

2層構造ペレットの開発

住化カラー(株) 基礎研究所
森 寛之

はじめに

当社は、オレフィン系樹脂をはじめエンブラ樹脂など様々な樹脂の着色剤を製造販売している。着色剤の種類としては、マスターパウダーやドライカラー、マスターバッチなどいろいろなタイプがあるが、特にマスターバッチが経済性、取り扱い性等の点で優れているため着色剤の主流となっている。マスターバッチとは、基材樹脂を主成分とし、この基材樹脂に顔料や添加剤等を練り込んだものであり、通常ナチュラル樹脂により10～100倍に希釈して使用される。希釈率を考えればコストの点で顔料や添加剤を高濃度に含んでいることが要求される¹⁾。しかし基材樹脂の許容範囲以上の顔料を高濃度に含有させると、ペレットが脆くなるためにマスターバッチの製造が困難になったり、ペレタイザーでのカッティング時に切粉の発生のためロス率が高くなるといった問題がある。

また可塑剤、帯電防止剤や界面活性剤などの添加剤を練り込んだ機能性マスターバッチも同様に、高濃度になると粘性が低下してストランドが不安定になったり、添加剤のダイからの発煙や冷却水槽へのブリードによる汚染の問題があった²⁾。このような技術的、環境的な諸問題を解決するために当社では、第1図のような芯鞘構造を持つ2層構造ペレットの研究を1998年から開始した。機械メーカーと共同で2層ストランドダイ装置の研究開発を行い昨年11月に2層ペ

レット試作装置が完成し、2層構造ペレット化技術を確立したので概要を紹介する。

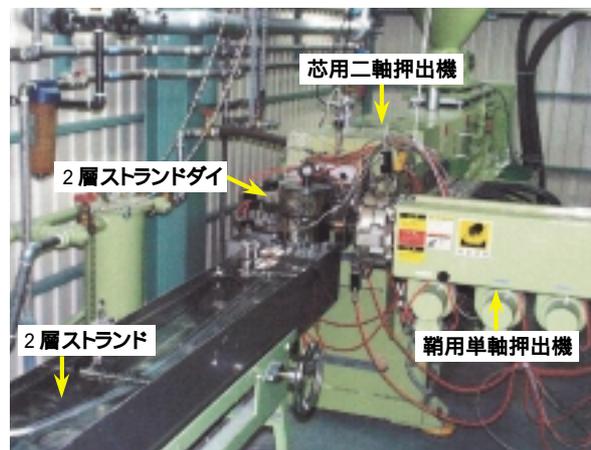
1. 2層ペレット試作装置概要

第2図、第3図に2層構造ペレット試作装置の外観写真とライン図を示す。芯用と鞘用の2台の押出機を用いて樹脂を溶融させた状態で2層ストランドダイ装置に材料をそれぞれ供給する。2層ストランドダイ内部で芯の周りに均一に鞘を包んだ状態でストランド状(ひも状)に押し出して、後工程は通常のマスターバッチ製造ライン同様にストランドを水槽にて冷却し、ペレタイザーにてカッティングすることにより2層ペレットを得ることが出来る。装置仕様について第1表に示す。芯用押出機は、顔料や添加剤を高分散させることが出来るように二軸

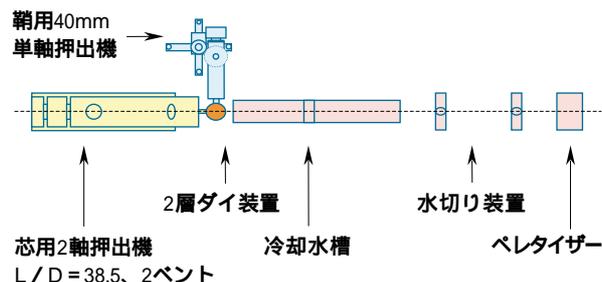
第1図 2層ペレット



第2図 試作装置外観写真



第3図 ライン図



押出機を使用している。鞘用押出機には、単軸押出機を使用しているが、将来の要求用途によっては顔料等の練り込みが必要となる場合を考え、交換可能な移動式タイプにしている。2層ストランドダイ装置は、均一な鞘厚みが得られるように改良を重ねた特殊構造になっている。本装置については、機械メーカーと共同で特許出願をしており、当社専用の特殊ダイ装置である。尚、本2層ペレット試作装置は、当社大阪工場内に設置完了しており数Tオーダーまでは製造も可能である。

