

【書類名】明細書

【発明の名称】熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法

【技術分野】

【0001】

本発明は、熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

太さ及び長さ共に数mm程度の熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造する一つの方法として、熔融状態の熱可塑性樹脂組成物を、押出機末端のダイ部に接合したダイプレートのオリフィス（孔出口）から、複数のストランドとして排出し、この熔融ストランドを冷却装置を用いて冷却し、ペレタイザーにて切断する方法が、一般的によく知られている。

【0003】

ここで、通常のダイプレートを用いた場合には、ダイプレートのオリフィスに、メヤニとも称される熔融した樹脂組成物の塊が発生し、ストランドの調製が不安定になるという問題がある。

【0004】

この問題を解決する技術として、ダイプレートのオリフィスにガスを吹き付けて、メヤニを除外する技術が提案されている（特許文献1参照）。また、排出されるストランドの全てを安定化させる方法として、ダイプレートのオリフィスの数を30以上としつつ、ダイプレートの両端に位置するオリフィスの長さを、ダイプレート中心に位置するオリフィスの長さよりも小さくする技術も提案されている（特許文献2参照）。さらに、特許文献3には、ダイス部のオリフィスの長さ（ランド長）を20mm未満とし、ダイス部のせん断速度を600～900 s⁻¹とする技術が開示されている。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0005】

【特許文献1】特開2014-000320号公報

【特許文献2】特開2006-001015号公報

【特許文献3】特開2015-217552号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、上述した従来の技術には、以下の問題があった。

即ち、特許文献1の技術は、メヤニの発生そのものを防止するものではなく、メヤニにガスを吹き付けて物理的にメヤニを除外するものであり、メヤニの発生量を抑制することはできていない。また、この技術では、押出量を上げていったときに樹脂温度の上昇を抑えることができず、メヤニの発生量が増えるという課題があった。

さらに、特許文献2の技術では、ダイプレート両端のオリフィスをダイプレート中心のオリフィスよりも短くすることで、ストランドを安定させているが、実施例に記載されているオリフィス径、オリフィス長さ、押出量では、メヤニの発生を抑制することができず、前述の通り、押出量を増加させた場合にメヤニの発生量が増えるという課題があった。

そして、特許文献3では、実施例の記載より、ダイス部のオリフィスのせん断速度が 1000 s^{-1} であり、(なお、オリフィス径は 3.6 mm 、1穴当たりの流量は 18 kg/h であり、)樹脂組成物のオリフィスでの滞留時間が長くなるため、ペレットの生産性が下がるうえに、メヤニの発生量も増える傾向にある。

【0007】

上述のとおり、ダイプレートのオリフィスの出口でのメヤニの発生量を抑え、ダイ部のオリフィスの出口から排出されるストランドを安定させ、ペレットの生産性を高め、良品のペレットの収率を上げることが可能な技術が求められていた。

【0008】

本発明の目的は、オリフィスの開口部でのメヤニの発生を抑制して、良質な熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造することにある。

【課題を解決するための手段】

【0009】

本発明者は、上記課題を有利に解決するため鋭意検討を重ねた結果、ダイプレートのオリフィスを所定の態様としつつ、その開口部における樹脂の滞留時間を適正化することで、オリフィスの開口部でのメヤニの発生の効果的な抑制を図り、また、ストランドを安定して調製し、良質な熱可塑性樹脂組成物ペレットを良好な収率で得ることができることを見出し、本発明を完成させた。

【0010】

本発明の要旨は以下の通りである。

〔1〕 内径 D が $3.2\sim 8\text{ mm}$ 、長さ L が内径 D の $0.3\sim 2.0$ 倍である複数個のオリフィスを有するダイプレートが装着された押出機を用い、熔融混練して熱可塑性樹脂組成物を得るとともに、前記熱可塑性樹脂組成物の前記オリフィスでの平均滞留時間 T を $1\sim 20$ ミリ秒として、熱可塑性樹脂組成物ストランドを得る工程と、

前記熱可塑性樹脂組成物ストランドをペレタイズして、熱可塑性樹脂組成物ペレットを得る工程と、

を有することを特徴とする、熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

〔2〕 前記複数個のオリフィスのうち前記ダイプレートの幅方向の最外端に位置する前記オリフィスの長さ L_o が、前記複数個のオリフィスのうち前記ダイプレートの幅方向の中心に最近接して位置する前記オリフィスの長さ L_c の $0.5\sim 0.8$ 倍である、〔1〕に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

〔3〕 前記複数個のオリフィスのうち前記ダイプレートの幅方向の最外端に位置する前記オリフィスの内径 D_o が、前記複数個のオリフィスのうち前記ダイプレートの幅方向の中心に最近接して位置する前記オリフィスの内径 D_c の $1.05\sim 1.3$ 倍である、〔1〕又は〔2〕に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

〔4〕 前記ダイプレートの前記オリフィスが開口する面及び前記オリフィスの内面の少なくとも一部の表面硬度が $800\sim 5000$ である、〔1〕～〔3〕のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

〔5〕 前記押出機の下流側に、冷却装置、ペレタイザー、脱水装置、ペレット冷却機、ペレット選別機、外潤剤添加装置、ペレット搬送装置、金属選別機、異物選別機、切粉分離機、中間タンク、製品タンク、金属探知機、乾燥空気発生装置及び脱水装置からなる群か

ら選ばれる少なくとも1つをさらに用いる、[1]～[4]のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[6] 前記冷却装置が、冷却水が貯められた槽である、[5]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[7] 前記冷却装置が、その延在方向と水平面とのなす傾斜角度を $30\sim85^\circ$ とし、その一端から他端に向かって冷却水が流された流路である、[5]に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

[8] 前記流路の少なくとも1箇所において、冷却水を吹き付ける、[7]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[9] 前記中間タンク及び／又は前記製品タンクが、前記熱可塑性樹脂組成物ペレットを均質に混合するためのペレット混合装置を備える、[5]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[10] 前記熱可塑性樹脂組成物ペレットの少なくとも95%が、外径 $2\sim4\text{ mm}$ 、長さ $2\sim4\text{ mm}$ となる、[1]～[9]のいずれかに記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

[11] 前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート、ポリオレフィン系樹脂、ポリオキシメチレン、及びポリフェニレンサルファイドからなる群から選ばれる少なくとも1種の熱可塑性樹脂を含む、[1]～[10]のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[12] 前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリフェニレンエーテル系樹脂と、その他の熱可塑性樹脂とを含む、[1]～[11]のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[13] 前記その他の熱可塑性樹脂が、ポリアミド系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、及びポリフェニレンサルファイドからなる群から選ばれる少なくとも1種の熱可塑性樹脂である、[12]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[14] 前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリフェニレンエーテル系樹脂20～98質量部と、ポリスチレン系樹脂2～80質量部とを含む熱可塑性樹脂と、前記ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリスチレン系樹脂との合計100質量部に対して0～50質量部の難燃剤とを含む、[12]又は[13]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[15] 前記ポリフェニレンエーテル系樹脂を圧縮粉碎して、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂を得る工程をさらに含み、

前記熱可塑性樹脂組成物が、前記圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂と、前記その他の熱可塑性樹脂とを溶融混練して得られる、[12]～[14]のいずれかに記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

[16] 前記圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂は、平均粒径が $1000\sim3000\text{ }\mu\text{ m}$ であり、粒径が $106\text{ }\mu\text{ m}$ 以下の割合が20質量%以下である、[15]に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、オリフィスの開口部でのメカニの発生を抑制して、良質な熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0012】

【図1】本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の概要について示す図である。

【図2】本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の一例において用いられる押出機に装着されるダイ部について示す図である。

【図3】本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の別の例において用いられる押出機に装着されるダイ部について示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0013】

以下、本発明を実施するための形態（以下、単に「本実施形態」という。）について、必要に応じて図面を参照しつつ詳細に説明する。以下の本実施形態は、本発明を説明するための例示であり、本発明を以下の内容に限定する趣旨ではない。そして、本発明は、その要旨の範囲内で適宜変形して実施することができる。

【0014】

なお、図面中、上下左右等の位置関係は、特に断りのない限り、図面に示す位置関係に基づくものとする。また、図面中、同一要素又は同一機能を有する要素には同一符号を用いることとし、重複する説明は省略する。本実施形態の寸法比率は図示の寸法比率に限られるものではない。

【0015】

（熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法）

本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法は、内径 D が3.2～8mm、長さ L が内径 D の0.3～2.0倍である複数個のオリフィスを有するダイプレートが装着された押出機を用いることを肝要とする。

また、本実施形態の製造方法においては、上記ダイプレートが装着された押出機以外に、押出機の下流側に、冷却装置、ペレタイザー、脱水装置、ペレット冷却機、ペレット選別機、外潤滑添加装置、ペレット搬送装置、金属選別機、異物選別機、切粉分離機、中間タンク、製品タンク、金属探知機、乾燥空気発生装置及び脱水装置から選ばれる少なくとも1つをさらに用いてもよい。

【0016】

そして、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法は、上記押出機を用い、溶融混練して熱可塑性樹脂組成物を得るとともに、当該熱可塑性樹脂組成物のオリフィスでの平均滞留時間 T を1～20ミリ秒として、熱可塑性樹脂組成物ストランドを得る工程（溶融混練工程）を有することを肝要とする。

本実施形態の製造方法では、続いて、熱可塑性樹脂組成物ストランドをペレタイズして、熱可塑性樹脂組成物ペレットを得る工程（ペレタイズ工程）を有することを肝要とする。なお、熱可塑性樹脂組成物ストランドは、ペレタイズの前に、冷却装置を用いて冷却してもよい。また、ペレタイズでは、適度に冷却された熱可塑性樹脂組成物ストランドをペレタイザーで適当な長さにカッティングする等して、円柱形状の熱可塑性樹脂組成物ペレットを得てもよい。

【0017】

本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法によれば、ダイプレートのオリフ

イスの開口部における樹脂組成物の温度を低減することができ、オリフィスの開口部でのメヤニの発生を抑制することができるとともに、熱可塑性樹脂組成物ストランドを安定して調製し、熱可塑性樹脂組成物ペレットを高い良品率で得ることも可能となる。

【0018】

以下、上記ダイプレートが装着された押出機、さらには、押出機の下流側に、冷却装置、ペレタイザー、(脱水装置)、ペレット冷却機、ペレット選別機、外潤剤添加装置、ペレット搬送装置、金属選別機、異物選別機、切粉分離機、中間タンク、製品タンク、金属探知機、乾燥空気発生装置、脱水装置を、この順に用いる、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の一例について詳述する。

【0019】

図1に、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の概要について示す。図1(A)は、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の一例の概要について示す図であり、図1(B)は、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の別の例の概要について示す図であり、図1(C)は、図1(B)に示す冷却装置を拡大して示す斜視図である(図1(C)中、一点鎖線の部分は省略を意味する。)

【0020】

本実施形態の製造方法の一例では、まず、熱可塑性樹脂組成物(組成については後述)を、押出機1を用いて熔融混練することにより得る。熔融混練の条件は、目的や用途に応じて、適宜定めてよい。

【0021】

押出機1としては、特に限定されることなく、例えば、単軸押出機、二軸押出機等の多軸押出機等が挙げられる。単軸押出機としては、例えば、スクリュウ軸が前後に駆動しながら回転する、ブッス社製の単軸押出機(コニーダシリーズ)等が挙げられ、多軸押出機としては、例えば、異方向回転二軸押出機、同方向回転二軸押出機(例えば、コペリオン社製のZSKシリーズ、東芝機械社製のTEMシリーズ、日本製鋼所社製のTEXシリーズ)等が挙げられる。押出機1としては、高トルクの押出機、例えば、コペリオン社製のMcシリーズ、McPlusシリーズ、Mc18シリーズ、東芝機械社製のSSシリーズ、SXシリーズ、日本製鋼所社製の α 2シリーズ、 α 3シリーズが好ましい。

押出機1の規格や大きさは、特に限定されないが、バレル内径(直径)40~300mmであることが好ましく、バレル有効長はバレル内径の10~60倍であることが好ましい。

押出機1のバレル構成としては、特に限定されることなく、複数のバレルを含み、所望のバレルにおいて、固体搬送ゾーン、溶融体搬送ゾーン、混練ゾーン等を形成するものとしてよく、所望のバレルに、真空ベントや大気ベント等のベントを設けてもよく、トップフィーダー、サイドフィーダー、液状添加装置を設けてもよい。各ゾーンの長さとしては、押出機長さ(バレル有効長)を100%とした場合、固体搬送ゾーンの長さは、10~30%であり、溶融体搬送ゾーンの長さは、30~85%であり、混練ゾーンの長さは、5~40%としてよい。

