

(19) 日本国特許庁(JP)

## (12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4227523号  
(P4227523)

(45) 発行日 平成21年2月18日(2009.2.18)

(24) 登録日 平成20年12月5日(2008.12.5)

(51) Int.Cl.	F 1
B 2 9 B 9/06 (2006.01)	B 2 9 B 9/06
B 2 9 K 23/00 (2006.01)	B 2 9 K 23:00
B 2 9 K 25/00 (2006.01)	B 2 9 K 25:00
B 2 9 K 33/04 (2006.01)	B 2 9 K 33:04
B 2 9 K 69/00 (2006.01)	B 2 9 K 69:00

請求項の数 17 (全 12 頁)

(21) 出願番号	特願2003-554401 (P2003-554401)
(86) (22) 出願日	平成14年12月5日 (2002.12.5)
(65) 公表番号	特表2005-512851 (P2005-512851A)
(43) 公表日	平成17年5月12日 (2005.5.12)
(86) 國際出願番号	PCT/EP2002/013788
(87) 國際公開番号	W02003/053651
(87) 國際公開日	平成15年7月3日 (2003.7.3)
審査請求日	平成17年1月31日 (2005.1.31)
(31) 優先権主張番号	M12001A002706
(32) 優先日	平成13年12月20日 (2001.12.20)
(33) 優先権主張国	イタリア (IT)

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

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】発泡性熱可塑性ポリマーの顆粒を製造するための方法および装置

## (57) 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

押出しによって発泡性熱可塑性ポリマーの顆粒を製造する方法であって：

i ) 単一または多重スクリューの押出し機の中で、ポリマーを融点よりも高い温度にする工程；

i i ) 溶融状態のポリマー中に、少なくとも一つの発泡剤を入れる工程；

i i i ) 得られたポリマーを、：

押出し機のヘッドに配置された円筒形のボディからなるダイであって、一連の押出し孔を備えた一連の小さいプレートを外表面に含み、また穿孔された前記小さいプレートに対応し且つこれに接続されて前記円筒形本体の内部に配置された、40 W/mKよりも高い熱伝導率を有する材料でライニングされた複数の溶融ポリマー供給ダクトを含むダイを通して押し出す工程；

i v ) 一組のスプレーノズルを具備したチャンバであって、前記スプレーノズルが前記ダイに対して噴霧およびスプレーされた温度調節液の液滴ジェットを形成し、該液滴ジェットが、切断された顆粒を冷却および除去するために使用されるチャンバと、

回転シャフトに緊密に束縛された切断プレートを具備した切断システムであって、前記切断プレートが一組のナイフを支持し、該ナイフの配置が当該切断システムに面した前記ダイの表面に関して放射状であるようになっている切断システムとにおいて、前記押し出されたポリマーを切断して顆粒化する工程；

v ) 得られた顆粒をガラス転移温度 (Tg) 以上の温度に加熱することによりアニールす

10

20

る工程であって、該アニールが、熱可塑性ポリマーのTg以上の温度に維持された管状リアクタの中で、少なくとも30分間行われる工程；

v i ) このアニールされた顆粒を室温に冷却する工程；  
を含むことを特徴とする方法。

**【請求項 2】**

押出し機に供給される熱可塑性ポリマーが、発泡剤を含有するポリマー組成物のガラス転移温度(Tg)または軟化点より少なくとも100 高い温度に加熱した後に、溶融状態にされる、請求項1に記載の方法。

**【請求項 3】**

熱可塑性ポリマーが、30質量%以下で、リサイクル生成物または以前の加工からの廃棄生成物からなる、請求項1または2に記載の方法。 10

**【請求項 4】**

使用される熱可塑性ポリマーが、ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリエステル、(メタ)アクリルポリマー、エンジニアリングポリマー、ビニル芳香族モノマーに由来するポリマー、および熱可塑性ゴムから選択される、請求項1～3の何れか1項に記載の方法。

