

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2005-296883

(P2005-296883A)

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005.10.27)

(51) Int.C1.<sup>7</sup>

B01J 2/06

F1

B01J 2/06

テーマコード(参考)

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 10 頁)

(21) 出願番号	特願2004-119831 (P2004-119831)	(71) 出願人	000000941 株式会社カネカ 大阪府大阪市北区中之島3丁目2番4号
(22) 出願日	平成16年4月15日 (2004.4.15)	(72) 発明者	岩田 安弘 兵庫県神戸市垂水区塙屋町6-31-17
		(72) 発明者	戎井 昌英 兵庫県加古郡播磨町野添4丁目16の2

(54) 【発明の名称】液滴製造装置

## (57) 【要約】

【課題】 連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、生成後液滴と噴出直後の液体または生成直後の液滴との衝突を防止して、均一性の悪化を防ぐ装置を提供する。

【解決手段】 上記装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の数を  $N'$  、該容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を  $N$  、作製した液滴の体積を  $V$  [  $\text{mm}^3$  ] としたときに、  $V$  、  $N'$  、  $N$  が、  $V \times (N' / N) = 0.05$  好ましくは  $V \times (N' / N) = 0.2$  の関係を満たす液滴製造装置。

【選択図】 なし。

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の数を  $N'$  、該容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を  $N$  、作製した液滴の体積を  $V [\text{mm}^3]$  としたときに、  $V$  、  $N'$  、  $N$  が、式(1)の関係を満たすことを特徴とする液滴製造装置。

$$V \times (N' / N) = 0.05 \quad \dots (1)$$

## 【請求項 2】

連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の数を  $N'$  、該容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を  $N$  、作製した液滴の体積を  $V [\text{mm}^3]$  としたときに、  $V$  、  $N'$  、  $N$  が、式(2)の関係を満たすことを特徴とする請求項1記載の液滴製造装置。

$$V \times (N' / N) = 0.2 \quad \dots (2)$$

## 【請求項 3】

請求項1または2記載の液滴製造装置で製造した液滴。

## 【請求項 4】

請求項3記載の液滴が重合性モノマーを含んでなり、該液滴から得られることを特徴とするポリマービーズ。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、均一な粒径の液滴を製造する液滴製造装置に関する。詳しくは、連続相中に、分散相をオリフィス孔から噴出させる装置において均一性の高い液滴が得られる装置に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来より、均一な大きさのポリマービーズを製造する方法として、重合に先立って、別の装置で分散相となる重合モノマーを連続相中にオリフィス孔を通して噴出させることによって均一な液滴を作製し、この分散液を重合装置で懸濁重合させる方法が知られている。そして、より均一な液滴を生成する方法として、分散相と連続相の粘度比を選択することにより液滴の均一性を向上させる方法(例えば、特許文献1)、分散相がオリフィス孔を噴出する際の噴出流に振動を与えることにより液滴の均一性を向上させる方法(例えば、特許文献2)、オリフィス孔の配列を選択することにより液滴の均一性を向上させる方法(例えば、特許文献3)、分散相と連続相の温度を個別に制御することにより、液滴の均一性を向上させる方法(例えば、特許文献4)などが提案されている。また、高い生産性を得る方法として噴出孔を増加させる方法(例えば、特許文献5)や、商業的な大規模で液滴を製造する方法として小さな加振機で大きなオリフィスプレートを用いて液滴を製造する方法(特許文献6)などが提案されている。

## 【0003】

しかしながら、均一な液滴を作製する条件で運転しても、その均一な液滴の生産量が多くなると、スラリー容器内に液滴が溜まって噴出孔間際まで到達し、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態でこの液滴溜まりと衝突することにより、液滴が互いに合一または分裂して均一性が悪くなるという問題が生じる。特許文献7や特許文献8の発明は、オリフィス孔の配列を選択することにより、作製した均一な液滴の連続相内での流れを変え、液滴が互いに合一または分裂するのを防ぐ方法であって、噴出直後に存在する液滴溜まりとの衝突を避ける方法ではない。

