이 확인되었다.

[0340] 또한, 실시에 7의 압출 성형품에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 실시예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않은 데 비하여, 비교예의 압출 성형품에서는, 8.0중량 ppm의 농도로 포함되어 있었다. 이로부터, 화합물 A의 농도가 펠렛뿐만 아니라, 압출 성형품의 색상의 평가의 지표로서도 유효하다고 할 수 있다. 또한, 각 실시예에서는, 400nm의 파장에서의 평행 광 투과율의 값이 어느 것이든 40%/300mm 이상임과 함께 비교예의 값보다도 높고, 이 점으로부터도, 실시에 7 내지 12의 압출 성형품의 투명성 및 색상이 양호하다는 것이 확인되었다.

[0341] 이상의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 입경이 작은 성분을 소정량 제거한 펠렛으로부터 압출 성형품을 제조함으로써, 색상 및 투명성의 향상이 가능하고, 첨가제를 분립체에 가한 종래의 펠렛으로부터 압출 성형품을 제조하는 경우에 비하여도 큰 효과가 얻어지는 것이 확인되었다.

[0342] [평행 광 투과율의 측정]

[0343] 폴리카보네이트 수지계의 압출 성형품의 평행 광 투과율은, 이하와 같이 측정했다. 우선, 두께 300mm의 압출 성형품을 준비하고, C광원을 이용하여 파장 400nm의 광이 투과하는 비율(%/300mm)을 측정했다. 보다 구체적인

로는, CIE(국제조명위원회)가 규정하는 표준 광원의 규격에 근거하여, 광 온도가 6740K인 C광원을 이용하고, JIS K7373의 5.2(a) 필름 및 판의 투과율 측정에 준하여, 니폰전색공업주식회사제, 분광 색차계 ASA-1형을 이용하여 측정했다.

[0344] (III. 펠렛으로부터의 사출 성형품의 제조)

[0345] 다음으로, 펠렛을 제조하여 펠렛으로부터 사출 성형품을 제조한 실시예에 대하여 설명한다. 전술한 (I. 펠렛의 제조)의 실시예와 마찬가지로, 표 3의 샘플 2의 선별 입체를 이용하여 제조한 펠렛을 제조예 7로 했다. 또한, 샘플 3 내지 5의 선별 입체 및 비교 샘플 1을 이용하여 펠렛을 제조하여, 하기 표 8과 같이 제조예 7 내지 12 및 제조 비교예 2로 했다. 제조예 8 내지 12 및 제조 비교예 2의 펠렛은, 성형 가공 시의 산소 가스 농도가 다른 것 외에, 전술한 제조예 7과 같은 제조 방법으로 제조했다.

표 8

	제조예 7	제조예 8	제조예 9	제조예 10	제조예 11	제조예 12	제조 비교예 2
사용된 분립체	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	샘플 5	샘플 5	비교 샘플 1
제거된 미분체	200 μ m 미만	300 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	제거하지 않음
성형 시의 산소 농도	5000ppm	2000ppm	2000ppm	5000ppm	3000ppm	2000ppm	5000ppm
펠렛의 용액 YI값	1.18	1.10	1.10	1.12	1.12	1.12	1.39
화합물 A 및 B의 농도 (wt ppm)	2.9	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	6.2
펠렛의 함수율	88ppm	87ppm	105ppm	91ppm	85ppm	86ppm	94ppm

[0346] 표 8로부터 분명한 것과 같이, 제조예 7 내지 12는, 제조 비교예에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 미분의 제거량이 많은 샘플 3 내지 5 유래의 제조예 8 내지 12에서는, 특히 이 경향이 현저했다. 단, 제조예 8 내지 12에 비하면 입경이 작은 분립체가 많이 포함되어 있었던 제조예 7에서도, 펠렛의 용액 YI값이 1.18로 충분히 낮은 수준이며, 제조 비교예 2의 용액 YI값에 비하면 0.20 이상 저하되어 있기 때문에, 색상은 충분히 개선되었다고 할 수 있다.

[0348] 또한, 제조예 7에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 제조예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않다(미검출). 이에 비하여, 제조 비교예에서는, 6.2중량ppm의 농도로 포함되어 있었기 때문에, 화합물 A의 농도가 색상에 관련되어 있다는 것도 재확인되었다. 또한, 각 제조예에서, 펠렛의 함수율은 150중량ppm 이하로 억제되어 있어, 양호한 결과가 얻어졌다.

[0349] 제조된 제조예 7 내지 12 및 제조 비교예 2의 수지 펠렛을, 산소 투과율이 $0\text{cm}^3/(\text{m}^2 \cdot 24\text{h} \cdot \text{atm})$ 이며, 수증기 투과율(40°C , 90%RH)이 $0\text{g}/(\text{m}^2 \cdot 24\text{시간})$ 인 밀폐 용기에 보관했다. 그리고, 펠렛을 보관할 때에, 용기 내의 공기를 질소 가스로 치환하여, 보관 시의 용기 내의 산소 농도를 1000ppm으로 했다.