バレルに使用するスクリュウエレメントとしては、例えば、2条又は3条のニーディングブロック(右廻り、左廻り、ニュートラル、逆送り)、2条又は3条のフライトスクリュウ(右廻り、左廻り)、1条、2条又は3条の切り欠きスクリュウやカットスクリュウ、バ

リスターリング等が挙げられ、これらを適宜組み合わせて用いてよい。

押出量としては、特に限定されないが、例えば、58mmΦ二軸押出機では、300～1500kg/hとしてよく、スクリーンの回転数としては、300～1500rpmとしてよい。

【0022】

押出機1を用いた熔融混練工程では、必要に応じて、熱可塑性樹脂以外に、難燃剤、粉体フィラー、繊維状フィラー、各種添加剤などをさらに用いることができる。

【0023】

難燃剤としては、具体的には、リン酸エステル化合物、リン酸縮合エステル等のリン系難燃剤が挙げられる。リン系難燃剤としては、例えば、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリキシレニルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、2-エチルヘキシルジフェニルホスフェート、tert-ブチルフェニルジフェニルホスフェート、ビスー(tert-ブチルフェニル)フェニルホスフェート、トリスー(tert-ブチルフェニル)ホスフェート、イソプロピルフェニルジフェニルホスフェート、ビスー(イソプロピルフェニル)ジフェニルホスフェート、トリスー(イソプロピルフェニル)ホスフェート等の芳香族リン酸エステル類；レゾルシノールビスージフェニルホスフェート(RDP)、レゾルシノールビスーキシレニルホスフェート、ビスフェノールAビスージフェニルホスフェート、ビフェニルビスージフェニルホスフェート等の縮合リン酸エステル類；フォスファゼン化合物等が挙げられる。リン系難燃剤は、1種単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。

また、熔融混練工程において、難燃剤を用いる割合は、30質量%未満であることが好ましい。

【0024】

粉体フィラーとしては、例えば、チタン酸カリウムウイスキー、硫酸マグネシウムウイスキー、ホウ酸アルミニウムウイスキー、炭酸カルシウムウイスキー、炭化ケイ素ウイスキー、酸化亜鉛ウイスキー、ケイ酸カルシウム(ワラストナイト)、マイカ、タルク、ガラスフレーク、ガラス粉砕品、酸化チタン、炭酸カルシウム、クレー、カオリン、硫酸バリウム、シリカ、アルミナ、酸化マグネシウム、硫酸マグネシウムなどが挙げられ、特に、ケイ酸カルシウム、マイカ、タルク、ガラスフレーク、ガラス粉砕品、酸化チタン、炭酸カルシウム、カオリン、シリカが好ましい。粉体フィラーは、1種単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。粉体フィラーのサイズとしては、平均粒径が、0.01～500μm未満であつてもよく、0.01～300μmであることが好ましく、0.1μm以上106μm未満であることがさらに好ましい。

また、熔融混練工程において、粉体フィラーを用いる割合は、60質量%未満であることが好ましい。

【0025】

繊維状フィラーとしては、例えば、ガラス繊維、炭素繊維、金属繊維などが挙げられる。繊維状フィラーは、1種単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせ用いてもよい。繊維状フィラーのサイズとしては、繊維径が $5 \sim 50 \mu\text{m}$ 、繊維長さが $1 \sim 5 \text{mm}$ であることが好ましい。

また、熔融混練工程において、繊維状フィラーを用いる割合は、60質量%未満であることが好ましい。

【0026】

添加剤としては、例えば、液体添加剤（シリコンオイル、炭化水素系オイル、水等）、粉体フィラー分散剤（エチレンビスアמיד、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸等）、オレフィン系エラストマー（エチレン・プロプレニエラストマー、エチレン・オクテンエラストマー）、官能基付与剤（マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、無水マレイン酸、リンゴ酸、クエン酸等）、各種着色剤、着色補剤（酸化チタン等）、紫外線吸収剤、耐電防止剤、安定剤（酸化亜鉛、硫化亜鉛、燐系、イオウ系、ヒンダードフェノール系等）等が挙げられる。

【0027】

本実施形態の製造方法の一例では、次いで、押出機1の先端部に設けられているダイ部2で、熔融状態の熱可塑性樹脂組成物をストランドにする。

【0028】

図2に、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の一例において用いられる押出機に装着されるダイ部について示す。図2（A）は、ダイ部をその底面に垂直な面で切断したときの断面図、具体的には、図2（B）に示す線I-Iに沿う面によるダイ部の断面図であり、図2（B）は、ダイ部をその底面に平行な面で切断したときの断面図、具体的には、図2（A）に示す線I-Iに沿う面によるダイプレートの断面図である。

【0029】

図3に、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の別の例において用いられる押出機に装着されるダイ部について示す。図3（A）は、ダイ部をその底面に垂直な面で切断したときの断面図、具体的には、図3（B）に示す線I-Iに沿う面によるダイ部の断面図であり、図3（B）は、ダイ部をその底面に平行な面で切断したときの断面図、具体的には、図3（A）に示す線I-Iに沿う面によるダイプレートの断面図である。

【0030】

図2に示すダイ部2と図3に示すダイ部2とは、オリフィスの延在方向と押出機の軸方向とのなす傾斜角度（図示せず）が異なること以外は、同様の構成を有するものとしてよい。

具体的には、図2に示すダイ部2では、図2（A）の断面において、オリフィスの延在方向と押出機の軸方向とのなす傾斜角度（図示せず）は $0 \sim 60^\circ$ としてよく、図3に示すダイ部2では、図3（A）の断面において、オリフィスの延在方向と押出機の軸方向とのなす傾斜角度（図示せず）は $80 \sim 100^\circ$ （ほぼ 90° ）としてよい。

【0031】

ダイ部2は、ダイ接続部21、溶融した樹脂に含まれる異物をろ過により除去するためのスクリーンチェンジャー部22、マニホールド部23、ダイプレート部24からなる。

【0032】

スクリーンチェンジャー部22は、目開きが $\#20 \sim \#300$ の金属メッシュを1種単独で又は2種以上組み合わせて取り付けることが可能なブレーカープレートが装着されていてもよい。ブレーカープレートには、ろ過面積を1.5～2.0倍に増やすことが可能なスーパープレートが装着されていてもよい。また、熱可性樹脂組成物が強化材を含む場合には、ブレーカープレートが取り外されていてもよい。

【0033】

マニホールド部23は、内部に樹脂組成物の流路を備えるものであり、ここで、樹脂組成物の流路の幅（ダイ部2の幅方向の長さ）は、ダイ部2の先端に向かって（押出機の軸方向の上流側から下流側に向かって）漸増している。具体的には、図2（B）及び図3（B）において、流路を画成する線は、ダイ部2の幅方向について両側について対称に、流路の幅が漸増を開始する位置からダイ部2の先端に向かって、直線状に延びている。

なお、本実施形態のマニホールド部23は、図2（B）及び図3（B）に示すものに限定されることなく、流路を画成する線は、ダイ部2の幅方向について両側について非対称であってもよく、曲線状に延びていてもよいが、生産性等の観点から、対称であることが好ましく、直線状であることが好ましい。

【0034】

ここで、図2（B）及び図3（B）に示すように、ダイ部2をその底面に平行な面で切断したときの断面図における、流路の幅が一定である部分において流路を画成する線と、流路の幅が漸増する部分において流路を画成する線とのなす角度 $\theta 1$ としては、 $20 \sim 70^\circ$ であることが好ましく、さらに好ましくは $25 \sim 65^\circ$ である。

なお、角度 $\theta 1$ とは、流路の幅が一定である部分において流路を画成する線と、流路の幅が漸増する部分において流路を画成する線とのなす角度のうち小さい方の角度をいう。

上記角度 $\theta 1$ を 20° 以上とすれば、ダイプレート部24に設けるオリフィスの数を増やす（生産量が上げる）ことが可能となり、上記角度 $\theta 1$ が 70° を超えると、ダイ部2の幅方向の両端において、溶融状態の樹脂組成物の流動性が低下して、ダイプレート部24の中心部のストランドと両端のストランドとの間で流速に差が生じ、両端のストランドの調製が不安定になりやすい。

なお、角度 $\theta 1$ は、流路の中心を通る断面において定めてよい。また、流路を画成する線の全部又は一部が曲線状である場合には、その線を平均的な直線状の線として捉えたいうで、角度 $\theta 1$ を定めてもよい。

【0035】

ダイプレート部24は、前述の通り、溶融状態の樹脂組成物を樹脂組成物ストランドにするためのものであり、円柱形状の貫通孔であるオリフィス24oを複数個有している。

オリフィスの数としては、10個以上であることが好ましく、さらに好ましくは12個以上であり、より好ましくは15個以上である。

オリフィスの内径Dとしては、 $3.2 \sim 8 \text{ mm}$ であり、好ましくは $3.7 \sim 8.0 \text{ mm}$ であり、より好ましくは $4.0 \sim 8.0 \text{ mm}$ であり、さらに好ましくは $4.0 \sim 7.0 \text{ mm}$ である。内径Dが 3.2 mm より小さいとダイ圧（ダイ部における圧力）が上がりやす

く、樹脂組成物の温度が高くなり、また、8.0 mmより大きいとダイ圧が下がり過ぎて、ストランドの安定性が低下する。

オリフィスの長さ L としては、オリフィスの内径 D の、0.3～2.0倍であり、好ましくは0.4～1.5倍であり、さらに好ましくは0.5～1.0倍である。オリフィスの長さ L のオリフィスの内径 D に対する割合(L/D)が0.3より小さいとダイ圧が下がり過ぎて、ストランドが不安定になるおそれがある。 L/D が2.0より大きいとダイ圧が上がり過ぎて、樹脂組成物の温度が上がりメヤニが増えるとともに、熔融状態の樹脂組成物とオリフィス24oの内壁との摩擦が大きくなりメヤニがさらに増えるおそれがある。

【0036】

特に、スケールの小さい押出機で押出量を上げて運転する場合、オリフィスの数を増やして、ダイ圧を下げる必要がある。そして、オリフィスの数を増やすと、マニホールド部23の流路の幅を広げる必要がある。さらに、マニホールド部23の流路の幅を広げると、マニホールド部23の両端を流れる樹脂の流速が極端に遅くなり、両端のストランドの安定性が悪くなる傾向がある。

【0037】

本実施形態の製造方法では、熔融混練された熱可塑性樹脂組成物のオリフィスでの平均滞留時間 T を、1～20ミリ秒とすることを肝要とする。平均滞留時間 T は、好ましくは2～15ミリ秒であり、さらに好ましくは3～15ミリ秒である。

なお、平均滞留時間 T は、下記式により算出することができる。

$$\text{平均滞留時間 } T = \text{全オリフィスの内容積 } V / \text{容積流量 } Q$$

上記 T が1ミリ秒より短いと、ダイ圧が下がり、ストランドが不安定になり、また、上記 T が20ミリ秒を超えると、ダイ圧が上がり、樹脂温度が上がり、メヤニが増える。

【0038】

本実施形態の製造方法では、1つのオリフィス24o当たりの樹脂組成物の流量としては、20～120 kg/h rであることが好ましく、より好ましくは25～100 kg/h rであり、さらに好ましくは30～100 kg/h rである。上記流量が20 kg/h r未満では、滞留時間が長くなり過ぎるおそれがあり、120 kg/h r超では、滞留時間が短くなり過ぎるおそれがある。

【0039】

本実施形態では、複数個のオリフィスのうちダイプレートの幅方向の最外端に位置するオリフィスの長さ L_o (図2 (B) 及び図3 (B) 参照) が、複数個のオリフィスのうちダイプレートの幅方向の中心に最近接して位置するオリフィスの長さ L_c (図2 (B) 及び図3 (B) 参照) の0.5～0.8倍であることが好ましく、より好ましくは0.5～0.7倍である。

熱可塑性樹脂組成物の熔融粘度が高い場合、又は、オリフィスの数が10個を超える場合には、マニホールド部の幅方向の両端部に位置する樹脂組成物の流速が遅くなる傾向がある。ここで、 L_o/L_c が0.5より小さいと、両端のダイ圧が下がり過ぎてストランドが不安定になるおそれがあり、 L_o/L_c が0.8より大きいと、両端の流速が遅くなる。