**【請求項 5】**

C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>脂肪族炭化水素、フレオン、二酸化炭素、水から選択される発泡剤、またはこれら発泡剤の組合せが、1～10質量%の量で熱可塑性ポリマーに添加される、請求項1～4の何れか1項に記載の方法。 20

**【請求項 6】**

熱可塑性ポリマーが、前記発泡剤との弱い結合および強い結合の両方を形成できる添加剤を含む、請求項1～5の何れか1項に記載の方法。

**【請求項 7】**

切断チャンバが、0.11～10 MPaの圧力で動作する、請求項1～6の何れか1項に記載の方法。

**【請求項 8】**

熱可塑性ポリマーが、切断チャンバ内に存在するのと同じ圧力に維持された管状リアクタの中でアニールされる、請求項1～7の何れか1項に記載の方法。

**【請求項 9】**

任意に発泡性の熱可塑性ポリマーを熱顆粒化するための、請求項1～8のいずれか1項に記載の方法を実施するための装置であって：

a ) 単一または多重スクリューの押出し機；  
b ) 押出し機のヘッドに配置された円筒形の本体からなるダイであって、一連の押出し孔を備えた一連の小さいプレートを外表面に含み、また穿孔された前記小さいプレートに対応し且つこれに接続されて前記円筒形本体の内部に配置された、40 W/mKよりも高い熱伝導率を有する材料でライニングされた一連の溶融ポリマー供給ダクトを含むダイ；

c ) 一組のスプレーノズルを具備した切断チャンバであって、前記スプレーノズルが前記ダイに対して噴霧およびスプレーされた温度調節液の液滴ジェットを形成し、該液滴ジェットが、切断された顆粒を冷却および除去するために使用される切断チャンバ； 40

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

e ) 少なくとも30分の対流時間を保証するような長さを有する管状のアニールリアクタ；

とを含むことを特徴とする装置。

**【請求項 10】**

ダイのボディが、ポリマーの軟化点以上の温度に維持され及び温度調節される、請求項9に記載の装置。

**【請求項 11】**

10

20

30

40

50

溶融ポリマーの供給ダクトが、40 W/mKよりも高い熱伝導率を有する金属でライニングされる、請求項 9 又は 10 に記載の装置。

**【請求項 12】**

供給ダクトが、顆粒化されるべきポリマーを、孔の数が 1 以上である穿孔された小さいプレートを通して引抜く、請求項 9 ~ 11 の何れか 1 項に記載の装置。

**【請求項 13】**

孔が、0.2 mmよりも大きい直径を有する、請求項 12 に記載の装置。

**【請求項 14】**

押出し孔が、前記溶融ポリマーの各供給ダクトに対応させて、前記ダイ上に直接配置される、請求項 9 に記載の装置。

10

**【請求項 15】**

温度調節液が、任意に付着防止剤が添加される水、およびグリセリン、鉱油、またはシリコーン油から選択される、請求項 9 ~ 14 の何れか 1 項に記載の装置。

**【請求項 16】**

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

**【請求項 17】**

ナイフの数が 1 個以上であり、ダイに対して放射状である切断エッジを有する、請求項 9 ~ 16 の何れか 1 項に記載の装置。

**【発明の詳細な説明】**

20

**【発明の詳細な説明】**

**【0001】**

本発明は、発泡性熱可塑性ポリマーの顆粒を製造する方法、およびこの目的に適した装置に関する。

より詳細にいえば、本発明は、発泡性ビニル芳香族ポリマー顆粒の押出しによる製造方法、およびこの目的に適した装置に関する。

更に詳細には、本発明は、押出しによる発泡性ポリスチレン顆粒の製造方法、および関連の装置に関する。こうして得られた発泡性ポリスチレン顆粒は、配向も歪みもないで優れた品質を有しており、従って、均一な内部セル構造を備えた最終発泡製品の製造に特に適している。

30

**【0002】**

ポリスチレンのような熱可塑性ポリマーは、該ポリマーの中に発泡剤を入れ、続いて該発泡剤が気化される温度まで該ポリマーを加熱して、セル構造を形成させることにより発泡され得ることが知られている。