[0350] 이상과 같이, 알칼리 가수분해 시의 분해물이 적고, YI값이 낮고, 색상이 양호한 폴리카보네이트 수지 펠렛을, 산소나 물을 제거한 용기 내에 보관, 또는 포장함으로써 실질적으로 무착색이고, 높은 투명성을 갖는 펠렛의 상태를 장기간에 걸쳐 유지하는 것이 가능했다.

[0351] 전술한 제조예 7 내지 12 및 제조 비교예 2의 수지 펠렛을, 2주간, 밀폐 용기에 보관한 후, 이하와 같이 개봉했다. 우선, 펠렛을 알루미늄제의 밀폐 보관 용기에 의해 밀폐시킨 채의 상태에서, 펠렛의 표면 온도가 60°C 이상이 되도록 밀폐 용기 등마다 80°C 에서 4시간 정도 가열했다.

[0352] 이들 펠렛에 의한 사출 성형품의 제조를 위해, 도 4에 나타내는 사출 성형기(120)를 이용했다. 사출 성형기(120)는, 선단에 수지 도출부(11')를 구비한 성형용 실린더(10'), 성형용 실린더(10')에 내장된 스크류(15), 성형용 실린더(10')에 부착되고, 성형용 실린더(10') 내에 원료의 펠렛(42)을 공급하기 위한 호퍼(20), 및 스크류(15)의 후단부(16)에 부착된 스크류 구동 장치(18) 등을 갖는다. 성형용 실린더(10')에 설치된 스크류(15)는 펠렛(42)을 가소화, 용융시키는 동시에, 플런저로서도 기능하는 인라인 스크류이다. 성형용 실린더(10')의 외주에는 도시하지 않는 히터가 부착되어 있고, 성형용 실린더(10')와 스크류(15) 사이의 공극(17)에 존재하는 펠렛(42)을 가소화, 용융시킬 수 있다.

[0353] 사출 성형기(120)에서, 진공 펌프(도시하지 않음)를 이용하여 호퍼(20) 내의 산소 농도를 950ppm(1000ppm 이하)로 한 분위기 하에, 상술한 바와 같이 밀폐 보관 용기로부터 개봉한 직후의 펠렛을 즉시 정치했다. 이때,

호퍼(20)의 상부에는 50리터/분(20 내지 150리터/분), 스크류(15)의 후단부(12)에는 20리터/분(10 내지 50리터/분)의 유량으로 질소 가스를 흘려, 산소 농도를 전술한 저수준으로 유지했다.

[0354] 그리고, 사출 성형품 중에 기포가 생기는 것을 방지하기 위해서, 성형용 실린더(10') 내의 진공도를 1.3×10^4 이하로 유지하면서, 각 제조에 및 제조 비교예의 펠렛의 사출 성형을 진행시켰다. 이 사출 성형품을 제조하기 위한 펠렛(42)의 사출 성형에서는, 이미 설명한 펠렛 형성을 위한 선별 입체(40)의 압출 성형과는 달리, 첨가제를 가하지 않고 펠렛(42)만을 사용했다.

[0355] 한편, 호퍼(20)로의 펠렛(42)의 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다. 예컨대, 호퍼(20)에 설치된 배기부(22)의 하류에, 블로어(도시하지 않음)를 설치하고, 블로어의 작동에 의해서 호퍼(20) 내를 부압으로 하고, 원료의 펠렛(42)의 저장부로부터 배관 및 반입부(21)를 통해서 호퍼(20) 내로 플레이크상의 선별 입체(40)를 기류 반입하여도 좋다.

[0356] 호퍼(20)로부터 성형용 실린더(10')로 반입된 펠렛(42)이 성형용 실린더(10'), 스크류(15)에 의해서 가열, 가소화, 용융, 반송되었다. 배럴(성형용 실린더)(10)의 설정 용융 온도는 240°C 였다. 스크류 구동 장치(18)의 작동에 의해서 스크류(15)를 회전시키면서 전방으로 압출하고, 성형용 실린더(10') 내의 용융한 펠렛(43)에 압력을 가하여, 용융된 펠렛(43)을 수지 도출부(11')로부터 금형 조립체(50)의 용융 수지 사출부(54)(도 5 참조)를 향해서 사출했다. 용융 펠렛(43)은, 금형 조립체(50)에서, 용융 수지 사출부(54)를 통해서 제 1 금형부(51)과 제 2 금형부(52) 사이에 설치된 캐비티(53)로 유입됐다. 또한, 용융 펠렛(43)은, 호퍼(20)가 부착된 성형용 실린더(10')의 부위로부터 수지 도출부(11')까지의 성형용 실린더(10')와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에 충전되었지만, 도 4에서는, 그 안의 일부분만을 나타내었다.

[0357] 스크류 구동 장치(18)측의 성형용 실린더(10')의 후단부(12)에는, 이러한 후단부(12)를 기밀 구조로 하기 위한 기밀용 부재(13)가 부착되어 있고, 기밀용 부재(13)와 스크류(15) 사이를 기밀로 하기 위한 시일 부재(14)가 기밀용 부재(13)에 부착되어 있다. 이에 의해서, 불활성 가스(예컨대, 순도 약 99.99%의 질소 가스)가 흐르는 성형용 실린더(10') 내부의 기밀 상태를 유지할 수 있다. 한편, 성형용 실린더(10') 그 자체가 기밀성을 갖고 있는 경우에는, 기밀용 부재나 시일 부재는 불필요하다. 도 4에 불활성 가스의 흐름을 화살표로 나타내었다.