このとき、幅方向の最外端に位置する2つのオリフィスの長さのみを、幅方向の中心に

最近接して位置するオリフィスの長さよりも短くしてもよく、また、オリフィスの長さを、幅方向の中心に最近接する位置から幅方向の最外端の位置に向かって、テーパ状に漸減させたり、段階的に短くしたりしてもよい。

【0040】

複数個のオリフィスのうちダイプレート部の幅方向の最外端に位置するオリフィスの内径 D_o （図2（B）及び図3（B）参照）が、複数個のオリフィスのうちダイプレートの幅方向の中心に最近接して位置するオリフィスの内径 D_c （図2（B）及び図3（B）参照）の1.05～1.3倍であることが好ましく、さらに好ましくは1.1～1.3倍である。

D_o/D_c を1.05～1.3の範囲としても、 L_o/L_c の範囲を定めた場合と同様の作用効果により、両端の流速を早くする効果がある。

【0041】

ここで、ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面の少なくとも一部の表面硬度が800～5000であることが好ましく、より好ましくは800～4000である。

なお、表面硬度とはHV硬度をいい、HV硬度は、JIS Z 2244に準拠して測定することができる。

ダイプレートの材料としては、通常、SUSやSKDが使用され、これらに焼き入れを行った場合でも、ダイプレートの表面の表面硬度は、50程度に留まることが多い。この程度の硬度では、ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面に傷がつきやすく、例えば、ストランドを金属製の刃を用いて切断する際に、真鍮や銅等の柔らかい材料でできた刃を用いた場合であっても、オリフィスの開口部等に傷がつきやすく、メヤニ発生の原因となる。また、上記硬度では、長時間の使用により、オリフィスの内面に摩耗が生じやすくなり、かかる摩耗がメヤニ発生の原因となる。

【0042】

上記事情に鑑みて、ダイプレートの表面の硬度を高めるため、ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面を含むダイプレートの表面の全部又は一部には、表面処理を行うことが好ましく、表面処理としては、窒化処理、金属蒸着処理等が挙げられる。表面処理を行うことで、オリフィス内部表面やオリフィス出口表面の構造に凹凸が出来て、溶融した樹脂組成物とオリフィス内部表面の接触が点接触になり、接触面積が減ることでメヤニ発生の低減が図れ、及び／あるいは、表面処理を行うことで、溶融した樹脂組成物との親和性が低下して、メヤニ発生の低減が図れる。

窒化処理としては、公知の窒化処理や、カナック社（日本国）のニューカナック処理が好ましく、特に好ましくはニューカナック処理である。ニューカナック処理を行った場合、ダイプレートの表面の表面硬度が1000程度になり、メヤニの発生を抑制することができる。

金属蒸着処理としては、Chemical Vapor Deposition成膜方式、Physical Vapor Deposition成膜方式が挙げられる。ここで、コーティング材料としては、チタンカーバイド、炭窒化チタン、炭化クロム、窒化チタン、窒化チタンアルミ等が挙げられ、窒化チタンアルミが好ましい。

Physical Vapor Deposition成膜方式で、窒化チタンアルミ

を蒸着させた場合、ダイプレートの表面の表面硬度が3500程度にまで高まり、表面に傷が付きにくくなる。但し、この場合、蒸着をオリフィスの内面に亘って行うため、オリフィスの内径Dを5mm以上とし、オリフィスの長さLのオリフィスの内径Dに対する割合(L/D)を1未満とすることが好ましい。

【0043】

本実施形態の製造方法の一例では、続いて、得られた熱可塑性樹脂組成物ストランドを、冷却装置3を用いて冷却する。

【0044】

冷却装置3としては、冷却水が貯められた槽(図1(A)のストランド冷却槽3a)、その延在方向と水平面とのなす傾斜角度 θ_2 を30°～85°とし、その一端から他端に向かって冷却水が流された流路(図1(B)及び(C)のストランドガイド3b)等が挙げられる。

なお、傾斜角度 θ_2 とは、流路の延在方向と水平面とのなす角度のうち小さい方の角度をいう。

図1(A)及び図1(B)に示す通り、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の一例では、冷却装置3としてストランド冷却槽3aを用いており、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法の別の例では、冷却装置3としてストランドガイド3bを用いている。

【0045】

冷却装置3に用いられる冷却水には、純水、イオン交換水、工業用水、冷却塔で循環している冷却水等が使用されてよい。

【0046】

ストランド冷却槽3aは、冷却水を所定時間滞留させられるものであれば特に限定されことなく、断続的に又は連続的に冷却水を交換してよい。

通常、冷却水は、ストランド冷却槽3aの下流側で供給し上流側で排出して、排出されるストランドに対して向流で冷却する。

ストランド冷却槽3aには、ストランドを安定させるために、ストランドガイドローラーを複数個使用することが好ましい(図1(C)参照)。ストランドガイドローラーは、ストランドが内側に寄るときは回転を固定して運転する。

また、ストランド冷却槽3aには、ストランドの表面に付着した水を除去するため、空気を吹き付ける機能を備えるエアワイパーや、プラスチック繊維のブラシを用いてもよい。

【0047】

ストランドガイド3bは、熱可塑性樹脂組成物ストランド及び冷却水を流すことが可能な流路を備えている。流路の数は、ダイプレート部24に設けられたオリフィス24oの個数に応じて定めてよく、特に限定されないが、例えば、8～20としてよく、複数の流路の間には、ストランドが隣接する流路に侵入しないように、所定の高さ(例えば、8～20mm)の壁を設けてよい。流路は、オリフィス24oから排出されたストランドが、それぞれの流路の幅方向中央に落ちるように、設計することが好ましい。例えば、隣接する壁同士の間の距離(流路の幅)は、オリフィス同士の間の距離に応じて定めてよい。

ストランドガイド3bでは、前述の通り、その延在方向と水平面とのなす傾斜角度 θ_2 が、30°～85°であることが好ましく、より好ましくは35°～85°であり、さらに好

ましくは $40\sim 80^{\circ}$ である。

ストランドガイド3 bには、上流から下流に向かって、冷却水を流す。この冷却水は、ストランドの冷却及び搬送の役割を果たしている。

ストランドガイド3 bには、ストランドが着水した位置からペレタイザー4（後述）に入る位置までの間の少なくとも1箇所に、冷却水を吹き付けてストランドをさらに冷却することが可能な噴霧装置3 b vを用いてもよい。特に、ストランドの軟化温度が低いほど、冷却水を多段階で噴霧することが望まれる。

また、オリフィス2 4 oの延在方向と流路の延在方向とのなす傾斜角度 θ 3（図1（B）参照）としては、ストランドと水との抵抗を減らすため、 $5\sim 60^{\circ}$ とすることが好ましく、 $5\sim 55^{\circ}$ とすることがより好ましい。

なお、傾斜角度 θ 3とは、オリフィス2 4 oの延在方向と流路の延在方向とのなす角度のうち小さい方の角度をいう。

なお、冷却装置3として、ストランドガイド3 bを用いる場合、図1（B）に示すように、後続のペレット冷却器5の前に、脱水装置1 6を用いることが好ましい。

【0048】

ストランド冷却槽3 a及びストランドガイド3 bのいずれを用いた場合であっても、オリフィスの開口部から冷却装置までの距離L 1、すなわち、ストランドがダイプレート外部に排出された位置からストランドが冷却装置の水に着水する位置までの間隔としては、小さいほどストランドが安定するが、通常 $50\sim 200\text{mm}$ としてよい。

【0049】

本実施形態の製造方法の一例では、続いて、冷却された熱可塑性樹脂組成物ストランドを、ペレタイザー4を用いてペレタイズ（カッティング）して、熱可塑性樹脂組成物ペレットを得る（図1（A）参照）。

ペレタイザー4としては、回転刃幅が $200\sim 500\text{mm}$ 、引取速度 $60\sim 300\text{m}/\text{分}$ のペレタイザーが挙げられる。ここで、ペレタイザー4には、乾式のペレタイザーと湿式のペレタイザーとがある。冷却装置3としてストランド冷却槽3 aを用いる場合には、乾式のペレタイザーを使用し、回転刃や固定刃に空気を吹き付けて、切粉の発生を防止してもよい。また、湿式のペレタイザーは、ストランドガイド3 bを通して、ストランドと冷却水とを同時にペレタイズすることができる。

【0050】

ペレタイザー4により得られるペレットは、好ましくは少なくとも95%が、さらに好ましくは少なくとも96%が、より好ましくは少なくとも97%が、好ましくは、外径 $2\sim 4\text{mm}$ 、長さ $2\sim 4\text{mm}$ となるものであり、より好ましくは、外径 $2.2\sim 3.8\text{mm}$ 、長さ $2.2\sim 3.8\text{mm}$ となるものであり、さらに好ましくは、外径 $2.5\sim 3.5\text{mm}$ 、長さ $2.5\sim 3.5\text{mm}$ となるものである。

ペレタイザー4として湿式のペレタイザーを用いる場合には、ペレット表面に水が付着しているので、着水を取るための脱水装置を用いてもよい。脱水装置は、遠心分離方式であってもよく、乾燥方式であってもよい。

【0051】

本実施形態では、次いで、熱可塑性樹脂組成物ペレットを、ペレット冷却機5を用いて冷却する（図1（A）参照）。

ペレタイザー 4 では、切粉発生防止、ペレットの吸湿防止のためにストランドを 120 ～ 150℃ でカッティングし、ペレットにするが、ペレットの内部はさらに高温であるために、ペレットを冷やさないと、熱劣化のためにペレットが変色する虞がある。また、ペレットの原料として吸湿性の樹脂を使用している場合には、包装袋としてポリエチレン樹脂を内装コーティングしたアルミニウム袋を使用することがあるが、温度が高いままペレットを包装すると、アルミニウム袋が収縮し、袋が硬くなる。そのため、当該袋をペレットに積んだ場合、輸送中に落ちるトラブルが発生する虞がある。さらに、ペレットが高温であると、ペレットがニューマー配管の内壁に衝突する際、フロスと呼ばれる薄い皮が生じる虞がある。このような理由から、ペレット冷却機 5 を用いて、ペレットの温度を 40 ～ 70℃ くらいに冷却することが好ましい。ここで、ペレット冷却機 5 としては、流動床タイプのものや、パンチングプレートにペレットを移動させて、底側から冷却ガスで冷却するタイプのものがあるが、例えば、株式会社タナカ（日本国）製の空冷式ペレットクーラー A S C シリーズを用いることが好ましい。

【0052】

その後、本実施形態では、冷却された熱可塑性樹脂組成物ペレットを、ペレット選別機 6 に通す（図 1（A）参照）。

ペレット選別機 6 では、上記ペレタイザー 4 でペレタイズしたペレットのうち、4 mm を超える長いペレット、ストランド同士が融着して出来た双子ペレット、ペレットの切カスの切粉などを除去する。

【0053】

本実施形態では、さらに、選別された熱可塑性樹脂組成物ペレットに、外潤剤添加装置 7 を用いて、外潤剤を与える（図 1（A）参照）。

外潤剤添加装置 7 は、ペレット表面に外潤剤を付ける装置であり、外潤剤添加供給装置、及びノズルは、外潤剤とペレットとを均一に混合するミキサーからなる。外潤剤は、粉系の添加剤であるため、添加量が 0.05 質量部を超えるとペレットと分離しやすいので、オイル添加装置を使って、先ず、オイルとペレットを混合し、その後、添加剤を混ぜてもよい。

【0054】

本実施形態では、さらに、外潤剤が与えられた熱可塑性樹脂組成物ペレットを、ペレット搬送装置 8 を用いて、搬送する（図 1（A）参照）。

ペレット搬送装置 8 は、ペレットを搬送する配管とペレットを送るガスブローアーとからなる。ガスブローアーは、上流側から送風する加圧式ブローアー又は下流側から吸い込む吸引式ブローアーのどちらであってもよい。配管、特に配管の曲り部は、ペレットが衝突し、摩耗するので、内部に対してセラミック処理や窒化処理（カナック社のニューカナック処理）等の耐摩耗処理をするのが好ましい。

【0055】

次いで、本実施形態では、搬送された熱可塑性樹脂組成物ペレットを、金属選別機 9 に通す（図 1（A）参照）。

金属選別機 9 は、ペレット中に入っている径又は長さが 0.1 mm 以上の金属破片を除去する場合に使用する装置である。ペレットには、原料に含まれる小さな金属片等が入っている場合があるので、ペレットを電子部品に用いる場合には、当該ペレットを金属選別