ポリスチレンについて、公知の発泡剤は、4 ~ 6 の炭素原子を含む液体炭化水素、ハロゲン化炭化水素（フレオン）、二酸化炭素または水からなっている。発泡剤の量は、一般に 2 ~ 10 質量 % である。

発泡性ポリマーは、通常はビーズまたは顆粒の形態で製造され、これは例えば水蒸気により供給される熱の作用によって最初に所望の密度まで予備発泡され、エージングの後、ブロックまたは最終製品を得るために、閉鎖されたモールドの中で焼結される。

40

**【0003】**

発泡性ビーズは、水性懸濁液中のバッチ重合プロセスによって得ることができる。このプロセスは良好な品質の製品を与えるが、次のような欠点がある：

- ・粒子サイズが極端に分散しているため、篩分けおよび最後のテール部分を廃棄することによって単一の画分を分離する必要がある；

- ・着色製品および / または充填剤もしくは核形成剤のような不均一な添加剤等を含む製品のような、特別な製品の製造における顕著な制限（これらの添加剤は組込むのが困難である可能性があり、または重合を阻害する可能性がある）；

- ・ポリマーマトリックス中に分散可能および / または可溶性でなければならない発泡剤の使用における更なる制限、または水性懸濁液中において重合できなければならぬモノ

50

マーの使用における更なる制限；

- ・残留スチレンモノマーを1000 ppm未満に低下させることの困難性；
- ・容易に放出できない著しい水の消費、および使用後の発泡ポリマーのリサイクルが不可能であることによる環境的問題。

また、発泡性の顆粒は、GB-A-1,062,307およびGB-A-1,234,639に記載されてるように、押出し機の中で可塑化されたポリマーの中に発泡剤を添加し、その後にダイの孔を通してポリマーを熱切断することによっても連続的に製造することができる。

この技術もまた、主に下記に列挙する欠点を有している：

- ・切削された顆粒は強く配向されており、応力を完全に除去することによって発泡製品を製造するのが困難になる；

10  
・顆粒が正確に冷却されなければ、それは微小発泡を受け、最終製品の品質に影響する可能性がある；

・装置の機能性、ポリマー剤の密度および発泡剤の流速における小さな変動の結果として、押出し機の流速が変化する可能性がある点で、この切削システムは不規則な顆粒を与える。

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

#### 【0004】

本発明の目的は、上記で述べた欠点を克服し、従って、非常に限定された寸法を有し且つ優れた品質および均一性をもった顆粒を供給する、任意に発泡性の熱可塑性ポリマーを製造するための方法を提供することである。より詳細に言えば、これら顆粒は配向も歪みも有しておらず、関連の発泡製品のセル構造は均一である。

#### 【0005】

出願人は、下記を含む、押し出しによって発泡性熱可塑性ポリマーの顆粒を製造する方法を用いて、上記目的を達成することが可能であることを見出した：

i ) 単一または多重スクリューの押し出し機の中で、熱可塑性ポリマーを融点よりも高い温度にする工程；

i i ) 溶融状態のポリマー中に、少なくとも一つの発泡剤を入れる工程；

i i i ) このようにして得られたポリマーを、以下を含む熱可塑性ポリマーの熱顆粒化用装置の中で顆粒化する工程：

・押し出し機のヘッドに配置された円筒形の本体からなるダイであって、一連の押し出し孔を備えた一連の小さいプレートを外表面に含み、また穿孔された前記小プレートに対応し且つこれに接続されて前記円筒形本体の内部に配置された、高熱伝導率を有する材料でライニングされた複数の溶融ポリマー供給ダクトを含むダイ；

