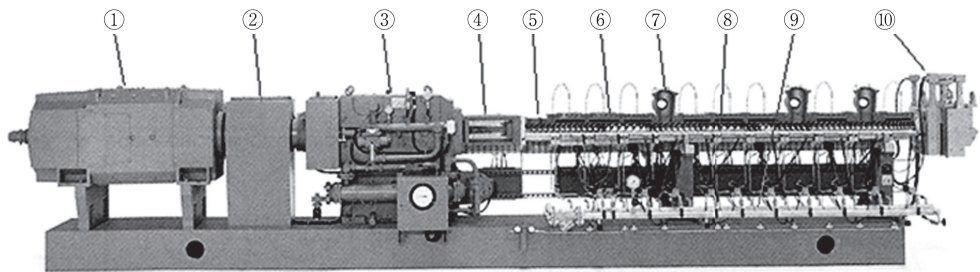


緒言

本書を手にとられた方々には、いろいろな方がいると思う。もしかしたら、本書を読むことによって2軸押出機の勉強を始めようとする方がいるかもしれない。そうした方々のために、まず2軸押出機がどんなものであるかを想像する手助けとなる機械装置図を示す。あるいは技術的な難問にぶつかっていて何とか出口を求めて模索している方がいるかもしれない。著者と同じ出発点に立って内容を検討するために、基本的な2軸押出機をイメージしたい。



- | | |
|---------------|---------|
| ①モータ | ⑥シリンダ |
| ②軸継手 | ⑦ベント |
| ③ギア、ベアリングボックス | ⑧2軸スクリュ |
| ④連結ボックス | ⑨冷却配管 |
| ⑤ホップ取り付け部 | ⑩ダイヘッド |

本図は主に2軸押出機を構成する各ユニットの外観であるが、どのようなからくりがあるかを想像しながら、本書を読んでいただきたい。構造上のからくりもさることながら、使用上、技術応用上のからくりも興味の湧く内容である。

2軸押出機の歴史は新しく、高々80年ほどである。著者が現在72歳であるから、著者の歴史とかぶっている。今や数十万台の2軸押出機が、世界の産業界で活躍している。

著者にとって2軸押出機は完全に完成された機種ではない。2軸押出機に関する最大の目標は、処理される材料の分散品質に関して、挙動も結果も事前に解明されることであるが、現状はとてもその段階には至っていない。現在は装置を用いて実験してみなければ最終的な品質がわからないという段階である。

以下の内容は、本書に記述する主なテーマに関するガイダンスである。

1. 2軸押出機の技術的な発展経緯，構成技術の詳細に関して.....第2章2項
(2軸押出機の各部品が持つ意味が理解でき，フィードネック，サージング現象など各ユニットに生じる問題点がわかり，解決に繋がる)
2. 種々のミキシングエレメントの特性とその応用に関して.....第2章3～4項
(2軸押出機の分散性能を決定するスクリュの情報が得られ，どのようなミキシングエレメントを採用すべきかなど容易な実験立案などに繋がる)
3. 各ゾーンの理解，スクリュの組方，スクリュ設計の考え方に関して.....第2章5項
(各目的ゾーンの理解が深まり，スクリュ全体を1技術体系として理解し，統一した技術体系の下で実験が進められるなど問題点解決に繋がる)
4. 分散品質を理論づくめで解析しようとするところみ.....第3章6～7項
(過去の解析技術が理解でき，問題点抽出に繋がる。先人の努力は我々の思考の中に根付いていることを着実に実感できる)
 - ・メルトフラクチャを有効に利用する.....第3章8項
(従来嫌がられていたメルトフラクチャを有効に利用すること，技術とはどこに有効な手段が潜んでいるか，知見力を広める礎になる)
5. 分散品質のスケールアップ(品質の事前予測)ができるか.....第7章15項
(スケールアップの問題点を理解でき，スケールアップ，相似実験への対処の仕方が自分の思考の中から創出できる)
 - ・品質相似実験(事前品質予測)ができる.....第7章15項
(時間無制約分散パラメータを用いて，実験実施前に事前品質予測ができる)
6. 分散品質を相対比較で解析しようとするところみ.....第4章9項
(2軸押出機内の樹脂流動に関しては相当精度の高い解析結果が得られるようになったが，コンピュータ解析がどこまで応用できるか，特に品質解析に迫る種々の解析法の現状がわかる)
7. 分散品質予測技術に関して.....第7章16項
(スケールアップ手法での緩和則の応用で品質が予測できる技術ができた。応用をお勧めする)
8. 2軸押出機で応用技術分野が確立されつつある領域
 - ・脱気技術に関して.....第6章12項，14項
(フラッシュ技術，注水技術，分圧技術による高純度樹脂を得る方法などを満載。超臨界脱気など派生技術展望などの知識が得られる)
 - ・ナノコンポジット，ポリマ(ナノ)アロイに関して.....第6章14項