機 9 に通すことが好ましい。

【0056】

また、本実施形態では、熱可塑性樹脂組成物ペレットを、異物選別機 10 に通す（図 1（A）参照）。

異物選別機 10 は、押出機内で発生し、スクリーンチェンジャー部 22 のブレードカーブプレートに取り付けられた金属メッシュではろ過できないような異物が混入しているペレットや、メヤニ破片が付いたペレットを除去する場合に使用する装置である。異物選別機 10 としては、異物を感知するセンサーがペレットの流れに対して表面及び裏面に付いているものがあるが、これだけを用いた場合には、異物の除去率が比較的低い。そのため、センサーが前後 2 個と左右 2 個の計 4 個付いている異物選別機を用いたり、上述のようなセンサーが 2 個しか付いていない異物選別機を 2 台用いたりすることで、異物の除去率をより向上させることができる。

【0057】

そして、本実施形態では、熱可塑性樹脂組成物ペレットを、切粉分離機 11 に通す（図 1（A）参照）。

切粉分離機 11 は、ペレタイザー 4 から製品タンク 13 の間に設けることができる。切粉とは、1 mm 以下のペレットの破片や、ペレットを搬送する配管で発生するフロスである。切粉分離機 11 は、サイクロン式の粒径の小さいものを分離する装置であつてもよく、切粉をイオン化する装置であつてもよい。特に、切粉分離機 11 は、サイクロン式であり、且つ、製品タンク 13 の上に設けることが好ましい。

【0058】

ここで、得られた熱可塑性樹脂組成物ペレットは、任意選択的に設けられる中間タンク 12（図示せず）に一端貯めておいてもよいが、本実施形態では、ペレットを製品タンク 13（後述）に貯める。

中間タンク 12 は、各装置を稼動して製造をスタートさせた初期のペレットについて、サイズや物性の確認をしてから製品にする際に使うことがある。

製品タンク 13 は、ペレットを貯めておく装置である。製品タンク 13 は、1～72 時間程度貯蔵できる容積が必要である。また、中間タンク 12 及び／又は製品タンク 13 は、熱可塑性樹脂組成物ペレットを均質に混合するために、機械的なミキサーやガス循環式ミキサーなどのペレット混合装置を備えることが好ましい。

【0059】

そして、本実施形態では、熱可塑性樹脂組成物ペレットに、金属探知機 14 を当てる。

金属探知機 14 は、例えば、5000～15000 ガウスのマグネット棒を一行に数本並べ、3～5 列で構成される。そして、金属探知機 14 を製品タンク 13 の出口に取り付けることで、金属片が入ったペレットを検出することができる。

【0060】

また、本実施形態では、後処理として、熱可塑性樹脂組成物ペレットに、乾燥空気発生装置 15 を用いて、乾燥空気を与えてもよい。

例えば、熱可塑性樹脂組成物ペレットがポリアミド系樹脂などの吸湿性樹脂を含み、ペレット周囲の雰囲気（露点）が 40℃以下になると、当該ペレットは雰囲気中の水分を吸収することがあり、乾燥空気発生装置 15 は、そのような事態に対処する場合に用いることができ

る。乾燥空気発生装置 15 は、露点 -40°C 、絶対湿度 0.119 g/m^3 の乾燥空気を発生させる装置である。

【0061】

<熱可塑性樹脂組成物>

本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法において用いられる熱可塑性樹脂組成物は、熱可塑性樹脂を含み、任意選択的に、上述した難燃剤、粉体フィラー、繊維状フィラー、各種添加剤などをさらに含んでもよい。

【0062】

熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド系樹脂（ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、芳香族ナイロン、芳香族系ポリアミド、炭化水素系ポリアミド等）、ポリフェニレンエーテル系樹脂（以下で詳述）、ポリスチレン系樹脂（ゼネラルパーパスポリスチレン（GPPS）、ハイインパクトポリスチレン（HIPS）、スチレン・ブタジエン共重合体（スチレン・ブタジエンブロック共重合体、水素添加スチレン・ブタジエンブロック共重合体）、アクリロニトリル・スチレン共重合体、アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン共重合体等）、ポリカーボネート、ポリオレフィン系樹脂（直鎖状低密度ポリエチレン、低密度ポリエチレン、高密度ポリエチレン等のポリエチレン系樹脂、ポリプロピレン（ホモ、コポリマー）等のポリプロピレン系樹脂など）、ポリオキシメチレン（ホモポリオキシメチレン、コポリマーポリオキシメチレン等）、ポリフェニレンサルファイド、ポリアミドイミド、ポリアリーレート、ポリアリールスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミド、ポリテトラフルオロエチレン、ポリエーテルケトン等が挙げられる。

特に、熱可塑性樹脂としては、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート、ポリオレフィン系樹脂、ポリオキシメチレン、及びポリフェニレンサルファイドから選ばれる少なくとも1種を用いることが好ましい。これらは、1種単独で用いてもよく、2種以上組み合わせて用いてもよい。

【0063】

さらに、熱可塑性樹脂としては、ポリフェニレンエーテル系樹脂と、その他の熱可塑性樹脂とを併用することが好ましい。この場合、その他の熱可塑性樹脂としては、ポリアミド系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、及びポリフェニレンサルファイドからなる群から選ばれる少なくとも1種を用いることが好ましい。

なお、「その他の熱可塑性樹脂」は、ポリフェニレンエーテル系樹脂を含まないものとする。

【0064】

ポリフェニレンエーテル系樹脂としては、以下に限定されるものではないが、例えば、ポリ（2，6-ジメチル-1，4-フェニレンエーテル）、ポリ（2-メチル-6-エチル-1，4-フェニレンエーテル）、ポリ（2-メチル-6-フェニル-1，4-フェニレンエーテル）、ポリ（2，6-ジクロロ-1，4-フェニレンエーテル）等が挙げられ、さらに2，6-ジメチルフェノールと他のフェノール類（例えば、2，3，6-トリメチルフェノール、2-メチル-6-ブチルフェノール等）との共重合体などのポリフェニレンエーテル共重合体も挙げられる。ポリフェニレンエーテル系樹脂は、1種単独で用いてもよく、2種以上を組み合わせて用いてもよい。特に、ポリフェニレンエーテル系樹脂として

は、ポリ（2，6-ジメチル-1，4-フェニレンエーテル）、2，6-ジメチルフェノールと2，3，6-トリメチルフェノールとの共重合体が好ましく、ポリ（2，6-ジメチル-1，4-フェニレンエーテル）がより好ましい。また、ポリフェニレンエーテル系樹脂は、ポリスチレン系樹脂とのブレンド物であってもよい。

【0065】

ポリフェニレンエーテル系樹脂は、例えば、所望の単量体成分を準備し、これらを重合槽内で常法に従って重合して、調製することができる。なお、重合は、芳香族炭化水素等の良溶媒の存在下で行ってもよい。或いは、ポリフェニレンエーテル系樹脂は、市販のものであってもよい。

【0066】

そして、純度の観点から、ポリフェニレンエーテル系樹脂は、バインダー成分として、残留している芳香族炭化水素系等の良溶媒を含むことが好ましい。ポリフェニレンエーテル系樹脂における良溶媒の含有量としては、0.005～0.3質量%であることが好ましく、0.005～0.25質量%であることがより好ましく、0.01～0.1質量%であることがさらに好ましい。圧縮時の温度や線圧にもよるが、ポリフェニレンエーテル系樹脂に残留している良溶媒が0.005質量%以上であれば、圧縮成型効果が十分に得られ、また、0.3質量%以下であれば、ポリフェニレンエーテル系樹脂の熔融による変色を十分に抑制することができる。

【0067】

ポリフェニレンエーテル系樹脂は、還元粘度（単位 g/dl 、30℃のクロロホルム中で測定）が、0.10～0.70であることが好ましい。ポリフェニレンエーテル系樹脂の還元粘度が0.10以上であることにより、得られる熱可塑性樹脂組成物ペレットの機械的強度を良好に保持することができる。また、0.70以下であることにより、熔融混練時の流動性を保持することができる。同様の観点から、ポリフェニレンエーテル系樹脂の還元粘度は、0.20以上であることがより好ましく、0.30以上であることがさらに好ましく、また、0.65以下であることがより好ましく、0.60以下であることがさらに好ましい。

なお、還元粘度は、ウベローデ粘度計を用いて、クロロホルム溶媒、30℃、0.5 g/dl 溶液で測定するものとする。

【0068】

その他の熱可塑性樹脂として用いることができるポリスチレン系樹脂としてのスチレン・ブタジエン共重合体は、一部がランダム状であっても、テーパー状であってもよい。また、当該スチレン・ブタジエン共重合体は、重量平均分子量が3万～50万であることが好ましく、スチレン含有率が25～70質量%であることが好ましく、また、ブタジエン含有率が75～30質量%であることが好ましい。

【0069】

上記ポリスチレン系樹脂としては、カルボキシル基を含有するモノマー（例えば、クエン酸、無水マレイン酸等）とスチレンモノマーとを共重合してなる樹脂や、カルボキシル基を含有するモノマーを押出機でグラフト付加した樹脂を用いることができ、また、上記

ポリフェニレンエーテル系樹脂として、カルボキシル基を含有するモノマーを押出機でグラフト付加した樹脂を用いることができる（以下、これらの樹脂を総称して、「カルボキシル基変性重合体」という）。ただし、熱可塑性樹脂組成物における上記カルボキシル基変性重合体の割合は、5質量%未満であることが好ましい。

【0070】

また、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法において用いられる熱可塑性樹脂組成物は、ポリフェニレンエーテル系樹脂を圧縮粉碎して得られる圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂と、上記その他の熱可塑性樹脂とを熔融混練して得られるものであることが好ましい。言い換えると、本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法は、ポリフェニレンエーテル系樹脂を圧縮粉碎して、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂を得る工程（PPE圧縮粉碎工程）をさらに含み、上記熱可塑性樹脂組成物が、当該圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂と、上記その他の熱可塑性樹脂とを熔融混練して得られることが好ましい。これにより、得られる熱可塑性樹脂組成物ペレットにおける酸化劣化物を低減することができる。

【0071】

PPE圧縮粉碎工程で用いるポリフェニレンエーテル系樹脂は、平均粒径が $700\mu\text{m}$ 未満のものであるか、又は、粒径が $700\mu\text{m}$ 未満の微粒子を集めたものであることが好ましい。

なお、平均粒径とは、累積50%の粒子径を指すものとする。

また、PPE圧縮粉碎工程で用いるポリフェニレンエーテル系樹脂は、かさ密度が $0.35\sim 0.75\text{g/cc}$ であることが好ましい。

【0072】

PPE圧縮粉碎工程では、例えば、準備したポリフェニレンエーテル系樹脂を、そのガラス転移温度（ T_g ）以下の温度で圧縮する。圧縮する際には、ポリフェニレンエーテル系樹脂が T_g を超える温度にならないようにする。圧縮時の温度としては、圧縮時にポリフェニレンエーテル系樹脂が T_g を超えることなく加圧が可能であれば特に制限されず、 $20^\circ\text{C}\sim T_g$ 以下であることが好ましく、 $20\sim 170^\circ\text{C}$ 程度であることがより好ましい。なお、圧縮時の温度が T_g を超えると、ポリフェニレンエーテル系樹脂中に含まれ得る残存アミンが離脱し、加工時に品質の低下をもたらす虞がある。

【0073】

ポリフェニレンエーテル系樹脂の圧縮操作に使用することができる成型装置としては、例えば、圧縮ロールタイプ、打錠成型タイプ等の圧縮成型機が挙げられる。特に、対向して設けられた一対の加圧ロール間に見かけ比重の低いポリフェニレンエーテル系樹脂を通過させ、後述の粉碎操作において、圧縮により得られた板状のポリフェニレンエーテル系樹脂を粉碎して、所望の粒径に整粒することができるロールタイプの圧縮成型機を用いることが好ましい。

【0074】

ロールタイプの圧縮成型機により板状のポリフェニレンエーテル系樹脂を得る際、ロールタイプの圧縮成型機による線圧（ロール圧/ロール幅）は、 $0.7\sim 11\text{kN/cm}$ であることが好ましく、 $1.0\sim 8.0\text{kN/cm}$ であることがより好ましく、 $1.5\sim 7.$