【特許文献1】特開昭61-268346号公報

【特許文献2】特開昭57-102905号公報

10

20

30

40

50

【特許文献3】特開平3-249931号公報  
 【特許文献4】特開2003-192706号公報  
 【特許文献5】特開2001-162147号公報  
 【特許文献6】特開平5-345125号公報  
 【特許文献7】特開2001-149765号公報  
 【特許文献8】特開2001-151803号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0004】

液滴の生産量が多くなると、スラリー容器内に液滴が溜まって噴出孔間際まで到達し、噴出孔から噴出された液体が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態でこの液滴溜まりと衝突することにより、液滴が互いに合一または分裂して均一性が悪くなるという問題の解決が望まれている。本発明は、液滴溜まりと噴出孔との距離を上記衝突が起こらないように保ち、液滴同士の合一をなくして均一性の悪化を防止する装置を提供するものである。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0005】

即ち、本発明は、連続相を満たしたスラリー容器中に、分散相をオリフィス孔から噴出させて均一な液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の数を $N'$ 、該容器断面 $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を $N$ としたときに、 $N$ と $N'$ が特定の関係を充足することで、オリフィス孔から液滴溜まりの最短距離が大きくなり、均一な液滴が得られることを見出し本発明の完成に至った。

## 【0006】

即ち本発明の第1は、連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の数を $N'$ 、該容器断面 $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を $N$ 、作製した液滴の体積を $V$  [ $\text{mm}^3$ ]としたときに、 $V$ 、 $N'$ 、 $N$ が、式(1)の関係を満たすことを特徴とする液滴製造装置に関する。

## 【0007】

$$V \times (N' / N) = 0.05 \quad \dots (1)$$

好みの実施態様としては、連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の数を $N'$ 、該容器断面 $10\text{ cm}^2$ 当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を $N$ 、作製した液滴の体積を $V$  [ $\text{mm}^3$ ]としたときに、 $V$ 、 $N'$ 、 $N$ が、式(2)の関係を満たすことを特徴とする前記記載の液滴製造装置に関する。

## 【0008】

$$V \times (N' / N) = 0.2 \quad \dots (2)$$

本発明の第2は、前記記載の液滴製造装置で製造した液滴に関し、本発明の第3は、前記記載の液滴が重合性单量体を含んでなり、該液滴から得られることを特徴とするポリマービーズに関する。

## 【発明の効果】

## 【0009】

本発明の液滴製造装置によれば、オリフィス孔から液滴溜まり迄の距離を大きくすることによって、液滴同士の合一をなくして均一性の良好な液滴を得ることが出来る。

## 【発明を実施するための最良の形態】

## 【010】

本発明は、連続相を満たしたスラリー容器中に、オリフィス孔から分散相を噴出させて液滴を製造する装置において、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の $10\text{ cm}^2$

10

20

30

40

50

当たりに存在するオリフィス孔の数を  $N'$  、該容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を  $N$  、作製した液滴の体積を  $V [\text{mm}^3]$  としたときに、  $V$  、  $N'$  、  $N$  が、式(1)、好ましくは式(2)の関係を満たすことを特徴とする液滴製造装置である。

## 【0011】

$$V \times (N' / N) = 0.05 \quad \dots (1)$$

$$V \times (N' / N) = 0.2 \quad \dots (2)$$

本発明において  $N$  とは、全オリフィス孔数を容器断面積で割って  $10 \text{ cm}^2$  あたりに換算した値をいい、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所とは、オリフィスプレート上を直径  $3.57 \text{ cm}$  の円で宛い、該円中に最も多くオリフィス孔がある場所をいい、  $N'$  とは、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の孔数を直径  $3.57 \text{ cm}$  の円の面積で割って、  $10 \text{ cm}^2$  あたりに換算したものである。