- (ナノ分散の現状と問題点を通して、今後の開発要因がわかる。派生技術として、ナノ構造制御の新分野が創出され、注目分野である)
- ・リアクティブプロセッシングに関して..... 第5章11項
(主な注目点は、多元材料の複合構造制御であり、強度と弾力性両面で満足する材料を創出する研究段階にあり、研究の最先端に接することができる)
9. 従来のせん断力応用以外の伸長流動分散をどこまで応用できるか..... 第6章13項
(HDPE中へUHMWPEの分散ができる、分散粒子径がほぼ同一になるなど、伸長流動分散の方が優れている点が明らかとなり、分散に関する新しい分野が広がりつつある。スケールアップが容易に実現できる利点もある)
10. ナノ分散応用材料が2軸押出機に期待するもの..... 第5章10～11項
(ナノコンポジット、ナノアロイ材料側から見て、達成したい問題および実現に向けた解決策がわかる。グラフェンのナノ分散に関するメルトソリューション法を紹介し、グラフェン分散が、カーボンナノチューブの分散性をしのぐことが予想される内容が理解できる)
11. 操業上の問題点とその解決策
- ・付帯設備に関する内容..... 第2章2項、第8章17項
(付帯設備は2軸押出機の性能を左右する。最大限能力を発揮するために最適な構造を採用し、最適な条件で使用したい。それらの問題点と解決策がわかる)
 - ・スクリュ根元シール
 - ・酸素の混入防止
 - ・シリンダ、スクリュの損傷防止
 - ・樹脂温度計での測定、等級、設置方法
 - ・樹脂圧力計での測定、等級
 - ・フィーダの制御方法
 - ・フィーダ取り付け位置
 - ・正確な比エネルギーを求める
 - ・液体注入ノズル構造、注入システム
 - ・PIDチューニング
 - ・部品に付着する溶融樹脂をクリーニングする
 - ・冷却管内のスケールの制御
 - ・運転上の問題、押出機の性能に関するもの..... 第8章17項
(押出機の性能の限界を認識して、最大効果の出る応用領域を使用するための問題点と解決策がわかる)

第2章

2軸押出機および
応用技術開発の歴史と現状

4. スクリュ設計

材料を2軸押出機を用いて混練分散する時、どのような物性を得たいかの目標がある。そのためには有効なL/Dの長さのスクリュをまず設定して、その次にはスクリュをどのようなセグメントで構成するかを決定しなくてはならない。これをスクリュ設計と呼んでいる。3項に示す各ピース、セグメントを組み合わせて4項に示す効果を加味して自由に構成できるが、長い経験の中でスクリュ設計の考え方の基準が存在する。

図2-52に、コンパウンドに関するスクリュ設計の一例を示す。スクリュ構成に見られるように、スクリュ上に順に各々のゾーンを設定するのが一般である。

供給・移送ゾーン、溶融ゾーン、破碎分散ゾーン、分配分散ゾーン、均一化ゾーンおよび昇圧ゾーンがこの順序で主要ゾーンとして配置される。付随的に順番を問わず、複数設置が可能な付帯ゾーンとして、脱気ゾーン、サイドフィードゾーンがある。

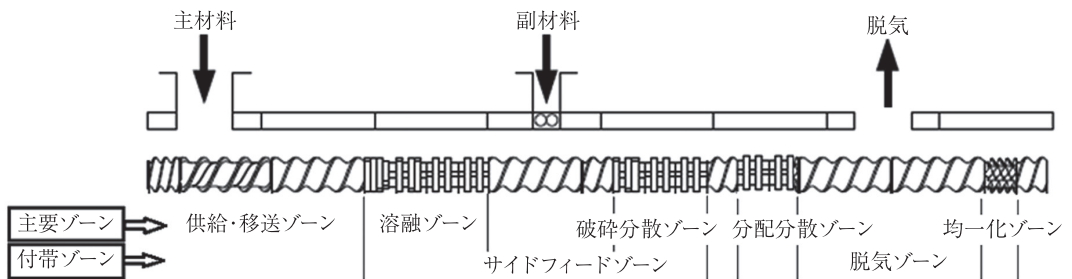


図2-52 2軸スクリュ上に設けられる各目的ゾーン

表2-4は各エレメントに関して樹脂の分散に使用する目的を分類する。○印(効果あり)は一様であるが、それぞれ詳細な特色を持っている。以下、そうした各ゾーンの特성에に関して記述する。