0 kN/cmであることがさらに好ましい。線圧が0.7 kN/cm未満であると、圧縮効果が小さいため、ポリフェニレンエーテル系樹脂の内部の空隙割合の低減が不十分であり、見かけ比重の向上が不十分となる上、圧縮物は脆く、粉砕時に微粉が生じやすい。また、線圧が1.1 kN/cm超であると、圧縮物が固くなり過ぎて、粉砕が容易でないため、逆に微粉の量が増加する。

なお、ロール間の隙間（ロールクリアランス）は、1～3 mm程度であることが好ましく、また、ロールの回転数は、2～20 rpmであることが好ましい。

【0075】

圧縮操作では、圧縮後のポリフェニレンエーテル系樹脂のかさ密度が好ましくは0.70～1.0 g/cm³、より好ましくは0.72～0.85 g/cm³となるように、ポリフェニレンエーテル系樹脂を圧縮することができる。この点に関し、圧縮操作に供するポリフェニレンエーテル系樹脂は、加熱したもの（例えば、所望の単量体成分を重合し、次いで乾燥した直後のポリフェニレンエーテル系樹脂など）であってもよく、非加熱のもの（例えば、所望の単量体成分を重合し、次いで乾燥した後、一定程度時間が経過したポリフェニレンエーテル系樹脂、又は、市販のポリフェニレンエーテル系樹脂など）であってもよい。

なお、ポリフェニレンエーテル系樹脂のかさ密度は、（ポリフェニレンエーテル系樹脂の重さ）／（ポリフェニレンエーテル系樹脂の体積）で表すことができる。

【0076】

圧縮操作では、必要に応じ、バインダーとなる添加剤を用いてもよい。例えば、ポリフェニレンエーテル系樹脂と添加剤とを事前にブレンダーで混合し、その後、それを圧縮成型機に供給してもよい。添加剤としては、例えば、リン系難燃剤等の難燃剤、酸化防止剤などが挙げられる。

【0077】

圧縮操作で使用する成型装置は、その内部を酸素濃度10体積％以下の雰囲気下に保持することが好ましい。酸素濃度を10体積％以下とすることにより、粉じん爆発を防止するとともに、圧縮時にポリフェニレンエーテル系樹脂の表面に付着した酸素を効果的に除去することができる。同様の観点から、成型装置内部の酸素濃度は、3体積％以下とすることがより好ましく、1体積％以下とすることがさらに好ましい。

なお、成型装置内部の酸素濃度を下げる方法としては、不活性ガス（窒素、二酸化炭素等）を供給する方法が一般的に挙げられる。

【0078】

PPE圧縮粉砕工程では、圧縮操作に続いて、圧縮後のポリフェニレンエーテル系樹脂を粉砕し、圧縮粉砕ポリフェニレンエーテル系樹脂を得る。この粉砕操作では、整粒機を用いてもよく、これにより、圧縮粉砕ポリフェニレンエーテル系樹脂の粒径を調整することができる。

【0079】

ポリフェニレンエーテル系樹脂の粉砕操作に使用することができる粉砕装置としては、例えば、ジョークラッシャー、コーンクラッシャー、フレークラッシャー、ハンマーミル、フェザーミル、ボールミル、高速回転ミル、及びジェットミル等が挙げられる。

【0080】

粉碎操作では、粉碎後のポリフェニレンエーテル系樹脂（圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂）のかさ密度が $0.35 \sim 0.70 \text{ g/cc}$ となり、且つ、粒径が $106 \mu\text{m}$ 以下の割合が好ましくは 20 質量%以下、より好ましくは 15 質量%未満、さらに好ましくは 10 質量%未満となるように、粉碎装置の回転数やスクリーン目開きを調整してもよい。

【0081】

また、PPE圧縮粉碎工程で得られる圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂は、平均粒径が $1000 \sim 3000 \mu\text{m}$ であることが好ましい。圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂の平均粒径が $1000 \mu\text{m}$ 以上であることにより、溶融混練時の搬送能力を十分に確保して、樹脂組成物の温度の上昇を効果的に抑制することができ、また、 $3000 \mu\text{m}$ 以下であることにより、その他の熱可塑性樹脂との溶融混練の際に、ミクロ混合性を高め、より良質な熱可塑性樹脂組成物ペレットを得ることができる。同様の観点から、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂の平均粒径は、 $1100 \mu\text{m}$ 以上であることがより好ましく、 $1200 \mu\text{m}$ 以上であることがさらに好ましく、また、 $2000 \mu\text{m}$ 以下であることがより好ましく、 $1500 \mu\text{m}$ 以下であることがさらに好ましい。

【0082】

さらに、PPE圧縮粉碎工程で得られる圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂は、粒径が $106 \mu\text{m}$ 以下の割合が 20 質量%以下であることも好ましい。圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂において粒径が $106 \mu\text{m}$ 以下の割合が 20 質量%以下であることにより、溶融混練時の搬送能力を十分に確保して、樹脂組成物の温度の上昇を効果的に抑制することができる。同様の観点から、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂は、粒径が $106 \mu\text{m}$ 以下の割合が、 15 質量%未満であることがより好ましく、 10 質量%未満であることがさらに好ましい。

【0083】

なお、上述したPPE圧縮粉碎工程は、押出機を用いた溶融混練工程と、連続的に実施してもよく、非連続的に実施してもよい。ただし、溶融混練工程は、PPE圧縮粉碎工程で得られた圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂を一定期間保管した後に実施するなどのように、上述したPPE圧縮粉碎工程とは非連続的に実施するのが通常である。

【0084】

本実施形態の別態様において好ましい熱可塑性樹脂組成物は、ポリフェニレンエーテル系樹脂 $20 \sim 98$ 質量部と、ポリスチレン系樹脂 $2 \sim 80$ 質量部とを含む熱可塑性樹脂と、ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリスチレン系樹脂との合計 100 質量部に対して $0 \sim 50$ 質量部の難燃剤とを含むものである。

本実施形態の別態様において特に好ましい熱可塑性樹脂組成物は、ポリフェニレンエーテル系樹脂 $30 \sim 90$ 質量部と、ポリスチレン系樹脂 $10 \sim 70$ 質量部とを含む熱可塑性樹脂と、ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリスチレン系樹脂との合計 100 質量部に対して $0 \sim 50$ 質量部の難燃剤とを含むものである。

なお、「 0 質量部含む」とは、含まないことを指すものとする。

【0085】

本実施形態の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法により製造される熱可塑性樹脂組成物ペレットは、電気・電子部品、OA部品、自動車部品等に好適に用いることができる。

【実施例】

【0086】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は下記の実施例に何ら限定されるものではない。

【0087】

(実施例1)

<押出機及びその下流側の装置の構成>

図1(A)に示すような装置構成を採用し、押出機として、同方向回転二軸押出機(東芝機械社製のTEM58SS(12バレル))を使用した。

バレル構成、及び各装置の条件は、下記の通りとした。

バレル1 : 第一供給口(トップフィードバレル、重量式フィーダーA、重量式フィーダーB)

バレル2 : クローズドバレル

バレル3 : クローズドバレル

バレル4 : クローズドバレル

バレル5 : 第二供給口(サイドフィード(液添)バレル)

バレル6 : クローズドバレル(第一混練ゾーン)

バレル7 : クローズドバレル

バレル8 : クローズドバレル

バレル9 : クローズドバレル(第二混練ゾーン)

バレル10 : 真空ベント

バレル11 : クローズドバレル

バレル12 : クローズドバレル

バレルの設定温度: 280℃、ダイ部の設定温度: 280℃。

【0088】

バレル1とバレル2には、粉体原料を高搬送する1条スクリューを用い、バレル3~5には2条スクリューを用いた。バレル6に第一混練ゾーンを設置し、バレル9に第二混練ゾーンを設置した。また、バレル10に設けた真空ベントにより、-0.09MPaで脱気することとした。

第一混練ゾーンのスクリュー構成は、右回りニーディングブロック、中立ニーディングブロック、右回り切欠き2条スクリューの圧縮効果の少ないスクリューを適宜組み合わせた。

また、第二混練ゾーンのスクリュー構成は、第一混練ゾーンのスクリューに、左回りニーディングブロック、左回りスクリュー、左回り一条切欠きスクリュー等の圧縮効果の高いスクリューを少なくとも1個使用し、適宜組み合わせた。

【0089】

スクリーンチェンジャー部: プレーカープレートに、(上流側) #20/#40/#80/#20(下流側)(#20: 20番金属メッシュ)の構成で、金属メッシュを取り付けた。

マニホールド部: マニホールド角度 θ 1: 60°

ダイプレート部: 図2(B)に示す構成のダイプレート部を用い、オリフィスの内径D=4.0mm、オリフィスの長さL=6.0mm、オリフィス列の数: 1、オリフィス1

列当たりのオリフィスの数：25個とした。

【0090】

冷却装置：幅：600mm×長さ：6000mmのストランド冷却槽を用いた。冷却水の水温：40℃±3℃、水深：100mmとし、ストランドガイドローラーを4つ設置した。ストランドガイドローラーは、少なくともストランドが入水した地点に設置し、両端のストランドが中心に寄ってくることをないように、軸周りの回転しない固定型のものとした（図1（C）参照）。オリフィスの開口部から冷却装置までの距離L1（オリフィス出口と液面との鉛直距離）を120mmとした。ストランドの冷却水に浸漬している部分の長さを2000mmとし、浸漬後のストランドの表面に付着した水は、エアワイパーを用いて除くこととした。

【0091】

ペンタイザー：幅300mmの回転刃を用いた。長さ3mm×径3mmの円柱状ペレットを目標とした。ペレタイザー入口におけるストランド温度を140℃とした。引取速度を100m/分とした。

ペレット冷却機：出口温度50℃

ペレット選別機：振動篩を用いた。長いペレット、連粒（双子）ペレット、切粉（小粒径ペレット）を排除した。

外潤剤添加装置：ペレット表面に、エチレンビスアマイドを0.03質量部添加

ペレット搬送装置：押し込み式のニューマー、送風量：30m³/hr

金属選別機：ダイカ株式会社製の高感度選別機 ダイアレスター

異物選別機：株式会社クボタ製の異物選別機 PLATON 11

切粉分離機：株式会社カワタ製のゼノフィルター

中間タンク：使用せず

製品タンク：容量：3m³

金属探知器：製品タンクの出口に、13000ガウスのマグネットを、1列3個で計3列設けた。

そして、袋詰めは、25kg袋を用いて行った。

【0092】

<測定・評価方法>

実施例1（並びに実施例2～18及び比較例1～7）での熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造に関しては、以下の測定・評価を行った。

【0093】

(0) 平均滞留時間T

樹脂組成物の密度を、実施例1～4、12～17、比較例1～6では1.1g/cm³、実施例5～10、18、比較例7では1.5g/cm³、実施例11では1.56g/cm³とし、全オリフィスの内容積Vを容積流量Qで割った値を平均滞留時間T（ミリ秒）とした。

【0094】

(1) 樹脂組成物の温度測定

熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造において、ダイプレートからバレル1に向かう方向に見て、右から10番目のオリフィスの開口部から排出されたストランドに、温度計（安

立計器株式会社製のハンディタイプ温度計HD-1100)のセンサーの先端を差して、樹脂組成物の温度(℃)を測定した。

【0095】

(2) ダイ部における圧力測定

熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造において、マニホールド部の上部に設置したダイ圧計(理化学工業株式会社製のCZ-200P)を用いて、ダイ部における圧力(MPa)を測定した。

【0096】

(3) メヤニ発生量レベルの評価

熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造において、ストランドが排出され始めてから10分間にダイプレートのオリフィスの開口部(ストランドの排出口)で発生したメヤニのサイズを、ノギスを用いて測定した。判定は下記判定基準に従って行った。

<判定基準>

- 1:メヤニ長さ1mm以下。
- 2:メヤニ長さ3mm以下。
- 3:メヤニ長さ5mm以下。
- 4:メヤニ長さ7mm以下。
- 5:メヤニ長さ10mm以下。
- 6:メヤニ長さ15mm以下。
- 7:メヤニ長さ15mm超。

【0097】

(4) ストランド安定性の評価

熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造において、ストランドが排出され始めてから20分後のストランドの状態を観察して、下記判定基準に従って評価した。

<判定基準(判定点:ストランドの安定性の様子)>

- 1:ストランド全数が、ストランドカール・ストランド切れとも無。
- 2:ストランドの両端だけか一方のストランドがカールするが、切れない状態。
- 3:ストランドの両端方向のストランドの数本がカールするが、切れない状態。
- 4:ストランドの両端方向のストランドの1~数本がカールし、切れる状態。
- 5:ストランドが頻繁に切れる状態。

