

造粒タルク

中央研究所開発室

水本 敏之

1. はじめに

ポリプロピレンを代表とする熱可塑性樹脂は、引張り破断伸び、曲げ弾性、熱変性温度等の機械的物性および体積安定性を向上させるために、タルクを適正量添加して加熱溶融混練した後、造粒工程を経て固化する方法が一般的である。また、電化製品の筐体といった用途では、製品の表面性状が重要視されるため添加されるタルクの平均粒径がより微細なものを使用する傾向にある。

しかしながら、平均粒径が $1.8\mu\text{m}$ と微細なタルクは嵩密度が約 $0.1\text{g}/\text{cm}^3$ と低いことから粉塵が発生しやすい。そのため作業環境が悪化しやすく混練機への混入効率が悪くなる。さらに、凝集しやすくなるため熱可塑性樹脂に対して分散性の低さから安定した機械特性が得られないという問題があった。

粉末タルクを使用する際の粉塵を抑制する一つの方法に嵩密度を高くすることがある。その対応の一例としてタルク粒子間に存在する空気を脱気し、嵩密度を高める方法が提案されている¹⁾。しかし脱気するだけでは分散性が悪く、安定した機械特性が得られていない。

そこで本稿では、造粒化剤としてロジン誘導体を使用して顆粒状に造粒したタルク「HT-7000」を紹介させていただく。「HT-7000」は分散性が良好であり使用時の粉塵発生を抑制するという特長を有している。さらに作業性の改善にとどまらず、「HT-7000」を混練して調製した樹脂コンパウンドを用いたポリプロピレン成型物において、粘着テープを貼り付けた際の粘着テープの剥離強度の向上が確認されたので併せて報告する。

2. 造粒化剤としてのロジンの機能

ロジンはマツ科の植物に多量に含まれる松脂の不揮発成分であり、主成分であるアビエチン酸は共役二重結合を有し、疎水性の高い部位と親水性を有するカルボキシル基から成っている。これらの反応性部位を利用し様々な誘導体が合成され、その特異な化学構造により各種工業用分野で使用されている。ひとつの分子内に疎水基と親水基を有するロジン誘導体は界面活性剤の役割を果たし、その利用例として塗料用顔料分散剤がある。

3. 造粒タルクの調製

タルクの分散性を向上させる造粒化剤として、酸価、分子量といった特性要因の異なるロジン誘導体を合成した。また今回、タルクとロジン誘導体を均一に混合させるため湿式混合を採用した。そのため各ロジン誘導体は一般に軟化点 $60\sim 150^\circ\text{C}$ の固体であることから、水中に乳化分散することによりロジン誘導体エマルジョンとすることで、造粒工程に適した形態とした。

平均粒子径 $1.8\mu\text{m}$ のタルク（松村産業製、ハイファイラー#5000PJ）を造粒機に入れ、造粒化剤としてロジン誘導体エマルジョンを添加混合し、粘土状になった混練物を押出して

造粒し、熱風乾燥後、顆粒状の造粒タルクである HT-7000 を得た（図1、図2（参照））。また、造粒化剤の比較のため、水のみを用い湿式混合して造粒した C-100 を調製した。

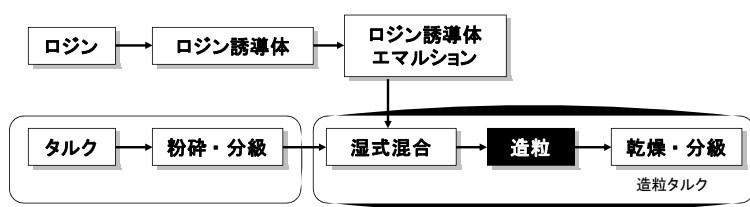


図1. 造粒タルクの製造工程



図2. 造粒タルク

4. 評価用樹脂コンパウンドおよび試験片の作成

得られた造粒タルクをポリプロピレン樹脂に混合して加熱溶融混練し、成形材料の機械特性評価試験を行った。ポリプロピレン樹脂とタルクの混合比は、80/20（重量%）とした。

5. 評価結果

評価結果を表1に示す。

造粒化剤として、各種ロジン誘導体を検討した結果、酸価および分子量を適正化することで、成型物の引張り破断伸びおよび曲げ弾性率の向上に効果を有するロジン系造粒化剤を得た。

表1. 樹脂コンパウンドの特性

評価項目	単位	C-100	HT-7000
		水のみで造粒化	ロジン系造粒化剤
MFR (Melt Flow Rate)	g/10min	21.1	21.5
灰分	%	18.1	17.8
引張り降伏強度	MPa	30.8	30.5
引張り破断伸び	%	34	47
曲げ強度	MPa	41.4	40.8
曲げ弾性率	MPa	2,670	3,040
アイゾット衝撃強度 (ノッチ付)	kJ/m ²	4.9	4.3
熱変形温度 (0.45MPa)	°C	134	137