[0358] 사출 성형기(120)는, 또한, 불활성 가스원(30), 및 불활성 가스원(30)으로부터의 불활성 가스를 성형용 실린더(10') 내로 도입하기 위한 배관(32)을 구비하고 있다. 배관(32)은, 호퍼(20)가 부착된 성형용 실린더(10')의 부위보다도 스크류 구동 장치측의 성형용 실린더(10')의 부분, 보다 구체적으로는, 기밀용 부재(13)에 부착되어 있다. 한편, 배관(32)을 스크류 구동 장치측의 성형용 실린더(10')의 후단부(12)에 부착하여도 좋다. 배관(32)의 도중에는, 압력 제어 밸브(33) 및 압력 센서(34)가 설치되어 있다. 또한, 호퍼(20) 내의 압력을 검출하기 위해서, 호퍼(20)에는 제 2 압력 센서(35)가 부착되어 있다. 압력 제어 밸브(33) 및 압력 센서(34, 35)는 주지의 방식, 구조, 구성의 것을 사용할 수 있다. 압력 센서(34, 35)의 출력은 압력 제어 장치(31)로 보내어지고, 압력 제어 장치(31)의 출력에 의해서, 압력 제어 밸브(33) 및 불활성 가스원(30)의 작동이 제어된다.

[0359] 이러한 구성에 의해, 불활성 가스는, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 성형용 실린더(10'), 호퍼(20)의 배기부(22)를 경유하여 계 외로 흐른다. 즉, 호퍼(20) 내에 펠렛(42)을 충전하고, 호퍼(20)가 부착된 성형용 실린더(10')의 부위로부터 수지 도출부(11')까지의 성형용 실린더(10')와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에서 펠렛(42)을 가소화한 상태에서, 불활성 가스를, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 성형용 실린더(10'), 호퍼(20)를 경유하여 계 외로 흘렀다.

[0360] 이 상태에서, 불활성 가스가 흐르는 성형용 실린더의 부분(구체적으로는, 후단부(12))의 압력은, 예컨대, 대기압보다도 $2 \times 10^3 \text{ Pa} (0.02 \text{ kgf/cm}^2)$ 정도 높다. 한편, 후단부(12)에서의 불활성 가스의 압력 또는 압력 변화는, 압력 센서(34)에 의해서 검출할 수 있고, 이러한 압력의 검출 결과에 근거하여, 압력 제어 장치(31)를 통해서 압력 제어 밸브(33)를 제어하고, 불활성 가스의 유량을 제어할 수 있다. 또한, 펠렛(42)을 호퍼(20)로 기류 반입하는 경우에는, 호퍼(20) 내는 부압이 된다. 그 결과, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 성형용 실린더(10'), 호퍼(20)를 경유하여 계 외로 흐르는 불활성 가스의 압력에 변화가 생기지만, 이러한 호퍼(20) 내의 압력 변화를 제 2 압력 센서(35)로 검출하고, 또한 압력 센서(34)에 의해서 후단부(12)에서의 불활성 가스의 압력을 검출할 수 있다. 이들의 압력의 검출 결과에 근거하여, 압력 제어 장치(31)를 통해서 압력 제어 밸브(33) 및 불활성 가스원(30)을 제어하고, 불활성 가스의 유량을 제어하는 것이 가능하기 때문에, 호퍼(20) 내의 압력이 변화되어도, 불활성 가스원(30)으로부터, 배관(32), 성형용 실린더(10'), 호퍼(20)를 경유하여 계 외로 흐르는 불활성 가스의 유량을 거의 일정하게 유지할 수 있다.

- [0361] 또한, 성형용 실린더(10')와 스크류(15) 사이의 공극(17) 내에서 가소화, 용융된 펠렛(43)으로부터 발생한 가스는, 성형용 실린더(10') 내를 흐르는 불활성 gas와 함께 호퍼(20)를 경유하여 배기구(22)로부터 계 외로 배출되었다.
- [0362] 본 제조예 7에서는, 불활성 가스원(30)으로부터 공급되는 질소 gas에 의해, 원료인 펠렛(42)이 투입된 호퍼(20) 내, 및 성형용 실린더(10') 내에서의 산소 gas 농도를 5000ppm으로 했다. 또한, 도 6에 나타내는 성형용 실린더(10')에 배기구(벤트부)(19)를 설치한 사출 성형기(130)를 이용함으로써, 산소 gas 농도를 저감시켜도 좋다. 사출 성형기(130)에서는, 배기구(벤트부)(19)를 통해서 진공 펌프(도시하지 않음)를 이용하여 계 내를 감압하거나, 계 내를 감압하면서 질소를 주입하는 것이 용이하게 가능하다.
- [0363] 그리고, 이하의 조건 하에서 사출 성형을 행했다.
- [0364] 사출 성형기: 소딕플라스틱제 사출 성형기 TR100EH2
- [0365] 성형품 치수: 폭 5mm×두께 4mm 길이 300mm
- [0366] 성형 온도: 320℃
- [0367] 금형 온도: 120℃
- [0368] 성형 사이클: 60초
- [0369] 이상과 같이, 제조예 7 내지 12 및 제조 비교예 2의 수지 펠렛으로부터 각각 제조된 실시예 13 내지 18 및 비교예 3의 사출 성형품의 성상을 표 9에 나타내었다.