10

## 【0012】

作製した液滴の体積  $V [\text{mm}^3]$  とは、スラリー容器からサンプリングした作製液滴の直径を顕微鏡観察より求め、作製液滴を真球とみなして上記直径より体積換算したものである。

## 【0013】

本発明において、粒子の均一性とは、本装置で作製された液滴を重合して得られた粒子の粒径が、目的粒子径の  $\pm 5 \mu\text{m}$  の範囲に存在する重量 % であり、好ましくは 90 % 以上より好ましくは 95 % 以上特に好ましくは 98 % 以上である。粒子径は、得られた粒子の顕微鏡観察より測定することができる。

20

## 【0014】

例えば、液滴の体積が一定の場合においては、  $N' / N$  、すなわちオリフィス孔が最も密に配置されている箇所の  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の数と容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数の比を大きくすればよい。

## 【0015】

$N' / N$  を大きくするには、  $N'$  を大きくするか、または  $N$  を小さくすればよい。  $N'$  を大きくするには、オリフィス孔の配置を密にすることにより、オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の数を大きくすればよい。同数のオリフィス孔を設ける場合、図 2 の様にオリフィスプレートにオリフィス孔を配置するよりも、例えば、図 3 や図 4 の様にオリフィス孔を配置する方が、オリフィス孔を密に配置できる。  $N$  を小さくするには、同様のオリフィス孔の配置でもスラリー容器断面積を大きくすることにより容器断面  $10 \text{ cm}^2$  当たりに存在するオリフィス孔の平均個数を小さくすればよい。

30

## 【0016】

好ましい態様としては、直径  $1 \sim 30 \text{ cm}$  程度、より好ましくは直径  $3 \sim 10 \text{ cm}$  程度のノズルに孔を設け、該ノズルをオリフィスプレートに設置することで、該ノズルをオリフィス孔が最も密に配置されている箇所と擬制でき、  $N'$  、  $N$  の調整を容易に行うことができる。

40

## 【0017】

分散相をオリフィス孔を通して連続相に噴出させて均一な液滴を作製する装置としては、例えば図 1 の装置が考えられる。連続相 1 を満たしたスラリー容器 2 内に、オリフィスプレート 3 にあるオリフィス孔 4 を通して分散相 9 を噴出させる。噴出された分散相 9 は、液柱となった後、液滴 5 となり、容器内に溜まって液滴溜まり 6 となって、通路または出口 11 より他容器または外へ運ばれ、懸濁重合などの後の工程に供される。

## 【0018】

作製する液滴の粒径は、オリフィス孔径、分散相のオリフィス孔からの噴出速度、分散相の物性、さらには均一性を向上させるために用いる振動など、種々の因子によって決定されるが、代表的には  $0.05 \sim 5 \text{ mm}$  であることが好ましい。この範囲の液滴を作製するオリフィス孔径は、代表的には  $0.001 \sim 2 \text{ mm}$  が好ましい。

50

## 【0019】

オリフィス孔4から噴出される分散相の噴出特性は、分散相の密度を $\rho'$ 、粘度を $\mu'$ 、オリフィス孔から噴出させたときの噴流速度を $u$ 、オリフィス孔径を $D$ とした場合に、 $Re = uD/\mu'$ で表される無次元レイノルズ数によって規定される。オリフィス孔4から噴出される分散相は、均一な液滴を作製するために層流となる必要があることを考慮すると、レイノルズ数の大きさは10~2000になることが好ましい。