第1表 2層ペレット試作装置仕様

2層ストランドダイ装置 丸型、下出し	ダイ径	4.5 mm × 6穴
	スクリー径	46mm
芯用二軸押出機 二条同方向	L/D	38.5
	回転数	470rpm
	能力	PET樹脂 100kg/h
鞘用単軸押出機 移動式、ノーマントタイプ	スクリー径	40mm
	L/D	25
	回転数	100rpm
	能力	PET樹脂 3~25kg/h

2. 2層ペレットの芯鞘比率と均一性

芯鞘比は、押出機の供給量にて調整を行う。第4図に黄色と白色に着色した熱可塑性ポリエステル樹脂(PET樹脂)での試験結果を示す。それぞれ押出機の供給量を調整して、芯鞘比 = 50/50 ~ 95/5(wt%)の2層ペレットを作成してペレット断面の観察を行った。第4図の顕微鏡写真でわかるようにいずれの比率でも均一な鞘厚みが得られている。

第4図 2層ペレットの断面写真

光学顕微鏡20倍で観察

芯：ホモPET黄色に着色、鞘：ホモPET白色に着色

断面写真					
芯鞘比 (wt%)	50 / 50	80 / 20	85 / 15	90 / 10	95 / 5
鞘厚み (mm)	0.44	0.16	0.12	0.06	0.04

3. 2層化による効果

第2表に2層ペレットの実験例と効果を示す。顔料マスターバッチについては、従来だと脆くてペレット化出来ない高濃度のもので2層化することにより安定し

て製造できる。無機顔料・ポリエチレンワックス系を芯として、鞘にLD-PE樹脂を用いて芯鞘比 = 95/5(wt%)で顔料高濃度マスターバッチ(顔料濃度75wt%)を作業性等の問題やペレタイズ時の切粉発生もなく得られている。また芯が、顔料・ポリエチレンワックスで鞘には高密度ポリエチレン、ナイロンやPET樹脂などの異なる材料での2層ペレットも製造可能である。

第2表 2層化ペレットの実験例と効果

実験例	効果
顔料マスターバッチ	高濃度化、ストランド補強効果
添加剤マスターバッチ	高濃度化、ブリード抑制、作業環境改善(発煙、水槽への汚染防止)
軟質材料	ペレットの互着防止
低融点ポリエステル樹脂	取り扱い性改良(ペレット化)、高温乾燥性付与
嫌水・禁水性材料	冷却水と未接触でペレット化可能
水溶性・吸湿性材料	材料の溶出防止、吸湿抑制
複合化マスターバッチ	帯電防止性改良等

機能性マスターバッチについては、可塑性などの液状物を練り込む場合、通常液注入ポンプを使用して二軸押出機に供給して製造するが、高濃度になると粘性が低下するためストランドが不安定になったり、添加剤のブリードによるペレット同士のブロッキングが発生する問題がある。これを2層化することにより改善ができる。またマスターバッチ製造時の作業環境面では、添加剤がブリードしやすいものの場合などストランドダイからの発煙や水槽への流れ出し等が発生して作業環境の悪化や冷却水の廃水処理の問題があった。これを鞘を添加剤を含まないナチュラル樹脂で2層化することにより、ペレタイジング工程前までは芯層は外部に露出しないためダイからの発煙や水槽への汚染がなくなる利点がある。特に防錆剤や防黴剤などの臭気の強い添加剤やブリード性の強い滑剤などに有効である。

次にポリエステル樹脂は、加水分解する性質があるため成形前に乾燥をする必要があるが、低融点のものや非晶性ものは高温ではペレット同士のブロッキングが発生するため、低温でしか乾燥することが出来ず乾燥に長時間かかっている³⁾。これを融点の高い結晶性樹脂で2層化することにより高温短時間で乾燥が出来るようになる。このほかにも石油樹脂などの軟質材料のペレット同士のブロッキング改良や禁水性材料のペレット化などにも効果がみられている。また未実験であるが、芯と鞘に別々の機能を持たせたマスターバッチなどにも応用が考えられる。