표 9

	실시예13	실시예 14	실시예 15	실시예 16	실시예 17	실시예 18	비교예 3
사용된 펠렛	제조예 7	제조예 8	제조예 9	제조예 10	제조예 11	제조예 12	제조 비교예2
성형 시의 산소 농도	1000ppm	200ppm	200ppm	1000ppm	500ppm	200ppm	1000ppm
화합물 A 및 B의 농도 (wt ppm)	4.2	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	11.5
사출 성형품의 용액 YI값	1.86	1.58	1.54	1.65	1.65	1.58	2.28
평행 광 투과율	42	51	52	48	48	51	36

- [0370]
- [0371] 표 9로부터 분명한 것과 같이, 실시예 1 내지 5의 사출 성형품은, 비교예에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 즉, 어느 사출 성형품에서도, 각각의 원료인 펠렛(표 8 참조)에 비하여 용액 YI값은 크지만, 실시예 1 내지 5의 사출 성형품의 용액 YI값은 어느 것이든 2.00 이하이며, 비교예 1의 사출 성형품의 용액 YI값(2.28)보다도 충분히 낮은 값이었다. 이와 같이, 실시예 1 내지 5 및 비교예의 사출 성형품의 성상을 비교한 결과, 색상이 양호한 펠렛을 이용하여 사출 성형품을 제조함으로써, 사출 성형품에서의 색상도 충분히 개선된다는 것이 확인되었다.
- [0372] 또한, 실시예 1의 사출 성형품에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 실시예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않은 데 비하여, 비교예의 사출 성형품에서는, 11.5중량 ppm의 농도로 포함되어 있었다. 이로부터, 화합물 A의 농도가 펠렛뿐만 아니라, 사출 성형품의 색상의 평가의 지표로서도 유효하다고 할 수 있다. 또한, 각 실시예에서는, 400nm의 파장에서의 평행 광 투과율의 값이 어느 것이든 40%/300mm 이상인 데 비하여, 비교예에서는 36%/300mm 값이었다. 이 점으로부터도, 실시예 1 내지 5의 사출 성형품의 투명성 및 색상이 양호한 것이 확인되었다.
- [0373] 이상의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 입경이 작은 성분을 소정량 제거한 펠렛으로부터 사출 성형품을 제조함으로써, 색상 및 투명성의 향상이 가능하고, 첨가제를 분립체에 가한 종래의 펠렛으로부터 사출 성형품을 제조하는 경우에 비하여도 큰 효과가 얻어지는 것이 확인되었다.
- [0374] [평행 광 투과율의 측정]
- [0375] 폴리카보네이트 수지제의 사출 성형품의 평행 광 투과율은, 이하와 같이 측정했다. 우선, 두께 300mm의 사출 성형품을 준비하고, C광원을 이용하여 파장 400nm의 광이 투과하는 비율(%/300mm)을 측정했다. 보다 구체적으로는, CIE(국제조명위원회)가 규정하는 표준 광원의 규격에 근거하여, 광 온도가 6740K인 C광원을 이용하고,

JIS K7373의 5.2(a) 필름 및 판의 투과율 측정에 준하여, 니폰전색공업주식회사제, 분광 색차계 ASA-1형을 이용하여 측정했다.

[0376] (IV. 선별 입체로부터의 압출 성형품의 제조)

[0377] 다음으로, 펠렛을 제조하지 않고서, 선별 입체로부터 직접, 압출 성형품을 제조한 실시예에 대하여 설명한다. 전술한 (I. 펠렛의 제조)의 실시예에서 선별 입체로부터 펠렛을 압출 조립했을 때와 마찬가지로, 표 3의 전술한 샘플 2의 선별 입체를 이용하여, 압출 성형품을 제조했다. 이 압출 성형품의 제조를 위해, 도 2에 나타내는 압출 성형기(100)를 이용했다. 단, 선별 입체로부터 직접, 압출 성형품을 제조하는 본 실시예에서 이용하는 압출 성형기(100)에는, 도 2의 스트랜드·다이 대신에, T-다이(11)를 이용했다. 또한, 여기서는 T-다이(11)를 이용했지만, 제조하는 압출 성형품의 형상에 따라, 다른 종류의 다이를 이용할 수도 있다.

[0378] 그리고, 전술한 (I. 펠렛의 제조)의 선별 입체로부터의 펠렛의 압출 조립과는 달리, 이하의 조건 하에서 압출 성형을 행했다.