第3章

2軸押出機分散現象の評価技術

はじめに

これまで多くの研究を通して、2軸押出機内で発生する現象解析が進んできた。最終目的は、全ての現象の理論も明確な上に、数値解析できることである。しかし、まだまだ難解であるのが、分散品質を十分に解明できる段階に至っていないことである。分散対象のフィラ粒子などは不定形で、かつ無限大に近い数が存在するために現状では解析できない。ただ無限大数に近いフィラの挙動を解析できることが最終目的であるかは疑問が残る。そこには、2つの面が存在していると推測している。分散相の挙動を各分散相の単位で解明する手法(絶対的解析)と分散相が混ざった材料全体で分散を解明する手法(相対的解析)である。いずれも大切な概念である。本章は、この中の絶対的解析に迫ってみる。

1. せん断分散に対する従来の考え方

従来多くの高分子材料が開発され、実用化されたが、高分子材料の種類にも限界がある。さらに、単一高分子材料の物性では満足できない場合が多い。こうした状況に置かれた時の人間の知恵は、他物質と混ぜ合わせて、求める物性に近づけ、新しい物質として登場させようとする努力であった。複合材料として、無限種類に近いほどの可能性が生まれた。

この分野で、中心的役割を担う技術が分散である。多種の物質を混ぜ合わせる時、どのような方法で、どのような状態に混ぜ合わせたら求める物性に近づくかを極めることが、分散の目的である。本項では、分散理論および分散技術を解析する。

分散現象を純技術的に解明し、数値解析ができるようにする方法を「絶対的評価方法」と呼ぶことにする。一方、第4章で解説するが、分散現象を比較論的に解明し優劣をつけることはできるが、絶対的な数値解析はできない方法を「相対的評価方法」として扱う。

1.1 混練の目的は分散

一般に添加する物質の種類を選んで高分子材料中にできるだけ小さく、できるだけ均一に存在させることによって、求める物性まで向上できる可能性があることが確かめられている。ただ、タイヤ内のビードのように、大きな構造体として、多種の物質を組み合わせるような場合は分散とは別の領域であり、この分野は材料の複合化として類別される。複合化の分野は、本書では扱わない。

分散作用の場合、分散させる材料を連続相(MatrixもしくはBase polymer)といい、分散される材料を分散相(Dispersed phase)と呼んでいる。分散を目的にした装置を使用して分散作

第4章

2軸押出機分散現象の相対的評価技術
(コンピュータ解析技術)

はじめに

我々が目指す究極の目的は、2軸押出機での詳細な分散結果を事前に知ることである。押出機内部の分散過程も、結果も解明できることである。その意味合いを絶対的解析と呼ぶ。温度変化、圧力変化、溶融変化などを解明しても分散品質が解明できなければ片手落ちとなる。ただ、分散品質を解明するための手段の中で、温度変化などの項目の解明が入っていることは事実であるので、解明できなくてもいいというわけではない。

第3章では、2軸押出機の分散性能に関わる問題を理論解析する技術を説明した。絶対的解析手法である。これは絶対的な手法であるが絶対的解析結果が得られたというわけではない。この分野に関する過去の研究者の解析結果は素晴らしい内容であると思うが、2軸押出機全ての混練性能、分散性能を具体的に数値解析して説明しなさいといわれれば、ほとんどおぼつかない。

本章ではそうした絶対的解析手法から離れて、相対的に分散品質を解明する現状に関して説明する。決して結論の出ている内容ではない。

1. スクリュの流動解析・分散性評価

1.1 コンピュータを用いた解析

1934年に2軸押出機が出現してから、多くの研究者および技術者が、2軸押出機に関する現象を純技術的に解明する絶対的解析を完成させるべく努力してきた[1]。

1970年代初めには、そうした解析だけでは物足りなくなったために、もっと実際的な解析、実機で実現している現象を説明できる解析を試みるようになった。この解析手法が相対的解析手法である。何が相対的かといえば、分散というとても複雑な挙動は詳細にわたる全貌を明確にする解析が不可能であることを認識して、分散に対する優劣の決まる解析を行う手法である。この内容の初期段階の代表が以下に説明する無次元解析による流動解析、分散性解析である。