なお、ストランドカールとは、ストランドが捻じれることである。ストランド切れとは、ストランドが切れてストランドが引けなくなることである。

【0098】

(5) ペレット良品率の算出

熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造において、ストランドが排出され始めてから1時間後に、ペレタイザー出口シュートを切り替えることにより、5kgのペレットをサンプリングした。そして、サンプリングしたペレットについて、ペレット選別機を用いて、長いペレット、双子ペレット、小粒径ペレットを選別した。ここで、長いペレット、双子ペレット、小粒径ペレットの合計量の1時間平均量W(kg/hr)を計算し、下記式に従って、Wと押出量Q(kg/hr)とから良品率(%)を求めた。

$$A(\%) = (Q - W) / Q \times 100$$

【0099】

<熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造>

75質量部のポリフェニレンエーテル系樹脂（旭化成プラスチックシンガポール社製、S201A）（「PPE3」とする。）を、押出機の重量式フィーダーAに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。また、ポリスチレン系樹脂としての、4質量部のハイインパクトポリスチレン（HIPS）（ペトロケミカル社製、製品名：CT60）、3質量部のゼネラルパーパスポリスチレン（GPPS）（PSジャパン製、製品名：685）、1質量部のポリエチレン（旭化成ケミカルズ社製、製品名：M1804）、及び4質量部の水素添加スチレン・エチレンブロック共重合体（SEBS）（シェル社製、製品名：G1651）と、0.6質量部の安定剤（イルガノックス1010／アデカスタブPEP36＝1：2）とをタンブラーで混合した混合物12.6質量部を、押出機の重量式フィーダーBに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。

12質量部の難燃剤（大八化学社製、製品名：CR731）を、バレル5に取り付けた液添注入ノズルを介して、液添重量式フィーダーで第二供給口に供給した。

押出量1000kg/h、スクリュウ回転数500rpmに設定するとともに、バレル6に設置した第一混練ゾーンにおいて、第一供給口から供給した原材料と第二供給口から供給した難燃剤とを軽く混ぜた後、バレル9に設けた第二混練ゾーンで完全熔融させ、熱可塑性樹脂組成物を得た。次いで、押出機の先端部に設けられたダイプレートで、熔融状態の熱可塑性樹脂組成物をストランドにし、ペレタイザーでカッティングする等の工程を経て、熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造した。

【0100】

その結果、実施例1では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

なお、実施例1及び後述する各例における詳細な条件及び評価結果を、表1～表3、表5にまとめた。

【0101】

（比較例1）

オリフィスの長さLを10.0mm（ $L/D=2.5$ ）にしたこと以外は、実施例1と同様に実施した。その結果、メヤニ発生量が増え、ストランド切れが多くなった。

【0102】

（比較例2）

オリフィスの内径Dを3.0mm、オリフィスの長さLを4.5mmにしたこと以外は、実施例1と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力が上昇するとともに、樹脂組成物の温度も上がるので、押出量を440kg/hに落としたが、それでも、ダイ部における圧力が上がり、樹脂組成物の温度も高く、メヤニ発生量も多く、ストランド切れも多かった。

【0103】

（比較例3）

オリフィスの長さLを1.0mm（ $L/D=0.25$ ）にしたこと以外は、実施例1と同様に実施した。その結果、オリフィスでの整流効果がなくなり、ストランド切れが至るところで発生した。

【0104】

(比較例4)

オリフィスを比較例1と同じものにして、押出量を 375 kg/hr とし、回転数を 250 rpm にしたこと以外は、実施例1と同様に実施した。その結果、平均滞留時間 T が長くなり、メヤニ発生量が増えて、ストランド切れが多くなった。

【0105】

(実施例2～4)

実施例2では、特に、HIPS及びGPPSをSEBSに置き換え、実施例3及び実施例4では、バレル8に更なるサイドフィーダー（第三供給口）を取り付けて、HIPSの一部をサイドフィーダーに投入し、第三供給口から供給したこと以外は、実施例1と同様に実施した。

その結果、実施例2～4では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0106】

(実施例5)

配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。実施例5では、特に、ガラス繊維30質量部を、バレル8に取り付けたサイドフィーダーに投入し、第三供給口から供給した。

その結果、実施例5では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0107】

(実施例6、7)

配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。

実施例6では、ダイプレートの表面（ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面）にニューカナック処理を施し、表面硬度（HV硬度）を1000とした。

実施例7では、ダイプレートの表面（ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面）に窒化チタンアルミ（TiAlN）蒸着処理を施し、表面硬度を3500とした。

その結果、実施例6、7では、いずれも、メヤニ発生量は大幅に減り、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0108】

(実施例8、9)

配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。

実施例8では、ダイプレートの25個のオリフィスのうち、中心部の15個のオリフィスの長さ L (L_c)を 5.0 mm とし、この15個よりもダイプレートの幅方向について外側に位置する、両外側5個ずつのオリフィスの長さ L を段階的に 0.3 mm ずつ小さくしていき、最外端のオリフィスの長さ L_o を 3.5 mm ($L_o/L_c = 3.5/5.0$)にした。

実施例9では、ダイプレートの25個のオリフィスのうち、中心部の15個のオリフィ

スの内径D (Dc) を5.0 mmとし、この15個よりもダイプレートの幅方向について外側に位置する、両外側5個ずつのオリフィスの内径Dを段階的に0.1 mmずつ大きくしていき、最外端のオリフィスの内径Doを5.5 mm (Do/Dc=5.5/5.0) にした。

その結果、実施例8、9では、いずれも、実施例5と比較して、ストランド安定性が向上した。

【0109】

(実施例10)

配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。

その結果、実施例10では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0110】

(実施例11)

配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。実施例11では、特に、ガラス繊維の代わりにマイカを使った。

その結果、実施例11では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0111】

【表1】

			実施例1	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9	実施例10	実施例11
配合成分	PPES (S201A)	第一供給口 (トップ1)	75	75	75	75	75	75	85	90	45	45	45	45	45	45	45
	PPS (CT60)	その他の 熱可塑性樹脂	4	4	4	4	4	0	8	10	5	5	5	5	5	5	5
	GPPS (685)		3	3	3	3	3	0	-	7	10	10	10	10	10	-	-
	ポリエチレン		1	1	1	1	1	1	2	2	-	-	-	-	-	-	-
	SEBS (G1651)		4	4	4	4	4	11	2	2	-	-	-	-	-	-	-
	安定剤等	第一供給口 (トップ2)	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.8	0.8	1.8	0.8	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
	難燃剤		12	12	12	12	12	13	13	-	-	-	-	-	-	10	10
	HiPS		-	-	-	-	-	10	16	10	10	10	10	10	10	10	10
	ガラス繊維		-	-	-	-	-	-	-	30	30	30	30	30	30	30	-
	マイカ	第三供給口	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	30
オリフィス条件	オリフィスの内径D	mm	4.0	4.0	3.0	4.0	4.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	Do=5.0 Dc=5.5	5.0	5.0
	オリフィスの長さL	mm	6.0	10.0	4.5	1.6	10.0	4.0	5.0	5.0	5.0	5.0	5.0	Lo=5.0 Lc=3.5	5.0	5.0	5.0
	L/D	-	1.5	2.5	1.5	0.25	2.5	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	0.7~1.0	1.0~1.1	1.0	1.0
	径数	個	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
	表面処理の有無	-	無	無	有	無	有	無	無	無	有	有	有	有	有	無	有
運転条件など	押出量	kg/h	1000	1000	440	1000	375	1000	1500	1500	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	スクリーン回転数	rpm	500	500	250	500	250	500	1000	1000	700	700	700	700	700	700	800
	オリフィスの開口部から 冷却装置までの距離L1	mm	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120	120
	1オリフィス当たりの流量	kg/h	40	40	18	40	15	40	60	60	40	40	40	40	40	40	40
	平均滞留時間T	ミリ秒	7.5	12.4	7.2	1.2	33.2	8.0	6.5	6.5	13.2	13.2	13.2	9.3	10.3	13.2	13.2
結果	樹脂組成物の温度	℃	347	360	375	324	364	340	344	330	357	356	354	351	350	348	354
	ダイ部における圧力	MPa	4.1	8.4	8.3	0.8	2.8	2.7	1.8	1.5	4.8	4.7	4.6	3.6	3.7	4.1	3.9
	メヤニ発生量レベル	-	3	7	8	-	8	1	3	3	4	1	1	2	2	4	4
	ストランド安定性	-	2	4	4	5	4	1	2	2	3	2	2	1	1	3	3
	ペレット良品率	%	97.4	91	92	48	94.2	89.2	87.4	87.5	86.3	98.4	98.2	98.3	98.1	98.8	95.2

【0112】

(実施例12~15)

バレル1に第一供給口を設置し、バレル3、4に第一混練ゾーンを設置し、バレル5に真空ベントを設置し、バレル6に第二供給口（難燃剤）を設置し、バレル8に第三供給口

(HIPS)を設置し、バレル11に第四供給口(難燃剤)を設置するバレル構成にする
とともに、配合成分や条件などを表1に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様
に実施した。

実施例12、13では、特に、難燃剤を供給しなかった。

また、実施例13では、PPE3に代えて、分子量がより低いポリフェニレンエーテル
系樹脂(旭化成プラスチックシンガポール社製、S202A)('PPE4'とする。)を
用いた。

また、実施例14、15では、難燃剤の量が多いことから、第二供給口及び第四供給口
から分割して供給をした。

その結果、実施例13では、用いたポリフェニレンエーテル系樹脂の分子量が低いので、
樹脂組成物の温度が低くなる分、メヤニ発生量は減り、また、ダイ部における圧力、スト
ランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

実施例14、15では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、スト
ランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0113】

(実施例16)

実施例1の装置の構成のうち、ストランド冷却槽を、ストランドガイド(図1(B)の
3b)に代えた。ストランドガイドとして、幅:600mm×長さ:1500mmであり、
幅10.7mmの流路を20個備える部材を用いた。流路の幅及び流路の数は、ダイプレ
ートに設けられたオリフィスの間隔及び数に合わせたものである。流路の延在方向と水平
面とのなす傾斜角度 θ_2 は、 75° とした。オリフィスの延在方向と流路の延在方向との
なす傾斜角度 θ_3 は、 15° であった。ストランドガイドには、湿式ペレタイザー及び脱
水装置を取り付けて、ペレット選別機(振動篩い)以降につなげた。そして、これらの点
以外は実施例1と同様にペレットの製造を実施した。

実施例16では、オリフィス出口とストランドガイドの鉛直距離は200mmであった。

実施例16では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド
安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0114】

(比較例5)

配合成分や条件などを表2に示すものに変更したこと以外は、実施例16と同様に実施
した。

比較例5では、オリフィスの長さLを15.0mmにした。

その結果、比較例5では、オリフィスの長さが長い分、メヤニは増え、ストランドは不
安定さが増し、良品率が低下した。

【0115】

【表2】

表2

			実施例 12	実施例 13	実施例 14	実施例 15	実施例 16	比較例 5
配合成分	PPE3(S201A)	第一供給口 (トップ1)	70	—	—	60	70	70
	PPE4(S202A)		—	70	55	—	—	—
	GPPS(685)	その他の 熱可塑性樹脂	10	—	—	—	10	10
	HIPS(CT60)		10	10	5	5	10	10
	安定剤		0.6	0.6	0.6	0.6	0.6	0.6
	難燃剤	第二供給口	—	—	10	10	—	—
	HIPS(CT60)	その他の 熱可塑性樹脂	10	20	10	10	10	10
	難燃剤		—	—	20	15	—	—
オリフィス 条件	オリフィスの内径D	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	6.0	6.0
	オリフィスの長さL	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	6.0	15.0
	L/D	—	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	2.5
	個数	個	25	25	25	25	20	20
運転条件 など	押出量	kg/h	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	スクリー回転数	rpm	500	500	1300	1200	500	500
	オリフィスの開口部から 冷却装置までの距離L1	mm	120	120	120	120	200	200
	1オリフィス当たりの流量	kg/h	40	40	40	40	50	50
	平均滞留時間T	ミリ秒	5.0	5.0	5.0	5.0	13.4	33.6
結果	樹脂組成物の温度	℃	360	343	312	334	360	386
	ダイ部における圧力	MPa	5.2	3.7	1.6	0.8	4.1	9.5
	メヤニ発生量レベル	—	3	2	3	3	3	5
	ストランド安定性	—	2	1	2	2	2	4
	ペレット良品率	%	97.6	98.3	98.4	97.6	99.2	93.1