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

・回転シャフトに緊密に束縛された切削プレートを具備した切削システムであって、前記切削プレートが一組のナイフを支持し、該ナイフの切削プロファイルが当該切削システムに面した前記ダイの表面に関して半径方向であるようになっている切削システム；

i v ) このようにして得られた顆粒をガラス転移温度 ( $T_g$ ) 以上の温度に加熱することによりアニールする工程；

v ) このアニールされた顆粒を室温に冷却する工程。

#### 【0006】

本発明によれば、前記ポリマーは押し出し機、例えば供給ホッパおよび発泡剤の注入点を備えた単一もしくは双発スクリューの押し出し機に供給され、発泡剤を含有するポリマー組成物のガラス転移点 ( $T_g$ ) または軟化点より少なくとも50 高い温度、例えば100 ~ 200

まで加熱された後に溶融状態にされる。上記ポリマーは、少なくとも部分的に、例えば

10

20

30

40

50

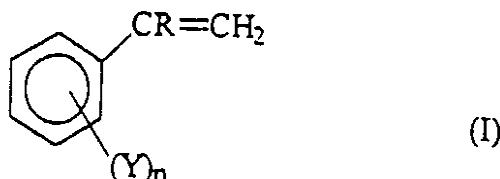
30質量%以下の、リサイクル製品または以前の加工からの廃棄物からなることができる。

如何なる熱可塑性ポリマーも、本発明の目的である方法において使用することができる。典型的な例は、ポリオレフィン、ポリカーボネートおよびポリエステルのような縮合(共)重合体、(メタ)アクリルポリマー、エンジニアリングポリマー、熱可塑性ゴム、およびビニル芳香族モノマーに由来するポリマーである。

#### 【0007】

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

#### 【化1】



10

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

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

20

一般式(I)を有するビニル芳香族モノマーは、単独で、または50質量%以下の他の共重合可能なモノマーとの混合物として使用することができる。これらモノマーの例は、(メタ)アクリル酸；アクリル酸メチル、メタアクリル酸メチル、アクリル酸エチル、メタアクリル酸エチル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸ブチルのような(メタ)アクリル酸のC<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>アルキルエステル；アクリルアミド、メタクリルアミド、アクリロニトリル、メタクリロニトリルのような(メタ)アクリル酸のアミドおよびニトリル；ブタジエン、エチレン、ジビニルベンゼン、無水マレイン酸等である。好ましい共重合可能なモノマーは、アクリロニトリルおよびメタクリル酸メチルである。

30

#### 【0008】

本発明の装置を用いて顆粒化できる熱可塑性ポリマーの典型的な例は、ポリスチレン(PS)、高衝撃ポリスチレン(HIPS)、ポリエチレン(PE)、ポリプロピレン、関連のPS/PEアロイ、SAN、ABS、ポリメチルメタクリレート、ポリフェニレンエーテル(PPO)のようなポリエーテル、ビスフェノールA由來のポリカーボネート、関連のアロイ、スチレン-ブタジエン共重合体、および一般にはスチレンを含む熱可塑性ゴムである。

C<sub>3</sub>-C<sub>6</sub>脂肪族炭化水素、フレオン、二酸化炭素、水から選択される発泡剤またはこれら発泡剤の組合せが、1~10質量%の量で上記ポリマーに添加される。これらの発泡剤は、押出し機の中で直接、またはスタックミキサーの中で前記ポリマーの中に組込むことができる。

40

特別な場合、例えば発泡剤がCO<sub>2</sub>であるときは、その保持を容易にするために、当該ポリマーは該発泡剤との結合、即ち、弱い結合(例えば水素結合)および強い結合(例えば酸-塩基アダクトによる)の両方を形成できる添加剤を組込むことができる。これら添加剤の例は、メチルアルコール、イソプロピルアルコール、フタル酸ジオクチル、および炭酸ジメチルである。

#### 【0009】

基本のポリマーもまた、従来の顆粒化方法において普通に使用される一定の更なる添加剤、例えば、色素、安定剤、核形成剤、衝撃抵抗剤、不活性の鉱物質補強充填剤(例えば短纖維、マイカ、タルク、シリカ、アルミナ等)、または無熱材料の充填剤(例えばグラ