Pawlowskiによって、1971年に無次元解析手法を用いた1軸機での解析モデルが示された(1 Dimension model) [2]。その後、Ulrichは1977年に、Pawlowskiの1軸機解析モデルから展開した2軸機での解析モデル(2 Dimension model)を発表した[3]。これらを簡易解析ソフトと呼んでいる。解析にはコンピュータを用いるが、現在多く用いている解析モデル(3 Dimension model)用に使用する大容量なコンピュータは必要でなく、計算時間も短い。

一方、1970年代後半から、CAE(Computer Aided Engineering：コンピュータ解析技術)

第5章



材料から見た分散特性

前述の強度が低下する原因は、多分に混練操作において高充填のため再凝集を生じしめる混練方法の不利であることがわかった。

以上の2つの問題点は、フィラの凝集現象が主原因である。それらの問題点を解決すると、図5-9に結果を示すように、フィラ添加だけによるナノコンポジットだけで、従来3元性樹脂でしか達成できなかった引張特性、曲げ特性、耐衝撃特性を満足する材料が得られる技術が完成した。一般にポリマ系ナノコンポジットと呼んでいる[9]。

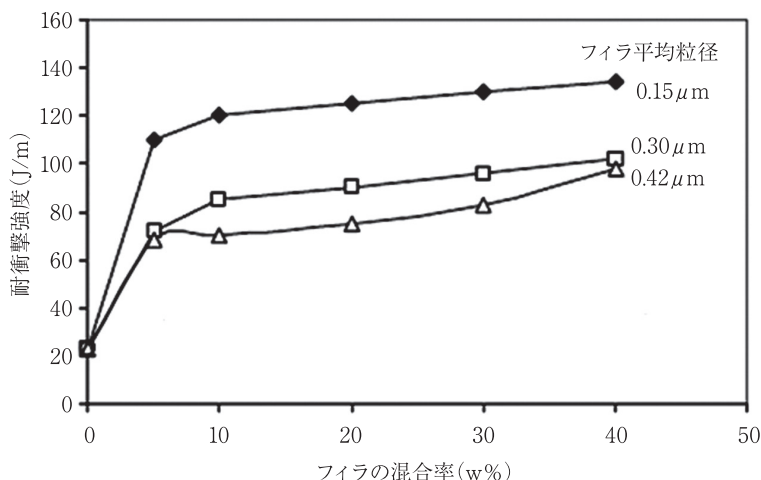


図5-9 凝集の少ない、異なる平均粒子のフィラ混合率と耐衝撃強度の関係([9]から引用、一部変更)

1.3 バウンドポリマの材料強度補強理論

ゴム材料中に混練分散されたCB粒子の表面では樹脂とカーボンの化学的結合が見られる。図5-10(A)に結合の形態を示している。この現象は早くから知られていてバウンドラバ(Bound rubber)と呼んでいる。

CBの表面には性状の異なる2層ができる。Fukahoriは、CB粒子側からGlassy hard層およびその外側にSticky hard層の2層をモデル化して示した[10]。Glassy hard層ではゴムの分子運動が強制されてガラスのように動かない層であり、従来のバウンドラバに相当し、Sticky hard層ではゴムの分子が付着するように挙動する層である。Glassy hard層よりSticky hard層の方が層厚が大きい。一方、図5-10(B)に示すように、各層の状況としての電子密度からも解析が進んでいる。

Glassy hard層すなわち従来のバウンドラバ層の厚みは、周りの高分子材料の分子長さに準じると考えられている。

第6章

2軸押出機の特種性能技術

剤であるアクリロニトリルをCO₂超臨界条件で除去した実験結果を示す[6]。実験では残留濃度が1 ppm以下となる実験結果が得られている。

2. 伸長流動分散技術

2.1 伸長流動分散

最近、2軸押出機でせん断流動と並んで伸長流動を使用した分散操作を実用化する段階になってきた。まだ、完全に完成された技術分野ではない。しかし、伸長流動分散では、せん断流動分散で実現できなかった不均一流動分散問題が、大きく改善されることがわかってきた。せん断流動応用分野においても、長い年月をかけて種々のせん断流動分散機構を開発して、有効な分散機構として実用化できたように、今後多くの有効な伸長流動分散機構を開発しなければならない。本項では、伸長流動における分散理論とその応用に関して解析する。