[0379] 토출량: 200kg/hr

[0380] 배럴(10)의 설정 온도: 260℃

[0381] T-다이(11)의 설정 온도: 240℃

[0382] 스크류 회전수: 70rpm

[0383] 이 압출 성형에 의해 T-다이(11)로부터 압출한 폴리카보네이트 수지를 공냉하면서 절단하여, 압출 성형품을 제조했다. 이렇게 해서 형성된 압출 성형품의 형상은 폭 900mm, 두께 2mm, 길이 1200mm의 크기의 직사각형 형상이었지만, 형상 및 크기는 특별히 이것에는 한정되지 않는다. 예컨대, 압출 성형품은, 시트상, 필름상 등이다. 또한, 절단 시의 폴리카보네이트 수지는, 예컨대 60 내지 120℃의 범위 내에 수냉되어도 좋다.

[0384] 이상과 같이, 샘플 2의 선별 입체를 이용하여 제조한 압출 성형품을 실시예 19로 했다. 또한, 샘플 3 내지 5의 선별 입체 및 비교 샘플 1을 이용하여 압출 성형품을 제조하여, 하기 표 10과 같이 실시예 20 내지 24 및 비교예 1로 했다. 실시예 20 내지 24 및 비교예 1의 압출 성형품은, 성형 가공 시의 산소 가스 농도가 다른 것 외에, 전술한 실시예 19와 같은 제조 방법으로 제조했다.

표 10

	실시예 19	실시예 20	실시예 21	실시예 22	실시예 23	실시예 24	비교예 4
사용된 분립체	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	샘플 5	샘플 5	비교 샘플 1
제거된 미분체	200 μ m 미만	300 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	제거하지 않음
성형 시의 산소 농도	5000ppm	2000ppm	2000ppm	5000ppm	3000ppm	2000ppm	5000ppm
압출 성형품의 용액 YI값	1.18	1.12	1.10	1.12	1.12	1.12	1.39
화합물 A 및 B의 농도 (wt ppm)	2.9	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	6.2

[0385]

[0386] 표 10으로부터 분명한 것과 같이, 실시예 19 내지 24는, 비교예 4에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 미분의 제거량이 많은 샘플 4 유래의 실시예 21에서는, 특히 이 경향이 현저했다. 단, 실시예 21에 비하면 입경이 작은 분립체가 약간 많이 포함되어 있었던 실시예 22 내지 24, 더욱 작은 분립체가 많은 실시예 19 및 20에서도, 압출 성형품의 용액 YI값이 1.12 내지 1.18로 충분히 낮은 수준이며, 비교예의 용액 YI값에 비하면 0.20 이상 저하되어 있다. 또한, 각 실시예의 압출 성형품은, 400nm의 파장에서 의 평행 광 투과율이 어느 것이든 40%/300mm 이상이였다. 이들의 결과로부터, 각 실시예의 압출 성형품에서, 색상 및 투명성은 충분히 개선되었다고 할 수 있다.

[0387] 또한, 실시예 19에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 실시예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않다. 이것에 비하여, 비교예 4에서는, 6.2중량ppm의 농도로 포함되어 있었기 때문에, 화합물 A의 농도가 색상에 관련되어 있다는 것도 재확인되었다.

[0388] 이상의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 입경이 작은 성분을 소정량 제거하여 압출 성형품을 제조함으로써, 색상 및 투명성의 향상이 가능하고, 종래의 첨가제를 분립체에 가하여 압출 성형품을 제조하는 경우에 비하여도 큰 효과가 얻어지는 것이 확인되었다.

- [0389] [평행 광 투과율의 측정]
- [0390] 폴리카보네이트 수지제의 압출 성형품의 평행 광 투과율은, 전술한 (II. 펠렛으로부터의 압출 성형품의 제조)의 경우와 마찬가지로 측정했다.
- [0391] (V. 선별 입체로부터의 사출 성형품의 제조)
- [0392] 다음으로, 펠렛을 제조하지 않고서, 선별 입체로부터 직접, 사출 성형품을 제조한 실시예에 대하여 설명한다. 전술한 (III. 펠렛의 제조)의 실시예에서 펠렛으로부터 사출 성형품을 제조했을 때와 마찬가지로, 펠렛(42) 대신에 전술한 표 3의 샘플 2의 선별 입체를 이용하여, 사출 성형품을 제조했다. 이 사출 성형품의 제조를 위해, 도 4에 나타내는 사출 성형기(120)를 이용했다. 여기서 사용한 선별 입체(40) 및 첨가제의 조성은 이하와 같다.
- [0393] 선별 입체(40)(전술한 샘플 2 · 폴리카보네이트 수지 유포론 H-4000F(미쓰비시엔지니어링플라스틱제): 99.92중량부
- [0394] 아데카스타브 PEP36(비스(2,6-다이-tert-뷰틸-4-에틸페닐)펜타에리트리톨다이포스파이트 · 아데카제): 0.05중량부
- [0395] 리케말 S100A(글리세린모노스테아레이트 · 리켄비타민제): 0.03중량부
- [0396] 본 실시예에서는, 호퍼(20)에 설치된 배기부(22)의 하류에, 블로어(도시하지 않음)가 설치되고, 블로어의 작동에 의해서 호퍼(20) 내를 부압으로 하고, 원료 폴리카보네이트 수지 저장부로부터 배관 및 반입부(21)를 통해서 호퍼(20) 내로 플레이크상의 선별 입체(40)를 기류 반입했다. 단, 전술한 (III. 펠렛의 제조)의 실시예에서도 기재한 것과 같이, 수지 저장부로부터 호퍼(20)로의 선별 입체(40)의 반입 방식은 임의의 방식으로 할 수 있다.
- [0397] 이와 같이, (III. 펠렛의 제조)의 실시예에서의 펠렛 대신에 선별 입체를 이용한 사출 성형에 의해 수지 도출부(11)로부터 사출하고, 캐비티(53)(도 5 참조)를 충전한 폴리카보네이트 수지를 냉각시켜, 캐비티(53)에 대응한 형상의 사출 성형품을 제조했다.
- [0398] 이상과 같이, 샘플 2의 선별 입체를 이용하여 제조한 사출 성형품을 실시예 25로 했다. 또한, 샘플 3 내지 5의 선별 입체 및 비교 샘플 1을 이용하여 사출 성형품을 제조하여, 하기 표 11과 같이 실시예 25 내지 30 및 비교예 5로 했다. 실시예 26 내지 30 및 비교예 5의 사출 성형품은, 성형 가공 시의 산소 가스 농도가 다른 것 외에, 전술한 실시예 25와 같은 제조 방법으로 제조했다.