50

ファイト、カーボンブラック、二酸化チタン)を含有してもよい。

顆粒化段階において、顆粒が予め発泡してしまう危険を排除するために、切断チャンバは好ましくは加圧下に置かれる。一般的には、0.11~10 MPaの圧力が採用される。この圧力は、その後のアニール工程においても維持される。

顆粒化の終了時に、ポリマーは管状リアクタの中でアニールされる。特に、切断チャンバの底に回収された顆粒はサーモスタッフ調節液と共に放出され、更に水またはもう一つのサーモスタッフ液が添加されて、少なくとも一つの管状リアクタを含むアニール区画へと送られる。この管状リアクタの内部ではTg以上の温度が維持され、顆粒は少なくとも30分間、一般には30~600分の間この温度に維持される。

#### 【0010】

10

アニール期間の終了時に、顆粒は徐々に室温に冷却しながら大気圧下に移され、濾過され、乾燥され、篩分けされ、最終的に保存される。

本発明の更なる目的は、押出し機およびアニールリアクタを備えた、上記段落(iii)に記載した顆粒化装置に関する。

この顆粒化装置において、前記ダイは、溶融状態にあるポリマーの高い流速を保証することができ、またダクトの中心におけるポリマーの冷却を回避するために、均一な熱流をダクトの自由端に運ぶことができる。これは、押出し機の均一な流速を保証し、結果的に顆粒の均一なサイズを保証する。

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

#### 【0011】

20

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

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

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

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

#### 【0012】

30

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

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

上記サーモスタッフ調節液は、例えば、ダイに対して直角および/または接線位置に配

40

50

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

#### 【0013】

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

切断システムは、本質的に、その上に2以上のナイフが固定されたプレートからなっている。該ナイフの数および寸法は、ダイのダクトの数および寸法、または顆粒化すべきポリマーの種類（即ち、それが高粘度もしくは低粘度のいずれのポリマーであるか）に関連して変化することができる。一般には、1個以上、好ましくは2～40個のナイフ数が用いられる。

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

#### 【0014】

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

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

#### 【0015】

本発明の目的である、発泡性の熱可塑性樹脂を熱顆粒化するための方法および装置は、本発明の例示的かつ非限定的実施例を示した添付の図面を参照することによって、更に良く理解され得るであろう。

図1を参照すると、ポリスチレン顆粒は、ポリスチレンの熱可塑化および加圧下での該ポリマーの押出しヘッドまたはダイ（111）への搬送のために、ホッパ（1）を通して既知の型のスクリュー押出し機（2）へと供給される。

発泡剤が、ポンプ（5）により注入ライン（4）を通して押出し機（2）に供給される。押出し機（2）の最後の部分は、ポリスチレン中の発泡剤の完全な分布を保証するための必要な混合のために適切な形状で形成される。

この発泡剤を含有するポリマーは、ダイ（111）の孔を通して押出され、ナイフ（215）によって切断される。

顆粒に切断されたポリマーは、ダイを取囲む切断チャンバ（118）に導入され、その中では水および付着防止添加剤が、0.2 MPaを越える圧力およびポリマーのTgからTg + 20の温度でスプレーされる。

#### 【0016】

熱交換器（9）が、チャンバ（118）に導入される水を必要な温度に維持する一方、特別の装置（10）が、ダイ（111）に対するナイフ（215）の一定の圧力を維持する。

顆粒は、水流によって集積タワー（11）の上方部分に輸送され、続いて管状のアニールリアクタ（12）へと搬送される。過剰の水は、ポンプ（14）によって集積タワーのフィルタ（13）を通過して熱交換器（9）に達し、次いで切断チャンバ（118）へと循環される。

10

20

30

40

50

ポリスチレンは、集積タワーおよび管状リアクタ(12)の両方の中で0.2 MPaを越える圧力に維持され、また管状リアクタ(12)の中の温度は、生成物のTg以上に維持される。

サーモスタッフ調節される管状リアクタ(12)は、パイプの直径および少なくとも30分であるべき滞留時間に依存して、種々のメートルの長さを有するパイプからなっている。