## 【0020】

本発明で用いられる分散相は、連続相に不溶のものであれば特に限定されず、重合性モノマーやその混合物を用いることができる。この重合性モノマーとしては公知のものが使用できるが、例えばスチレン、o-メチルスチレン、m-メチルスチレン、p-メチルスチレン、p-メトキシスチレン、p-フェニルスチレン、p-クロルスチレン、3,4-ジクロルスチレン、エチルスチレン、2,4-ジメチルスチレン、p-n-ブチルスチレン、p-tert-ブチルスチレン、p-n-ヘキシルスチレン、p-n-オクチルスチレン、p-n-ノニルスチレン、p-n-デシルスチレン等のスチレン及びその誘導体類、エチレン、プロピレン、ブチレン、イソブチレン等のエチレン性不飽和モノオレフィン類、ジビニルベンゼン、ジビニルトルエン、ジビニルキシレン、トリビニルベンゼン等のポリビニル芳香族化合物、塩化ビニル、塩化ビニリデン、臭化ブチル、フッ化ビニル等のハロゲン化エステル類、酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、安息香酸ビニル等のカルボン酸のビニルエステル類、メタクリル酸、メタクリル酸メチル、メタクリル酸エチル、メタクリル酸プロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸n-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸ラウリル、メタクリル酸ステアリル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸フェニル、メタクリル酸ジメチルアミノエチル、メタクリル酸ジメチルアミノメチル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸グリシジル、メタクリル酸ポリエチレングリコール、ジメタクリル酸エチレングリコール、ジメタクリル酸ジエチレングリコール、ジメタクリル酸ポリエチレングリコール、ジメタクリル酸1,3-ブチレングリコール、ジメタクリル酸グリセロール、トリメタクリル酸トリメチロールプロパン等のメタクリル酸及びその誘導体、アクリル酸、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸n-オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸ステアリル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸クロルエチル、アクリル酸フェニル、アクリル酸メトキシエチル、アクリル酸グリシジル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸ポリエチレングリコール、トリアクリル酸ペンタエリスリトール等のアクリル酸及びその誘導体、メタクリル酸アリル、アリルグリシジルエーテル、トリアリルイソシアヌレート、トリアリルシアヌレート等のアリル化合物類、ビニルメチルエーテル、ビニルエチルエーテル、ビニルイソブチルエーテル、ブタンジオールジビニルエーテル、ジエチレングリコールジビニルエーテル等のビニルエーテル類、ビニルメチルケトン、ビニルヘキシルケトン、ビニルイソプロペニルケトン等のビニルケトン類、N-ビニルピロール、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルビロリドン等のN-ビニル化合物、ビニルナフタリン類、アクリロニトリル、メタクリルニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、メチレンビスアクリルアミド、ヒドロキシエチルアクリルアミド、メチロールアクリルアミド等のアクリルアミドもしくはメタクリルアミド類等の重合性单量体が挙げられる。これらは単独あるいは組み合わせて使用することができる。

## 【0021】

さらに分散相は、重合性モノマーと、重合開始剤、非重合性液体、線状ポリマー、固体微粒子等との混合物であっても良い。

## 【0022】

例えば、重合性モノマーと必要に応じて非重合性液体、線状ポリマー、重合開始剤等の混合物を分散相に使用し、得られた液滴を重合することにより、ポリマービーズを得ることができる。この場合、重合性モノマーは架橋ポリマーを生成しうる重合性モノマーを少

10

20

30

40

50

なくとも 1 つ含むのが望ましく、例えば上記例示のものが使用できる。非重合性液体としては、連続相に不溶の液体であれば特に限定されず、例えばトルエン、キシレン、ベンゼン、ヘプタン、オクタン、ヘキサン、シクロヘキサン、酢酸エチル、酢酸ブチル、アルコール類、アセトン、水等を目的に応じて単独あるいは組み合わせて使用することができる。線状ポリマーについても特に制約はないが、例えば上記例示の重合性モノマー単位を含む線状ポリマーがあげられる。なお、分散相に固体微粒子が含まれる場合は、固体微粒子の粒子径は分散相が噴出させられるオリフィス孔より小さい必要がある。