표 11

	실시예 25	실시예 26	실시예 27	실시예 28	실시예 29	실시예 30	비교예 5
사용된 분립체	샘플 2	샘플 3	샘플 4	샘플 5	샘플 5	샘플 5	비교 샘플 1
제거된 미분체	200 μ m 미만	300 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	500 μ m 미만	제거하지 않음
성형 시의 산소 농도	5000ppm	2000ppm	2000ppm	5000ppm	3000ppm	2000ppm	5000ppm
화합물 A 및 B의 농도(wt ppm)	4.2	미검출	미검출	미검출	미검출	미검출	11.5
사출 성형품의 용액 YI값	1.88	1.60	1.58	1.87	1.65	1.55	2.25
평행 광 투과율(%/300mm)	41	50	53	46	48	53	36

- [0399]
- [0400] 표 11로부터 분명한 것과 같이, 실시예 25 내지 30은, 비교예 5에 비하여 YI값이 작고, 투명성이 우수하며, 색상이 양호한 것이 확인되었다. 미분의 제거량이 많은 샘플 3 내지 5 유래의 실시예 26 내지 30에서는, 특히 이 경향이 현저했다. 단, 이들의 실시예 26 내지 30에 비하면 입경이 작은 분립체가 약간 많이 포함되어 있었던 실시예 25에서도, 사출 성형품의 용액 YI값이 1.88로 충분히 낮은 수준이며, 비교예 5의 용액 YI값에 비하면 0.35 이상 저하되어 있다. 또한, 각 실시예의 사출 성형품에서는, 400nm의 파장에서의 평행 광 투과율이 어느 것이든 40%/300mm 이상이였다. 이들의 결과로부터, 각 실시예의 사출 성형품에서, 색상 및 투명성은 충분히 개선되었다고 할 수 있다.
- [0401] 또한, 실시예 25에서는, 알칼리 가수분해 후의 분해물에서 화합물 A가 소량 검출되었지만, 다른 실시예에서는, 화합물 A가 어느 것이든 검출되어 있지 않다. 이것에 비하여, 비교예 5에서는, 11.5중량ppm의 농도로 포함되어 있었기 때문에, 화합물 A의 농도가 색상에 관련되어 있다는 것도 재확인되었다.

- [0402] 이상의 결과로부터, 폴리카보네이트 수지의 분립체에 포함되는 입경이 작은 성분을 소정량 제거하여 사출 성형품을 제조함으로써, 색상 및 투명성의 향상이 가능하고, 종래의 첨가제를 분립체에 가하여 사출 성형품을 제조하는 경우에 비하여도 큰 효과가 얻어지는 것이 확인되었다.
- [0403] [용존 산소량의 측정]
- [0404] 폴리카보네이트 수지의 사출 성형품에 용존하는 산소량에 대해서는, 이하와 같이 측정했다. 측정의 대상이 되는 폴리카보네이트 수지의 사출 성형품의 시료를 채취하고, 승온시켜 샘플로부터 탈리되는 산소량을 측정했다. 구체적으로는, 승온 탈리 가스 질량 분석 장치 TPD-Mass(니폰벨주식회사제), 검출기 Q-MASS를 이용하고, 플로우 가스로서 헬륨을 흘리는 조건 하, 시료 1g 중에 포함되어 있었던 산소량을 측정했다. 이렇게 하여 측정되는 사출 성형품의 시료 1g 중의 용존 산소량으로부터 수지 중의 용존 산소 농도(cm^3/g)가 산출된다.
- [0405] [평행 광 투과율의 측정]
- [0406] 폴리카보네이트 수지제의 사출 성형품의 평행 광 투과율은, 전술한 (III. 펠렛으로부터의 사출 성형품의 제조)의 경우와 같이 측정했다.
- [0407] 이상과 같이, 본 발명에서는, 계면 중합법에 의해 수득된 폴리카보네이트 수지의 분립체로부터, 미분을 제거하고, 입체를 선별하여 펠렛을 형성함으로써, 황색(호박색)의 착색이 무시될 수 있을 정도로 적고, 매우 높은 투명성을 갖는 폴리카보네이트 수지제의 펠렛을 얻을 수 있었다. 또한, 이렇게 하여 형성된 펠렛, 또는 미분을 제거한 입체로부터 압출 성형품 또는 사출 성형품을 제조함으로써, 황색의 착색이 무시될 수 있을 정도로 적고, 매우 높은 투명성을 갖는 폴리카보네이트 수지제의 압출 및 사출 성형품을 얻을 수도 있었다.
- [0408] 이상, 본 발명을 바람직한 실시예에 근거하여 설명했지만, 본 발명은 이들의 실시예로 한정되는 것이 아니다. 실시예에서 설명한 압출 성형기의 구조, 사용한 재료, 조립 조건 등은 예시이며, 적절히 변경될 수 있다.