【0116】

(実施例17)

バレル1に第一供給口を設置し、バレル3、4に第一混練ゾーンを設置し、バレル5に真空ベントを設置し、バレル6に第二供給口を設置し、バレル9に第二混練ゾーンを設置し、バレル10に真空ベントを設置するバレル構成にするとともに、配合成分や条件などを表3に示すものに変更したこと以外は、実施例1と同様に実施した。

実施例17では、製品タンクにおいて、ポリアミド系樹脂の吸湿防止のため、露点：－40℃、絶対湿度：0.119 g/m³の乾燥空気を供給した。また、熱可塑性樹脂としてポリアミド系樹脂（ナイロン66）（1300S、旭化成株式会社製）を、安定剤としてマスターバッチ（銅/1300S＝10：90）を用いた。

その結果、実施例17では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0117】

(比較例6)

配合成分や条件などを表3に示すものに変更したこと以外は、実施例17と同様にペレ

ットの製造を実施した。

比較例 6 では、オリフィスの長さ L を 10 mm にした。

その結果、比較例 6 では、樹脂組成物の温度が高くなり、メヤニ発生量が増え、ストランドが不安定になり、ペレット良品率が低下した。

【0118】

(実施例 18)

配合成分や条件などを表 3 に示すものに変更したこと以外は、実施例 17 と同様にペレットの製造を実施した。

実施例 18 では、ガラス繊維を第二供給口から供給した。

その結果、実施例 18 では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度、メヤニ発生量、ストランド安定性、ペレット良品率が良好であった。

【0119】

(比較例 7)

配合成分や条件などを表 3 に示すものに変更したこと以外は、実施例 18 と同様にペレットの製造を実施した。

比較例 7 では、オリフィスの長さ L を 10 mm にした。

その結果、比較例 7 では、樹脂組成物の温度が高くなり、メヤニ発生量が増え、ストランドが不安定になり、ペレット良品率が低下した。

【0120】

【表 3】

表3

			実施例 17	比較例 6	実施例 18	比較例 7
配合成分	ナイロン66	第一供給口	100	100	70	70
	安定剤		1.0	1.0	1.0	1.0
	ガラス繊維	第二供給口	—	—	30	30
オリフィス 条件	オリフィスの内径D	mm	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの長さL	mm	4.0	10.0	4.0	10.0
	L/D	—	1.0	2.5	1.0	2.5
	個数	個	29	29	29	29
運転条件 など	押出量	kg/h	1300	1300	1300	1300
	回転数	rpm	800	800	800	800
	オリフィスの開口部から 冷却装置までの距離L1	mm	120	120	120	120
	1オリフィス当たりの流量	kg/h	45	45	45	45
	平均滞留時間T	ミリ秒	4.4	11.1	4.4	11.1
結果	樹脂組成物の温度	℃	311	353	349	374
	ダイ部における圧力	MPa	1.4	5.9	3.9	8.4
	メヤニ発生量レベル	—	2	4	2	4
	ストランド安定性	—	2	5	3	5
	ペレット良品率	%	98.8	94.1	99	92.3

【0121】

(実施例19)

<PPE1 (圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂) の調製>

市販されたポリフェニレンエーテル系樹脂であるPPE3を、ホソカワミクロン製造粒装置(装置名:CS-75、直径400mm、幅120mm)を用いて、酸素濃度1体積%の条件下で、ロールクリアランス1.5mm、ロール回転数7rpm、線圧6kN/cmの条件で圧縮し、板状のポリフェニレンエーテル系樹脂を得た。次いで、この板状のポリフェニレンエーテル系樹脂を、ホソカワミクロン製フレーククラッシャー(装置名:FC-200)、φ3mmのスクリーンを用いて粉碎(整粒)し、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂であるPPE1を得た。

【0122】

なお、PPE1、PPE3、PPE4及び後述するPPE2について、平均粒径、106μm以下の割合、かさ密度、及び還元粘度を、以下の方法に従って求めた。

【0123】

<平均粒径>

JIS Z 8815のふるい分け試験法に準じて、篩い網の目開きが2360、1700、1180、850、600、425、300、212、150、106及び75μmの篩いを縦に並べ、一番下に受皿を配置して篩いを固定させ、サンプルを100g投入後、振とう機で振動させて、各篩いに残った粒子の重さを測定した。目開き2360μm

の篩いに残ったサンプルの粒径は $3000\mu\text{m}$ と $2360\mu\text{m}$ の単純平均値とし、 $1700\mu\text{m}$ に残ったサンプルの粒径は、 2360 と 1700 の単純平均値とし、一番下の受皿のサンプル粒径は $75\mu\text{m}$ の半分の $37.5\mu\text{m}$ として、篩いの目開き径と粒子量(質量%)との関係を図示し、累積 50% の値を平均粒径とした。結果を表4に示す。

【0124】

<粒径が $106\mu\text{m}$ 以下の割合>

上記の振とう機による各篩いの振動により、目開きが $106\mu\text{m}$ の篩いを通じた粒子の割合を重量比で求めた。結果を表4に示す。

【0125】

<かさ密度>

JIS K5101に準拠して、かさ密度(ゆるめ)を測定した。結果を表4に示す。

【0126】

<還元粘度>

ウベローデ粘度計を用いて、クロロホルム溶媒、 30°C 、 0.5g/dl 溶液で還元粘度(g/dl)を測定した。結果を表4に示す。

【0127】

【表4】

表4

	平均粒径 (累積50%)	106 μm 以下 の割合	かさ密度	還元粘度
	μm	質量%	g/cm^3	g/dl
PPE1	1200	5	0.63	0.51
PPE2	800	12	0.59	0.51
PPE3	580	14	0.55	0.51
PPE4	470	19	0.52	0.41

【0128】

<押出機及びその下流側の装置の構成>

図1(A)に示すような装置構成を採用し、押出機として、同方向回転二軸押出機(東芝機械社製のTEM58SX 12バレル)を使用した。

バレル構成、及び各装置の条件は、下記の通りとした。

バレル1 : 第一供給口(トップフィードバレル、重量式フィーダーA、重量式フィーダーB、第一供給口の酸素濃度 3.0 体積%)

バレル2 : クローズドバレル

バレル3 : クローズドバレル

バレル4 : クローズドバレル

バレル5 : 第二供給口(サイドフィード(液添)バレル)

バレル6 : クローズドバレル

バレル7 : クローズドバレル(第一混練ゾーン)

バレル8 : 第三供給口(サイドフィードバレル)

バレル9 : クローズドバレル (第二混練ゾーン)

バレル10 : 真空ベント

バレル11 : クローズドバレル

バレル12 : クローズドバレル

バレルの設定温度 : 280℃、ダイ部の設定温度 : 280℃。

【0129】

バレル1とバレル2には、粉体原料を高搬送する1条スクリューを使い、バレル3～5には2条スクリューを用いた。バレル7に第一混練ゾーンを設置し、バレル8に第三供給口を設置し、バレル9に第二混練ゾーンを設置した。また、バレル10に設けた真空ベントにより、 -0.09MPa で脱気をすることとした。

第一混練ゾーンのスクリュー構成は、右回りニーディングブロック、中立ニーディングブロック、右回り切欠き2条スクリューの圧縮効果の少ないスクリューを適宜組み合わせた。

また、第二混練ゾーンのスクリュー構成は、第一混練ゾーンのスクリューに、左回りニーディングブロック、左回りスクリュー、左回り一条切欠きスクリュー等の圧縮効果の高いスクリューを少なくとも1個使用し、適宜組み合わせた。

【0130】

スクリーンチェンジャー部 : プレーカープレートに、(上流側) #20/#40/#80 / #20 (下流側) (#20 : 20番金属メッシュ) の構成で、金属メッシュを取り付けた。

マニホールド部 : マニホールド角度 $\theta 1 : 60^\circ$

ダイプレート部 : 図2(B)に示す構成のダイプレート部を用い、オリフィスの内径 $D = 4.0\text{mm}$ 、オリフィスの長さ $L = 6.0\text{mm}$ 、オリフィス列の数 : 1、オリフィス1列当たりのオリフィスの数 : 25個とした。

【0131】

冷却装置以降の装置構成は、実施例1と同様とした。

【0132】

<測定・評価方法>

実施例19 (並びに実施例20～31、比較例8～11及び参考例1～3) での熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造に関しては、以下の測定・評価を行った。

【0133】

(0) 平均滞留時間 T

樹脂組成物の密度を、実施例19～26、参考例1、比較例8～11では 1.1g/cm^3 、実施例27では 1.3g/cm^3 、実施例28では 1.36g/cm^3 、実施例29では 1.51g/cm^3 、実施例30、参考例2では 1.1g/cm^3 、実施例31、参考例3では 0.95g/cm^3 とし、全オリフィスの内容積 V を容積流量 Q で割った値を平均滞留時間 T (ミリ秒) とした。

【0134】

(1) 樹脂組成物の温度測定

実施例1と同様のやり方で測定した。

【0135】

(2) ダイ部における圧力測定

実施例1と同様のやり方で測定した。

【0136】

(3) 酸化劣化物数レベルの評価

酸化劣化物数の評価は、プレス金型を用いて、熱可塑性樹脂組成物ペレットを250℃で圧縮成型することで、直径180mm、厚み1mmの平板を5枚作製した。平板の表面にできた黒点を酸化劣化物として、その数を数えることで、酸化劣化物数の評価を行った。具体的には、5枚の平板の表裏面を10倍のルーペを用いて目視で観察し、最大径が200μm未満の黒点を1点、及び200μm以上の黒点を3点とし、点数化した。

【0137】

(4) メヤニ発生量レベルの評価

実施例1と同様のやり方で評価した。

【0138】

(5) ストランド安定性の評価

実施例1と同様のやり方で評価した。

【0139】

<熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造>

65質量部のPPE1を、押出機の重量式フィーダーAに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。また、ポリスチレン系樹脂としての、4質量部のハイインパクトポリスチレン(HIPS)(ペトロケミカル社製、製品名:CT60)、3質量部のゼネラルパーバスポリスチレン(GPPS)(PSジャパン製、製品名:685)、1質量部のポリエチレン(旭化成ケミカルズ社製、製品名:M1804)、及び4質量部の水素添加スチレン・エチレンブロック共重合体(SEBS)(Kraton Polymers社(米国)製、製品名:G1651)と、0.6質量部の安定剤(イルガノックス1010/アデカスタブPEP36=1:2)とをタンブラーで混合して得られた混合物12.6質量部を、押出機の重量式フィーダーBに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。

12質量部の難燃剤(大八化学社製、製品名:CR731)を、バレル5に取り付けた液添注入ノズルを介して、液添重量式フィーダーで第二供給口に供給した。

13質量部のハイインパクトポリスチレン(HIPS)(ペトロケミカル社製、製品名:CT60)を、バレル8の第三供給口に供給した。

押出量1000kg/hr、スクリュウ回転数を840rpmに設定するとともに、バレル7に設けた第一混練ゾーンにおいて、第一供給口から供給した原材料と第二供給口から供給した難燃剤とを軽く混ぜた後、バレル8の第三供給口からHIPSを供給し、バレル9に設けた第二混練ゾーンで完全溶融させ、熱可塑性樹脂組成物を得た。次いで、押出機の先端部に設けられたダイプレートで、溶融状態の熱可塑性樹脂組成物をストランドにし、ペレタイザーでカッティングする等の工程を経て、熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造した。

【0140】

その結果、実施例19では、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0141】

(参考例1)

PPE1をPPE3に変えたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、実施例19に比べ、酸化劣化物の数とメヤニ発生量が増えた。

【0142】

(実施例20)

<PPE2(圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂)の調製>

上述したPPE1の調製において、線圧を3kN/cmとしたこと以外は、PPE1の調製と同条件とし、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂であるPPE2を得た。

【0143】

<熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造>

そして、PPE1をPPE2に変えたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、実施例19と同様に、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0144】

(比較例8)

押出機の押出量を250kg/hrに設定するとともに、スクリー回転数を、押出量/回転数の比を実施例19と同一にするべく210rpmに設定したこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、平均滞留時間Tが長くなり(30ミリ秒)、酸化劣化物の数及びメヤニ発生量が増えて、ストランド切れが多くなった。

【0145】

(比較例9)

オリフィスの長さLを10.0mm($L/D=2.5$)にしたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、酸化劣化物の数及びメヤニ発生量が増えて、ストランド切れが多くなった。

【0146】

(比較例10)