#### 【 0 0 2 3 】

重合開始剤には公知のものを使用でき、また使用される重合性モノマーに応じて選ぶことが好ましい。例えば、ラウロイルパーオキサイド、過酸化ベンゾイル、t - ブチルパーオキシベンゾエート、イソブチル - t - ブチルパーオキシカーボネート、過安息香酸ブチル、1 , 1 - ビス ( t - ブチルパーオキシ ) 3 , 3 , 5 - トリメチルシクロヘキサンのような有機過酸化物や、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビスジメチルバレロニトリル、アゾビストリメチルペンタン、アゾビスシアノバレリアン酸などのアゾ化合物、過硫酸塩、過酸化水素、又はハイドロパーオキサイド等の水溶性ラジカル重合開始剤が使用でき、またこれらを併用しても何ら差し支えない。なお、重合開始剤は、分散相に直接混合しても良いし、別途溶液やスラリーとして連続相に加えても良い。

#### 【 0 0 2 4 】

連続相に用いる溶媒は特に限定されないが、例えば水や水溶液が経済的で環境負荷が小さく好ましい。また連続相には分散剤や塩類を含有させてもよい。分散剤は、懸濁重合で一般に使用されるものを用いることができ、例えば、ゼラチン、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、デンプン等の高分子分散剤、燐酸カルシウム、ハイドロキシアパタイト、ピロリン酸マグネシウム等の連続相に難溶な無機塩、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース等のセルロースエーテル類を用いることができる。また、分散剤として連続相に難溶な無機塩を用いる場合には、 - オレフィンスルホン酸ソーダ、ドデシルベンゼンスルホン酸ソーダ等のアニオン界面活性剤を併用するのが好ましい。

#### 【 0 0 2 5 】

より均一な液滴を作製する方法として、室 8 に加振装置を設置し、オリフィス孔から噴出する分散相に振動を与えてよい。分散相に与える振動数は、作製する液滴の粒径にもよるが、液滴の粒径が 0 . 0 5 ~ 5 m m の場合、1 0 0 ~ 1 0 0 0 0 H z が好ましい。

#### 【 0 0 2 6 】

本発明で得られた液滴は、連続相と共に通路または出口から排出され、懸濁重合等の後の工程に供される。例えば、分散相としてスチレンを用いた場合、液滴としてスチレンモノマーを含んだスラリーが得られ、これを重合缶へ移し、例えば、攪拌下 9 8 2 時間重合反応を行うことでスチレンビーズが得られる。

#### 【 実施例 】

#### 【 0 0 2 7 】

##### ( 実施例 1 )

実施例で用いた液滴生成装置を図 5 に示した。スラリー容器は円筒状で断面積 3 1 4 c m<sup>2</sup> ( 内径 2 0 c m ) のものを用いた。オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の 1 0 c m<sup>2</sup> 当たりに存在するオリフィス孔の数 N ' が 1 4 5 . 4 である直径 4 c m のノズル ( オリフィス孔の孔径 0 . 1 m m ) 2 つをオリフィスプレートに設置した。総オリフィス孔数は 2 9 6 であり、このとき、容器断面 1 0 c m<sup>2</sup> 当たりに存在するオリフィス孔の平均個数 N は 9 . 4 となり、N ' / N は 1 5 . 4 となった。

#### 【 0 0 2 8 】

スラリー容器に 1 9 . 5 L / 時のポリビニルアルコール水溶液 ( ポリビニルアルコール濃度は 3 2 0 p p m ) を供給しておき、分散相入口から 2 2 . 3 L / 時、レイノルズ数が 3 1 0 となる条件でスチレンを供給し、加振機で 1 9 9 0 H z の振動を与えて、粒径 2 6 0 μ m の均一な液滴を作製した。このとき、V × ( N ' / N ) = 0 . 1 4 となり、オリフ

10

20

30

40

50

イス孔から液滴溜まりまでの最短距離 ( $X_{NE}$ ) は 9 mm となって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突することはなかった。得られた液滴を攪拌下 2 時間、98% で重合反応を行って得られた粒子は、98% 以上の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られた。