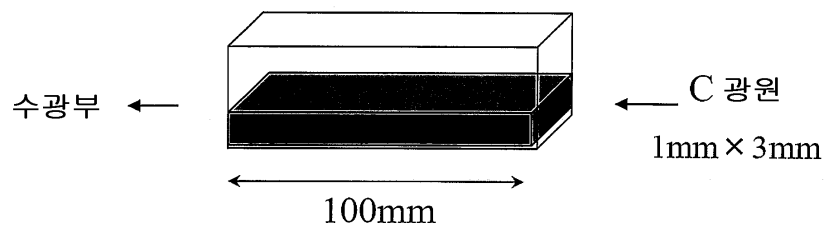
부호의 설명

- [0409] 10 가열 실린더
11 스트랜드·다이
12 가열 실린더의 후단부
13 기밀용 부재
14 시일 부재
15 스크류
16 스크류의 후단부
17 공극
18 스크류 구동 장치
19 배기구(벤트부)
20 호퍼
21 반입부
22 배기부
23 체크 밸브
24 불활성 가스 배출부
25 블로어
26 진공 펌프
30 불활성 가스원
31 압력 제어 장치

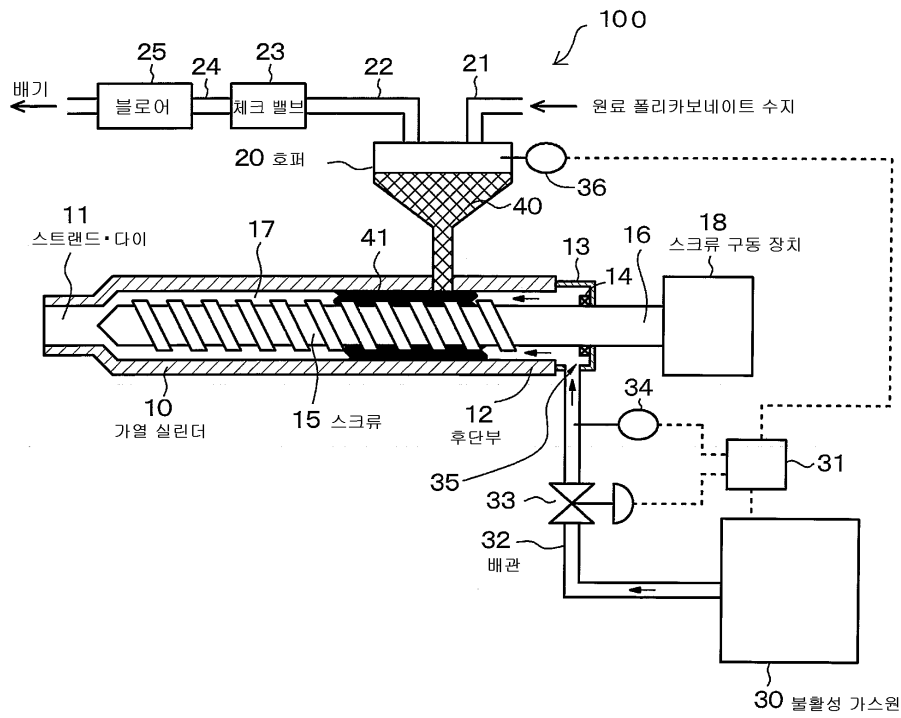
- 32 배관
- 33 압력 제어 밸브
- 34 압력 센서
- 35 불활성 가스 주입구
- 36 제 2 압력 센서
- 40 선별 입체
- 41 용융 선별 입체
- 100 압출 성형기(압출 조립기)
- 110 압출 성형기(압출 조립기)
- 120 사출 성형기
- 130 사출 성형기