次いで、顆粒および水は遠心分離機(15)に導入される前に、水流中に放出されることによって冷却される。この水流中への放出は、運転中の圧力降下により圧力が0.2 MPaから0.1 MPa(大気の値)へと低下するように、長さ数メートルのパイプ(20)の中で起きる。

ポンプ(17)によって送給される冷却水の流速は、30~35 の一定温度が維持されるよう 10 に、弁(16)によって調節される。

次いで、ポリマーは水から分離され、遠心分離機(15)によって乾燥される。水は濾過されて全ての可能な顆粒を除去され、ポンプ(18)によって切断チャンバ(118)へと循環される。乾燥された顆粒は保存容器(19)の中に回収され、後続の仕上げプロセス(例えばコーティング剤の付着)に送られる。

#### 【0017】

残りの図2~図4は、顆粒化装置を詳細に図示している。特に、図2は、円筒形のボディ(2)から実質的になるダイ(111)の平坦な断面を示す概略図を表しており、その中には、溶融ポリマー(115)を供給するための、高熱伝導率を有する材料(114)でライニングされたダクト(113)が存在する。ダクト(113)は、穿孔された小さなプレート(116)を通じて外側に伸びている。 20

電気抵抗(117)は、ダイの円筒形ボディを正しい温度に下に維持する。

図3は、対応する切断システム(119)に関連した切断チャンバ(118)の平坦な断面の概略図を表している。この切断チャンバは、ダイ(111)に合致する容器(210)から実質的になっており、該容器には出口(211)が設けられ、そこからはサーモスタッフ調節された液体と混合された顆粒の混合物(212)が回収される。切断システムは、ダイ(111)に面し、回転シャフト(214)に緊密に固定されたブレードホルダディスク(213)を備えている。ダイ(111)に対して放射状に配置されたステップ状の切断エッジ(216)を備えたナイフ(215)が、ブレードホルダディスクに束縛されている。容器(210)の背面に束縛された水圧ノズル(217)は、ブレードホルダディスクの背後に配置されており、これは図示されていない高圧ポンプによって供給され、サーモスタッフ調節された液体を噴霧して、それを液滴または微小液滴の形態でダイに吹き付ける。 30

#### 【0018】

図4は、ブレードホルダディスク(213)の背面部分の概略図を示しており、その上には、例示のためだけであるが、放射状にエッジが配置された8個のナイフ(215)が配置されている。

以下、本発明を更に良く理解するため、およびその具体化のための、例示的な非限定的実施例を記載する。

#### 【0019】

##### 例1

図1を参照する。8 g / 0 . 254 m (8 g/10') のMFI (200 / 5 kgで) を有するポリスチレンを、ホッパ(1)を通して押出し機(2)に供給する。n-ペンタン/i-ペンタンの質量比70/30の混合物を、約6質量%の量で、ポンプ(5)およびライン(4)によって溶融ポリマーに添加する。 40

この発泡性ポリマーを、銅でライニングされた0.5 mmの直径を有するダクトを備えたダイ(111)を通して約170 で押し出し、ナイフ(215)によって切断する。分布の非常に狭い(その98%が0.9~1.1 mm)平均直径1 mmの球形状の顆粒が得られる。

ダイ(111)は切断チャンバの中に伸びており、該チャンバの中では水が0.3 MPaおよび60 の温度で噴霧され、該チャンバ自身の中でミストを形成する。

次いで、顆粒は集積タワー(11)の中に回収され、管状リアクタ(12)へと送られ、その中では、全体の装置内に0.3 MPaの圧力を維持しながら、60 で120'アニールされる。 50

その後、これらの顆粒は、20 の水を用いて長さ30mのパイプ(20)の中に搬送される。パイプの長さに沿った圧力降下のために、圧力は0.3から0.1 MPaへと減少する。

#### 【0020】

次いで、最終製品は遠心分離機(15)へと送られて、水を除去され、容器(19)の中に回収される。

その後、0.2質量%のステアリン酸モノジグリセリルおよび0.1%のステアリン酸亜鉛の混合物を顆粒に添加し、次いで、顆粒は100 の蒸気と1、2、3分間接触させることにより発泡される。夫々のサンプルの密度が表1に示されている。