オリフィスの長さLを1.0mm($L/D=0.25$)にしたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、オリフィスでの整流効果がなくなり、ストランド切れが至るところで発生した。

【0147】

(比較例11)

オリフィスの内径Dを2.5mm、オリフィスの長さLを3.8mmにしたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力が上昇するとともに樹脂組成物の温度も上がり、酸化劣化物の数とメヤニ発生量も多くなり、ストランド切れも多かった。

【0148】

(実施例21)

オリフィスの長さLを4.0mm($L/D=1.0$)にしたこと以外は、実施例19と同様に実施した。その結果、実施例19と同様に、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0149】

(実施例 22)

PPE1の供給量を50質量部に変え、第三供給口からのHIPSの供給量を28質量部に変えたこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、実施例21と同様に、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0150】

(実施例 23)

ダイプレートの表面（ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面）にニューカナック処理を施し、表面硬度（HV硬度）を1000としたこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、実施例21よりもメヤニ発生量が減り、また、酸化劣化物の数も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0151】

(実施例 24)

ダイプレートの表面（ダイプレートのオリフィスが開口する面及びオリフィスの内面）に窒化チタンアルミ（TiAlN）蒸着処理を施し、表面硬度（HV硬度）を3500としたこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、実施例21よりもメヤニ発生量が減り、また、酸化劣化物の数も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0152】

(実施例 25)

ダイプレートの25個のオリフィスのうち、中心部の15個のオリフィスの長さ L （ L_c ）を4.0mmとし、この15個よりもダイプレートの幅方向について外側に位置する、両外側5個ずつのオリフィスの長さ L を段階的に0.3mmずつ小さくしていき、最外端のオリフィスの長さ L_o を2.5mm（ $L_o/L_c = 2.5/4.0 = 0.625$ ）にしたこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、実施例21と比較して、ストランド安定性が向上した。

【0153】

(実施例 26)

ダイプレートの25個のオリフィスのうち、中心部の15個のオリフィスの内径 D （ D_c ）を4.0mmとし、この15個よりもダイプレートの幅方向について外側に位置する、両外側5個ずつのオリフィスの内径 D を段階的に0.1mmずつ大きくしていき、最外端のオリフィスの内径 D_o を4.5mm（ $D_o/D_c = 4.5/4.0 = 1.125$ ）にしたこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、実施例21と比較して、ストランド安定性が向上した。

【0154】

(実施例 27)

スクリーンチェンジャー部のブレーカープレートから金属メッシュを取り外すとともに、PPE1の供給量を50質量部に変え、第三供給口からのHIPSの供給量を8質量部に変え、20質量部のガラス繊維（日東紡社製、製品名：CSF-3PE-293）を第三供給口からさらに供給したこと以外は、実施例21と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0155】

(実施例28)

ガラス繊維をマイカ（北京厚信貿易有限公司製、製品名：BHTマイカ200-D）に変えたこと以外は、実施例27と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0156】

(実施例29)

PPE1の供給量を40質量部に変え、第三供給口からのガラス繊維の供給量を15質量部に変え、15質量部のマイカ（実施例28と同様）を第三供給口からさらに供給したこと以外は、実施例27と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0157】

(実施例30)

バレル3、4に第一混練ゾーンを設置し、バレル5に真空ベントを設置し、バレル6に第二供給口（重量式フィーダーC）を設置し、バレル7に第二混練ゾーンを設置し、バレル9に第三混練ゾーンを設置したこと以外は、実施例21と同様である押出機を用いた。

30質量部のPPE1を、押出機の重量式フィーダーAに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。また、熱可塑性樹脂としての10質量部の水素添加スチレン・エチレンブロック共重合体（SEBS）（Kraton Polymers社（米国）製、製品名：G1651）と、0.5質量部の無水マレイン酸と、0.6質量部の安定剤（イルガノックス1010／アジカスタブ＝1：2）とをブレンドしたものを、重量式フィーダーBに投入し、バレル1の第一供給口に供給した。さらに、熱可塑性樹脂としての60質量部のポリアミド系樹脂（ナイロン66）（旭化成株式会社製、製品名：1300S）を、重量式フィーダーCに投入し、バレル6の第二供給口に供給した。

そして、製品タンクにおいては、ポリアミド系樹脂の吸湿防止のため、乾燥空気発生装置を用い、露点： -40°C 、絶対湿度： 0.119 g/m^3 の乾燥空気を供給した。

そして、スクリー一回転数を500rpmに変えたこと以外は、実施例21と同様の運転条件として、バレル3、4に設けた第一混練ゾーンにおいて、第一供給口から供給した原材料を軽く混ぜた後、バレル6の第二供給口から供給した原材料を供給し、バレル7に設けた第二混練ゾーン及びバレル9に設けた第三混練ゾーンで完全溶融させ、熱可塑性樹脂組成物を得た。次いで、実施例21と同様に、押出機の先端部に設けられたダイプレートで、溶融状態の熱可塑性樹脂組成物をストランドにし、ペレタイザーでカッティングする等の工程を経て、熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造した。その結果、実施例21と同様に、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0158】

(参考例2)

PPE1をPPE3に変更したこと以外は、実施例30と同様に実施した。その結果、実施例30に比べ、酸化劣化物の数が増え、その分、ダイ部における圧力も上昇した。

【0159】

(実施例31)

無水マレイン酸を添加せず、また、ポリアミド系樹脂を、同量のポリプロピレン（日本ポリプロ社製ノバテックPP E A 9 F T）に変更したこと以外は、実施例30と同様に実施した。その結果、ダイ部における圧力、樹脂組成物の温度が良好であり、酸化劣化物及びメヤニ発生量も少なく、ストランド安定性も良好であった。

【0160】

(参考例3)

PPE1をPPE3に変更したこと以外は、実施例33と同様に実施した。その結果、実施例31に比べ、酸化劣化物の数が増え、その分、ダイ部における圧力も上昇した。

【0161】

【表5】

項目		実施例 19	参考例 1	実施例 20	比較例 8	比較例 9	比較例 10	比較例 11	比較例 21	実施例 22	実施例 23	実施例 24	実施例 25	実施例 26	実施例 27	実施例 28	実施例 29	実施例 30	参考例 2	実施例 31	参考例 3
配合成分	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	4%	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
	ポリ(1,3-ブタジエン- 2-yl)メタクリレート	0	0	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0	0	0
オリフィス 条件	オリフィスの内径D	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの長さL	mm	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
	オリフィスの形状	—	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円	円
	オリフィスの位置	mm	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
	オリフィスの角度	—	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°	90°
	オリフィスの材質	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの形状	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの位置	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの角度	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの材質	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
試験 結果	オリフィスの形状	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの位置	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの角度	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの材質	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの形状	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの位置	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの角度	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの材質	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
	オリフィスの形状	mm	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
	オリフィスの位置	kg/100g	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000

【0162】

なお、全実施例において、金属選別機、異物選別機を用いている。そのため、製品タンクの出口に設けた金属探知器（マグネット）に、金属の入ったペレットは実質的に存在しておらず、また、メヤニが付いたペレットも実質的に存在しておらず、ペレット中の切粉も100ppm未満であった。

【産業上の利用可能性】

【0163】

本発明によれば、ダイプレートのオリフィスの開口部における樹脂組成物の温度を低減することで、オリフィスの開口部でのメヤニの発生を抑制して、良質な熱可塑性樹脂組成物ペレットを製造することができる。

【符号の説明】

【0164】

1 押出機

2	ダイ部
2 1	ダイ接続部
2 2	スクリーンチェンジャー部
2 3	マニホールド部
2 4	ダイプレート部
2 4 o	オリフィス
3	冷却装置
3 a	ストランド冷却槽
3 b	ストランドガイド
3 b v	噴霧装置
4	ペレタイザー
5	ペレット冷却機
6	ペレット選別機
7	外潤剤添加装置
8	ペレット搬送装置
9	金属選別機
1 0	異物選別機
1 1	切粉分離機
1 2	中間タンク
1 3	製品タンク
1 4	金属探知機
1 5	乾燥空気発生装置
1 6	脱水装置
D	オリフィスの内径
D o	オリフィスの内径
D c	オリフィスの内径
L	オリフィスの長さ
L o	オリフィスの長さ
L c	オリフィスの長さ
θ 1	角度
θ 2	角度
θ 3	角度
L 1	オリフィスの開口部から冷却装置までの距離

【書類名】特許請求の範囲

【請求項 1】

内径Dが3.2～8mm、長さLが内径Dの0.3～2.0倍である複数個のオリフィスを有するダイブレードが装着された押出機を用い、熔融混練して熱可塑性樹脂組成物を得るとともに、前記熱可塑性樹脂組成物の前記オリフィスでの平均滞留時間Tを1～20ミリ秒として、熱可塑性樹脂組成物ストランドを得る工程と、

前記熱可塑性樹脂組成物ストランドをペレタイズして、熱可塑性樹脂組成物ペレットを得る工程と、

を有することを特徴とする、熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 2】

前記複数個のオリフィスのうち前記ダイブレードの幅方向の最外端に位置する前記オリフィスの長さL_oが、前記複数個のオリフィスのうち前記ダイブレードの幅方向の中心に最近接して位置する前記オリフィスの長さL_cの0.5～0.8倍である、請求項1に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 3】

前記複数個のオリフィスのうち前記ダイブレードの幅方向の最外端に位置する前記オリフィスの内径D_oが、前記複数個のオリフィスのうち前記ダイブレードの幅方向の中心に最近接して位置する前記オリフィスの内径D_cの1.05～1.3倍である、請求項1又は2に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 4】

前記ダイブレードの前記オリフィスが開口する面及び前記オリフィスの内面の少なくとも一部の表面硬度が800～5000である、請求項1～3のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 5】

前記押出機の下流側に、冷却装置、ペレタイザー、脱水装置、ペレット冷却機、ペレット選別機、外潤剤添加装置、ペレット搬送装置、金属選別機、異物選別機、切粉分離機、中間タンク、製品タンク、金属探知機、乾燥空気発生装置及び脱水装置からなる群から選ばれる少なくとも1つをさらに用いる、請求項1～4のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 6】

前記冷却装置が、冷却水が貯められた槽である、請求項5に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 7】

前記冷却装置が、その延在方向と水平面とのなす傾斜角度を30～85°とし、その一端から他端に向かって冷却水が流された流路である、請求項5に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

【請求項 8】

前記流路の少なくとも1箇所において、冷却水を吹き付ける、請求項7に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 9】

前記中間タンク及び／又は前記製品タンクが、前記熱可塑性樹脂組成物ペレットを均質

に混合するためのペレット混合装置を備える、請求項 5 に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 10】

前記熱可塑性樹脂組成物ペレットの少なくとも 95% が、外径 2～4 mm、長さ 2～4 mm となる、請求項 1～9 のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂ペレットの製造方法。

【請求項 11】

前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリアミド系樹脂、ポリフェニレンエーテル系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリカーボネート、ポリオレフィン系樹脂、ポリオキシメチレン、及びポリフェニレンサルファイドからなる群から選ばれる少なくとも 1 種の熱可塑性樹脂を含む、請求項 1～10 のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 12】

前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリフェニレンエーテル系樹脂と、その他の熱可塑性樹脂とを含む、請求項 1～11 のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 13】

前記その他の熱可塑性樹脂が、ポリアミド系樹脂、ポリスチレン系樹脂、ポリオレフィン系樹脂、及びポリフェニレンサルファイドからなる群から選ばれる少なくとも 1 種の熱可塑性樹脂である、請求項 12 に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 14】

前記熱可塑性樹脂組成物が、ポリフェニレンエーテル系樹脂 20～98 質量部と、ポリスチレン系樹脂 2～80 質量部とを含む熱可塑性樹脂と、前記ポリフェニレンエーテル系樹脂とポリスチレン系樹脂との合計 100 質量部に対して 0～50 質量部の難燃剤とを含む、請求項 12 又は 13 に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 15】

前記ポリフェニレンエーテル系樹脂を圧縮粉碎して、圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂を得る工程をさらに含み、

前記熱可塑性樹脂組成物が、前記圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂と、前記その他の熱可塑性樹脂とを熔融混練して得られる、請求項 12～14 のいずれか一項に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。

【請求項 16】

前記圧縮粉碎ポリフェニレンエーテル系樹脂は、平均粒径が 1000～3000 μm であり、粒径が 106 μm 以下の割合が 20 質量% 以下である、請求項 15 に記載の熱可塑性樹脂組成物ペレットの製造方法。