도면

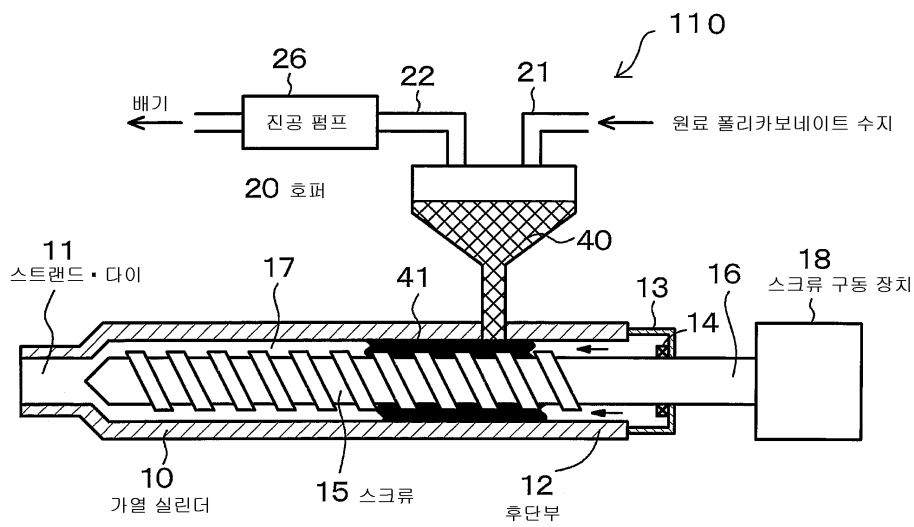
도면1



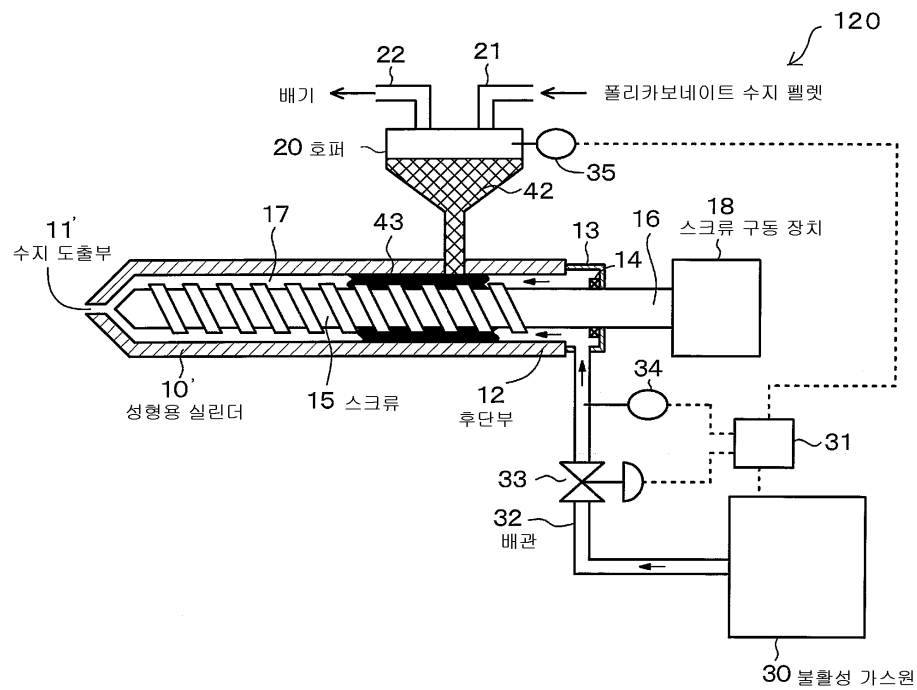
도면2



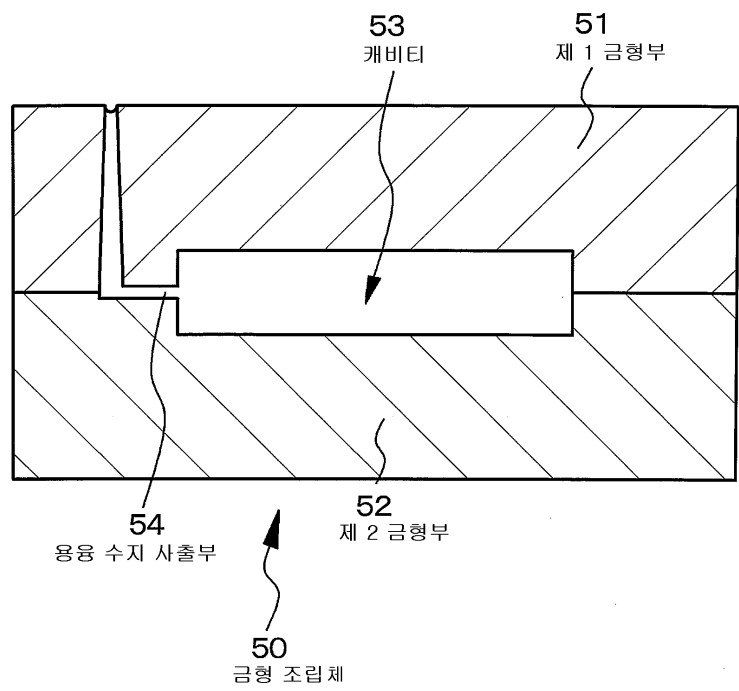
도면3



도면4



도면5



도면6