15 g/Lで発泡されたビーズは均一なセル構造を有しており、そのセルは閉じており且つ約60 μmの直径を有する。次いで、この発泡されたビーズを、0.04MPaの蒸気圧で24時間エージングした後、1000 × 1080 × 600 mmの寸法を有するブロックの中でモールドして、冷却時間、収縮、融合(その結果を表2に示す)および23 での熱伝導率(密度14 g/Lにおいて30 mW/mk)を評価した。発泡ビーズの一部を再度発泡させると、密度は7.8 g/Lにまで更に減少した。

#### 【0021】

##### 例2(比較例)

切断チャンバの中で水を0.1 MPaで噴霧する点では異なるが、実施例1と同じ方法を用いる。得られる顆粒は部分的に発泡される。

##### 例3(比較例)

顆粒を冷却のために切断チャンバからパイプ(20)へと直接通過させ、例1と同じ方法を用いる。15 g/Lで発泡させると、得られる顆粒は不均一なセル構造を有し、セルの外部コロナは約60 μmの直径を有し、セルが大きい内部は60 ~ 150 μmの直径を有する。

##### 例4

0.2 μmの直径を有する1質量%の二酸化チタンをポリスチレンに添加して、例1と同じ方法を用いる。発泡されたビーズは、直径約55 μmの均一なセル構造を有する。熱伝導率は36.7 mW/mk(密度14 g/L)である。

#### 【0022】

##### 例5

33%のアクリロニトリル含量および20 g / 0 . 254 m (20 g/10') のMFI (220 / 10 kg)を有するスチレン-アクリロニトリル共重合体を供給して、例1と同じ方法を用いる。

ポンプ(5)およびライン(4)により、液体二酸化炭素を約6質量%の量で溶融ポリマーに添加する。例1とは異なり、切断チャンバは8 MPaの圧力を維持する。

集積タワーおよび管状リアクタの両者において、2 MPaの圧力を維持する。

得られた顆粒の発泡は、103 の蒸気を用いて行う。

##### 例6

ポンプ(5)およびライン(4)によって、6質量%量の液体二酸化炭素および2質量%量のイソプロピルアルコールを添加し、例5と同じ方法を用いる。得られた顆粒の発泡は、103 の蒸気を用いて行う。

#### 【0023】

表1

10

20

30

40

	気化時間 (分)	密度 (g/L)
例 1	1	20.5
	2	17.2
	3	15.5
例 4	1	19.5
	2	15.6
	3	14.2
例 5	1	75
	2	24
	3	18
例 6	1	60
	2	20
	3	15

10

## 【 0 0 2 4 】

表 2

例 1		
密度 (g/L)	16.5	7.8
冷却時間	30'	2' 3"
収縮 (mm)	-7	-5
融合	15	20
例 4		
密度 (g/L)	15	8.3
冷却時間	25'	2' 3"
収縮 (mm)	-2	-3
融合	85	35

20

## 【 図面の簡単な説明 】

## 【 0 0 2 5 】

30

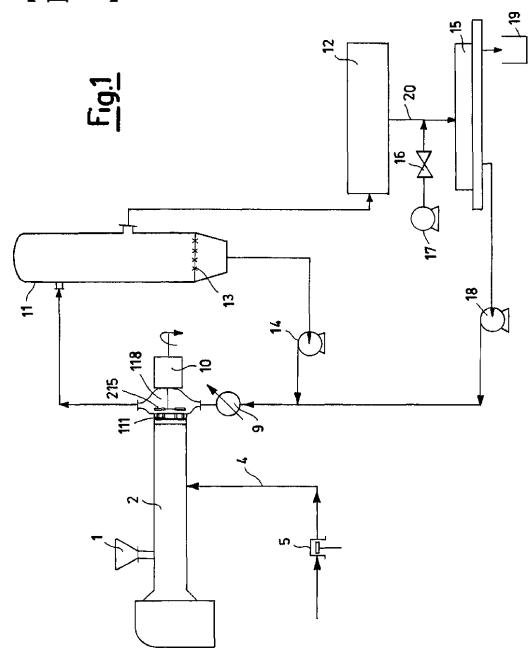
【 図 1 】図 1 はポリスチレンのようなポリマーの顆粒化サイクルのブロック図を表している。