(実施例 2)

スラリー容器を断面積 707 cm<sup>2</sup> (内径 30 cm) にした以外は、実施例 1 と同様の条件で、スチレンの液滴を作製した。容器断面 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の平均個数  $N$  は 4.2 となり。  $N' / N$  は 34.6、 $V \times (N' / N) = 0.32$  となった。

【0029】

オリフィス孔から液滴溜まりまでの最短距離 ( $X_{NE}$ ) は 94 mm となって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突することはなかった。得られた液滴を実施例と同様の条件で重合した結果、98% 以上の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られた。

(比較例 1)

総オリフィス孔数 296、孔径 0.1 mm のオリフィス孔を、直径 19 cm のオリフィスプレートに等間隔配置する以外は全て実施例 1 と同様の条件で、スチレンの液滴を作製する。オリフィス孔が最も密に配置されている箇所の 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の数  $N'$  は 9.4、容器断面 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の平均個数  $N$  は 10.4、 $N' / N$  は 0.9 であり、 $V \times (N' / N) = 0.0082$  となる。オリフィス孔から液滴溜まりまでの最短距離 ( $X_{NE}$ ) は、0 mm となって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前、或いは、なった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突する。得られた液滴を実施例と同様の条件で重合すると、概ね 70% の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られる。

(実施例 3)

実施例で用いた液滴生成装置を図 5 に示した。スラリー容器は円筒状で断面積 707 cm<sup>2</sup> (内径 30 cm) のものを用い、孔が 148 存在するオリフィス孔が最も密に配置されている箇所の 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の数  $N'$  が 145.4 である直径 4 cm のノズル (オリフィス孔の孔径 0.1 mm) 3 つをオリフィスプレートに設置した。総オリフィス孔数は 444 であり、このとき、容器断面 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の平均個数  $N$  は 6.3 となり、 $N' / N$  は 23.2 となった。

【0030】

スラリー容器に 29.3 L / 時のポリビニルアルコール水溶液 (ポリビニルアルコール濃度は 320 ppm) を供給しておき、分散相入口から 33.4 L / 時、レイノルズ数が 310 となる条件でスチレンを供給し、加振機で 1990 Hz の振動を与えて、粒径 2.60 μm の均一な液滴を作製した。このとき、 $V \times (N' / N) = 0.21$  となり、オリフィス孔から液滴溜まりまでの最短距離 ( $X_{NE}$ ) は 35 mm となって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突することはなかった。得られた液滴を攪拌下 2 時間、98% で重合反応を行って得られた粒子は、98% 以上の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られた。

(実施例 4)

総オリフィス孔数 542、孔が 271 存在するオリフィス孔が最も密に配置されている箇所の 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の数  $N'$  が 266.2 である直径 4 cm のノズル (オリフィス孔の孔径 0.1 mm) 2 つをオリフィスプレートに設置し、容器断面 10 cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の平均個数  $N$  を 7.7、 $N' / N$  を 34.6 とした以外は全て実施例 3 と同様の条件で、スチレンの液滴を作製した。このとき、 $V \times (N' / N) = 0.32$  となり、実施例 3 より液滴作製量が増えたにもかかわらず、オリフィス孔から液滴溜まりまでの最短距離 ( $X_{NE}$ ) は実施例 2 よりも大きい 82 mm となって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突することはなかった。得られた液滴を実施例と同様の条件で重合し

10

20

30

40

50

た結果、98%以上の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られた。

(比較例2)

スラリー容器の内径を14cm、断面積154cm<sup>2</sup>、容器断面10cm<sup>2</sup>当たりに存在するオリフィス孔の平均個数Nは28.8、N'/Nは5.04となること以外は全て実施例3と同様の条件で、スチレンの液滴を作製する。このとき、V × (N'/N) = 0.046となる。オリフィス孔から液滴溜まりの最短距離は0mmとなって、噴出孔から噴出された分散相が液滴になる前あるいはなった直後の不安定な液滴の状態で液滴溜まりと衝突する。得られた液滴を実施例と同様の条件で重合した結果、概ね80%の割合で均一なスチレンのポリマービーズが得られる。