2.1.1 せん断流動と伸長流動

海流のように1点の近傍を見る限り、一定方向に同じ速度を持つ流れを一樣流れといい、その中に浮遊する物体には偏荷重がほとんど負荷されない。一方、流れ方向に垂直な方向に速度差が存在する流動形態をせん断流動という。一般用語で、ずりと呼ばれる。また、流れ方向に速度差が存在する流動形態を伸長流動という。負荷形態は異なるが、ともにその流れの中に存在する物体に、大きな偏荷重が負荷される。偏荷重が存在するため、その物体を破壊するメカニズムが生まれる。

流体速度を v 、流体の流れ方向を x 、 x 方向と垂直な方向を y とすれば、それらの流れの特性は簡易的に次式で表される。

$$\text{せん断流動} \quad \frac{dv}{dx} = 0, \quad \frac{dv}{dy} \neq 0 \quad \text{式(6-12)}$$

$$\text{伸長流動} \quad \frac{dv}{dx} \neq 0, \quad \frac{dv}{dy} = 0 \quad \text{式(6-13)}$$

本書では、複雑な流動方程式の展開は省略する。

伸長流動には、 x 方向のみに伸長力による速度差が存在する1軸伸長流動（1軸延伸フィルム成形時に見られる流動形態）、 x および y 方向に伸長力による速度差が存在する2軸伸長流動（2軸延伸フィルム成形時に見られる流動形態）、およびその他の伸長流動形態がある。以下に示す分散作用の解析は解しやすく、また解析が容易であるため一軸伸長流動を対象にする。

伸長流動を理解するために、まず図6-8に示す開放形伸長流動を解析する。

た分散相のHMWPEが一般樹脂中にポリマアロイとして微細に分散でき、物性が大きく向上した。

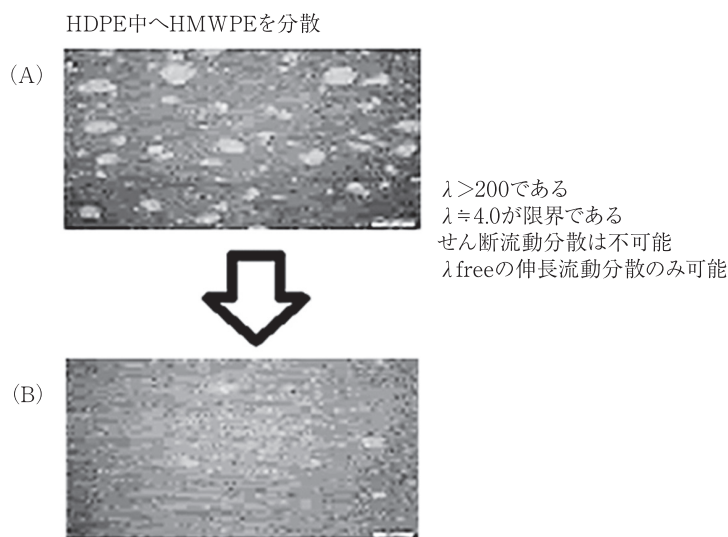


図6-42 伸長流動分散によるHDPE中へのHMWPEの分散結果

3. ナノ分散を2軸押出機で実現する

3.1 ポリマナノコンポジット，ポリマナノアロイの製造技術

樹脂を基礎としたナノ分散には、樹脂中に無機質材料をナノ分散するポリマ無機ナノコンポジット(以下ナノコンポジット)と他の樹脂やゴムなどの材料をナノ分散するポリマナノアロイ(以下ナノアロイ)の2分野が存在する。

初めにナノコンポジットを扱う。無機材料を高分子材料中に分散する技術において、分散後の最大粒子径が $10 \sim 1 \mu\text{m}$ の分散を微分散技術といい、通常の2軸押出機で達成できる限界である。

$1 \sim 0.1 \mu\text{m}$ の分散を著者は超微分散技術と呼ぶが、2軸押出機では実現不可能で、しかしナノ分散には届かない中間領域である[43]。一方、全ての分散粒子径(厳密に定義する)が 100 nm 以下である場合をナノ分散と呼び、得られる物質をナノコンポジットと呼ぶ。

従来無機ナノコンポジットを得る方法として主に以下の5つの方法がある。

- ①インシチュ(In-situ)法もしくはゾルゲル法と呼ばれ、将来連続相を形成する樹脂あるいはモノマと有機・無機ハイブリット材料から、化学プロセスによって無機のナノ粒子を結晶