4. 具体的な実験例

1. 非晶性ポリエステル樹脂への高温乾燥性付与

非晶性ポリエステル樹脂は、ガラス転移温度 (T_g) 以上ではペレット同士が互着するため T_g 以下の温度でしか乾燥することが出来ない。そのため成形前の乾燥工程に長い時間が必要であり、通常 70 で 12 時間以上乾燥してから成形するのが一般的である。 T_g 81 の非晶性ポリエステル樹脂を芯材料とし、鞘に結晶性 PET 樹脂を用いて 2 層ペレットを作成して、乾燥性をみた結果を第 3 表に示す。未加工の非晶性ポリエステル樹脂は、 T_g 温度以上では第 5 図の写真のように強固にブロッキングを起こしている。これに対して 2 層化したペレットは、ブロッキングの発生がなくなり T_g 以上の温度で短時間で乾燥することが出来るようになり大幅なコストダウンが可能になる。

第 3 表 ポリエステル樹脂の乾燥性試験結果

サンプル	芯鞘比 (wt%)	KF水分 (%)		
		未乾燥	150、2H	70、18H
未加工	-	0.35	ブロッキング	0.09
2層①	50 / 50	0.38	0.02以下	0.10
2層②	70 / 30	0.39	0.02以下	0.09
2層③	80 / 20	0.37	0.02以下	0.10

第 5 図 高温乾燥試験結果



(条件)

2層ペレット: 非晶性PET/ホモPET = 50 / 50、70 / 30、80 / 20 (wt%)
ペレットをアルミカップに入れ 150 オープン中で 2 時間乾燥

2. 帯電防止剤マスターバッチのブリード抑制

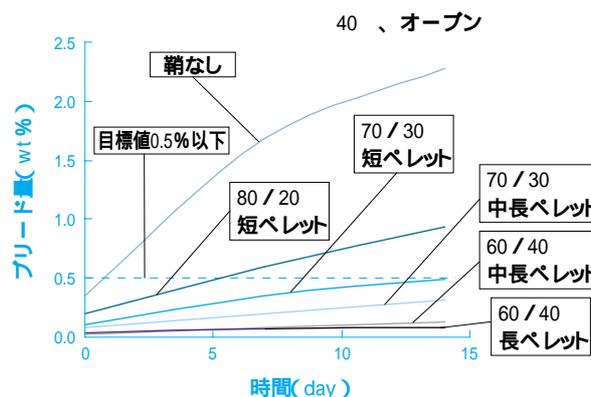
帯電防止剤 (AS 剤) マスターバッチの 2 層化によるブリード抑制効果について検討した結果を第 4 表に示す。当社では AS 剤濃度 10wt% マスターバッチを製造販売しているが、夏時期に AS 剤がマスターバッチ表面にブリードする問題があった。マスターバッチ中 AS 剤濃度は、10wt% に固定してそれぞれ芯鞘比を変えたマスターバッチを作成し、40 オープン中に放置してブリード促進試験した結果を第 6 図に示す。芯鞘

第 4 表 帯電防止剤 MB 内容

Sample no.	芯	鞘	芯鞘比 (wt%)	AS 剤濃度 (wt%)	ペレット粒度 (直径×長さ)
①	LD - PE / AS 剤 = 90 / 10	なし	なし	10	2.5×3.0
②	LD - PE / AS 剤 = 87.5 / 12.5	LD - PE = 100	80 / 20		
③	LD - PE / AS 剤 = 85.8 / 14.2		70 / 30		
④					3.5×4.0
⑤	LD - PE / AS 剤 = 83.3 / 16.7		60 / 40		
⑥					3.5×6.0

比 80 / 20 でも鞘なし現行品と比較するとブリード抑制効果がみられているが、目標の 0.5% 以下にするためには鞘比率を 40wt% まで上げて、さらにペレット断面の影響を出来るだけ少なくするために、ペレット形状を細長くすることで目標品質のマスターバッチを得ることが出来た。

第 6 図 AS 剤ブリード促進試験結果



おわりに

本技術について海外を含め特許出願は完了しており⁴⁾、現在本 2 層構造ペレット化技術を利用した商品開発をポリマーメーカー、添加剤メーカーを中心に行っている。また 2 層ダイ装置についてもアンダーウォーターカット用や大型製造機用ダイの設計研究を機械メーカーと共同で進めている。本技術は同業他社にはない技術であり、これから当社の特徴ある製品として商品開発を進めていく。

引用文献

- 1) 児玉 健治: プラスチックス, Vol.50, No.10
- 2) 特開平 5-271427
- 3) 特開平 9-164526
- 4) 特開 2000-80172