【0031】

10

【表1】

	実施例1	実施例2	比較例1	実施例3	実施例4	比較例2
カラム内径(cm)	20	30	20	30	30	14
総オリフィス孔数	296	296	296	444	542	444
オリフィス配列	148Hノズル 2コ	148Hノズル 2コ	均等配置	148Hノズル 3コ	271Hノズル 2コ	148Hノズル 3コ
V(mm <sup>3</sup> )	0.0092	0.0092	0.0092	0.0092	0.0092	0.0092
N'	145.4	145.4	9.4	145.4	266.2	145.4
N	9.4	4.2	10.4	6.3	7.7	28.8
V(N'/N)	0.14	0.32	0.0083	0.21	0.32	0.046
X <sub>NE</sub> (mm)	9	94	0	35	82	0
収率(%)	98	98	70	98	98	80

以上の実施例より、V × (N'/N)が0.05以上であると、オリフィス孔から液滴溜まりの最短距離が大きくなり、良好な収率であることが判った。また、同じオリフィス孔数を同様に配置する場合、カラム内径が広い方が、同じ収率でもオリフィス孔から液滴溜まりの距離が大きくなる傾向があった(実施例1、2)。また、オリフィス孔の最密箇所の密度を大きくする(N'を大きくする)こと(実施例3、4)で、同じ収率でもオリフィス孔から液滴溜まりの距離が大きくなる傾向にあることが判った。

20

30

【図面の簡単な説明】

【0032】

【図1】液滴生成装置

【図2】オリフィスプレート上のオリフィス孔の配置の一例

【図3】オリフィスプレート上のオリフィス孔の配置の一例

【図4】オリフィスプレート上のオリフィス孔の配置の一例

【図5】実施例の液滴生成装置

【符号の説明】

【0033】

40

1 連続相

2 スラリー容器

3 オリフィスプレート

4 オリフィス孔

5 液滴

6 液滴溜まり

7 分散相入口

8 室

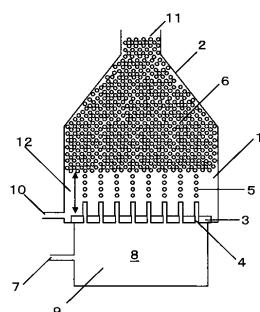
9 分散相

10 連続層入口

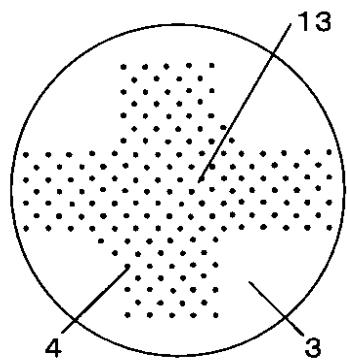
50

- 1 1 通路または出口  
 1 2 距離  
 1 3 オリフィス孔最密箇所  
 1 4 加振機  
 1 5 ノズル

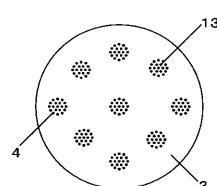
【図 1】



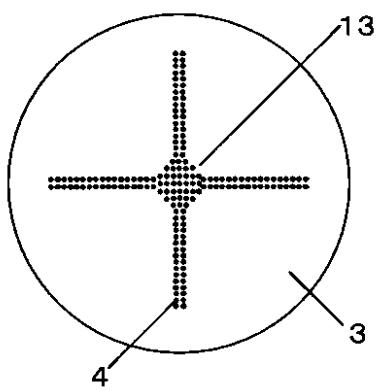
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【図5】