第7章



2軸押出機の分散品質スケールアップ技術

2. 分散品質の予測技術

2.1 分散パラメータの応用

前項の解析では、高分子材料の破碎分散に関する分散品質のスケールアップには、 T 関数以外に決定的な手法が存在しないことがわかった。相似則に対して緩和則を用いることが検討されたが、理論的な緩和則だけでは出口が存在しない。そこで、以下に1つの方法として、分散パラメータ[16]を緩和則として用いることを検討する。現時点では最良な方法と考えられるが、分散パラメータの意味およびその有効な活用方法に関して解析する。

2.1.1 分散パラメータ

π ナンバーは、その値を保って実験をすれば、必ず同じ結果を伴う実験ができる無次元数である。一方、せん断による分散作用はもともと不均一挙動の集合体であるので、 π ナンバーで表される特性を持っていない。

比エネルギーに代表される分散パラメータは、その値を保って実験をすれば、相似したい品質に近い結果が、同じ物質に関して、指定した精度内で得られる数である。しかし、 π ナンバーほど厳密性がないし、流動相、分散相の物質が異なれば、新しく発見しなくてはならないパラメータである。それほど理論的な対応ができる意味合いを持っていない経験則である。経験則であるので、意味のある次元を有しているとは限らない。

しかも、その分散品質を定性的に予測できる分散パラメータはたくさん存在する。各々は予測精度が異なっているのみである。しかし、 π ナンバーのように一義的に決まる数ではない。

分散挙動に対する相似実験を目的とした π ナンバーが存在しない、分散挙動に対する指針が何もない状態から考えれば、分散パラメータは実用的に有効な手段である。この分散パラメータを相似実験の緩和則として使用することができる。しかし、もう少し厳密な検討が必要である。

2.1.2 最適分散パラメータと品質方程式

分散パラメータを相似実験の緩和則として使用する手法は、

- ・最適分散パラメータを見つけること。
- ・その最適分散パラメータと分散品質との関係(品質方程式)を解析すること。
- ・どのくらいの精度で品質予測ができるかを確認すること。

以上の方法であり、詳細を説明する。

分散品質(Q_b)を、分散パラメータ(P_b)の関数として表すことができなければならない。 P_b

第8章

2軸押出機応用技術と
発生する諸問題

はじめに

技術には、工夫、改良、(基礎、応用)開発という段階がある。著者は工夫という言葉が好きである。日常的な工夫は装置の使い勝手を著しく向上させる。日ごろ工夫に気を配っていると、改良内容が明確に現れてくる。その先の開発のイメージが出現してくる。開発にはもちろんニーズもあればシーズもある。本章では装置の使い勝手から必要になる問題点をまとめる。

1. 2軸押出機運転時の問題点と解決策

1.1 フィラ濃度はどこまで上げられるか

全てのフィラ粒子径が一定である場合を想定すると、図8-1に示す面心立方などの最密充填状態が最大濃度であり充填率は74 v%となる。金属結晶状態と同じで粒子が運動できる状態にはない。

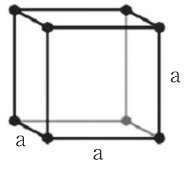
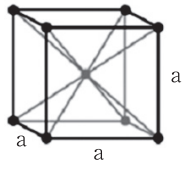
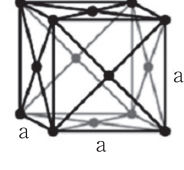
単純立方格子(sc)	体心立方格子(bcc)	面心立方格子(fcc)
		
充填率 52%	68%	74%

図8-1 各立法格子形態と充填率

着目粒子が運動する場合、他の粒子と接触する可能性が少なくなる状態は単純立方格子状態であり、その充填率は52 v%である。単純立方格子状態より濃度を上げると、着目粒子は他の粒子にぶつかり、粒子間をこじ開けて流動するため、その連鎖挙動が装置壁面への大きな圧力になる。この流動形態をフィラ粒子間構造が変形する形態の流動(以下、構造変形流動)と呼ぶ。

図8-2に、構造変形流動におけるトルク変動を示す。ある充填率を境にして異常にトルク値が大きくなると同時にトルク変動が激しくなる[1]。

図中で、前述の数値にも関わらず添加したアルミナが65 v%前後まで通常の混練が可能である理由は、粒子径に広い分布を持つからである。小さな粒子が大きな粒子間の空間を流動することができるので、この状態では単純立方格子状態のフィラ充填率が大きな値側にずれる。一般のフィラを用いて実際に実験すると異常トルクが発生し始める状態は充填率が55～60 v%