【 図 2 】図 2 は、ダイの平坦な断面を示す概略図である。

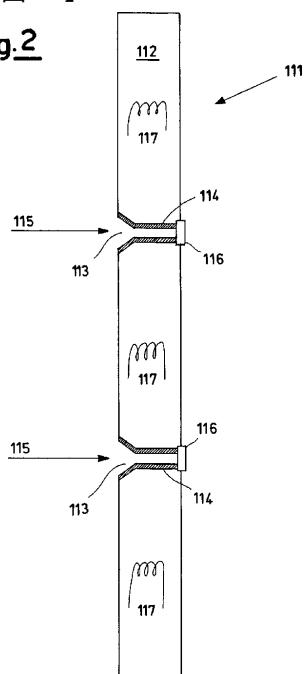
【 図 3 】図 2 は、切断チャンバの平坦な断面の概略図である。

【 図 4 】図 4 は、ブレードホルダディスクの背面部分の概略図である。

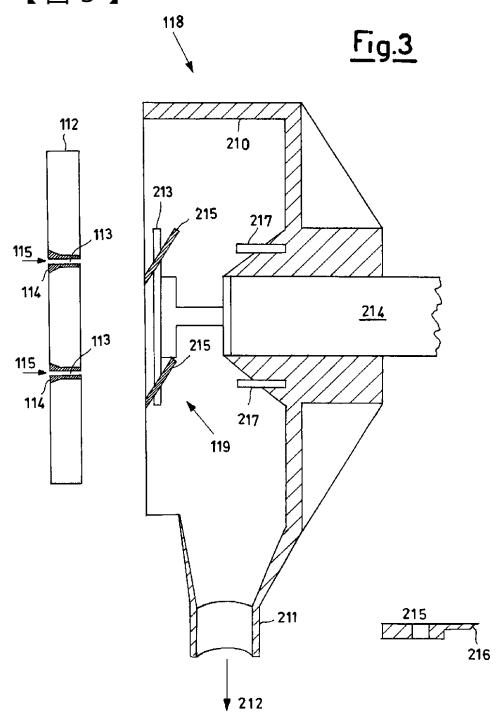
【図1】



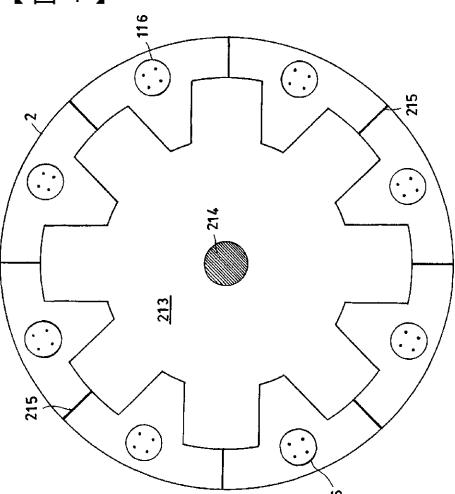
【図2】



【図3】



【図4】



---

フロントページの続き

(74)代理人 100093300  
弁理士 浅井 賢治

(74)代理人 100114007  
弁理士 平山 孝二

(72)発明者 カサリーニ アレッサンドロ  
イタリア イ - 4 6 1 0 0 マントーヴァ ヴィアレ ヘルマダ 10

審査官 細井 龍史

(56)参考文献 特開平11-300739(JP, A)  
特開昭57-123016(JP, A)  
実開平03-055211(JP, U)  
特公平05-059138(JP, B2)  
特公平05-083363(JP, B2)  
実公平06-001368(JP, Y2)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)  
B29B 9/00-9/16