上記の適正化されたロジン誘導体を用いて調製した造粒タルク「HT-7000」の性状を表2に示す。

表2. HT-7000 の性状

	粒径 (mm)	かさ密度 (g/ml)
HT-7000	0.2~3.0	0.65

6. 造粒タルクの分散性

表1に示されるように、HT-7000を用いた樹脂コンパウンドはC-100を用いたものと比較して、引張り破断伸びおよび曲げ弾性率が向上している。その原因を探るため走査型電子顕微鏡－エネルギー分散型X線分析装置を用い、樹脂コンパウンド中のタルクの分散性を確認した。

造粒化剤を使用していないC-100を配合した樹脂コンパウンドのSEM像を図3に、HT-7000を配合した樹脂コンパウンドを図4に示す。写真中の灰色の部分ポリプロピレン樹脂部分であり、白い部分がタルクである。

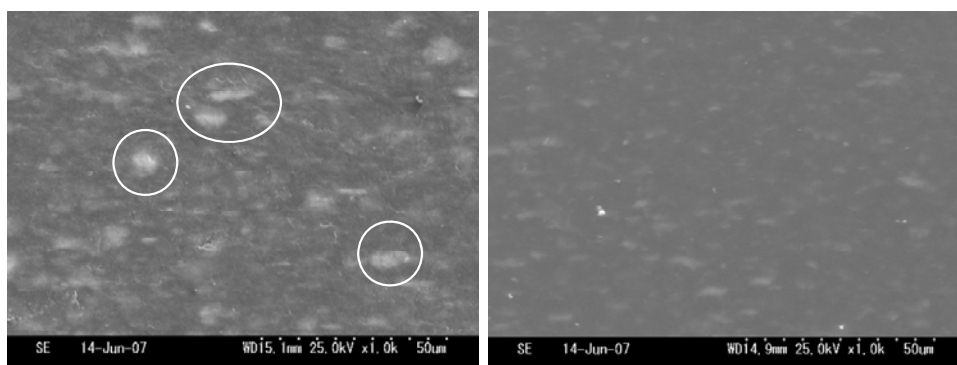


図3. C-100を使用した分散タルクの状態 図4. HT-7000を使用した分散タルクの状態

C-100を配合した樹脂コンパウンドにはタルクの凝集物が確認され（図3）、HT-7000を配合した樹脂コンパウンドは均一に分散されていることが確認された（図4）。引張り破断伸びおよび曲げ弾性率が向上するのは、ポリプロピレン樹脂に対してHT-7000の分散性が良好であることが要因であると推察された。

7. 2軸押出機での作業効率

2軸押出機（神戸製鋼社製；KTX-30）を使用し、粉末タルク（ $1.8\mu\text{m}$ ）とHT-7000の作業環境と作業効率（単位時間あたりの吐出量）の評価を行った。

2軸押出機の回転数は200rpmとし、ポリプロピレン樹脂とタルクの混合比は100/0、80/20、70/30（重量%）とした。

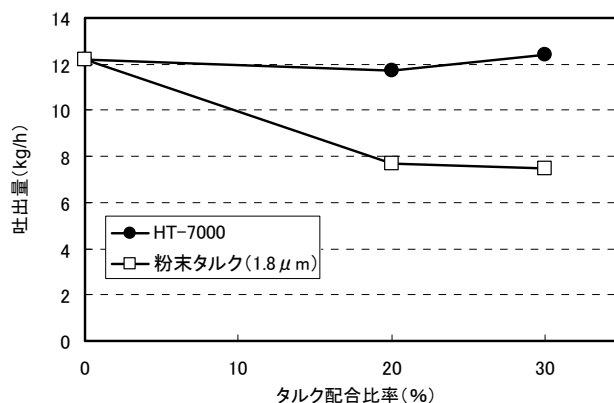


図5. 2軸押出機での作業効率

タルクとポリプロピレン樹脂の混合物を 2 軸押出機のホッパーより投入する際、粉末タルクを使用したときは粉塵が発生するのに対し、造粒タルクを使用したときは粉塵の発生は確認されなかった。これは粉末タルクの嵩密度が 0.12g/cm^3 であるのに対し造粒タルクは粉塵が発生しない十分な嵩密度 (0.65g/cm^3) を有しているためである。

作業効率（単位時間あたりの吐出量）についての結果を図5に示す。横軸にタルク配合比、縦軸に時間あたりの吐出量を示している。嵩密度の低い粉末タルクを使用するとタルク粒子間の内部空気が原因となり時間あたりの吐出量が低下し、タルクを添加しない場合と比較して作業効率が約 37% 低下する。一方、HT-7000 を使用したときは、タルク配合に伴う吐出量の変化が少なく、作業効率が低下しないことが確認された。

8. 造粒タルクを配合したポリプロピレンの粘着性能

タルクを配合したポリプロピレン樹脂の界面化学的物性の評価を汎用粘着テープを用いて行った。タルクを添加していないポリプロピレン板、粉末タルク ($1.8\mu\text{m}$) を混合したポリプロピレン板および HT-7000 を添加したポリプロピレン板の臨界表面張力と接着性を測定した。ポリプロピレン樹脂はホモ型 (MA-4; 日本ポリプロ社製) とポリプロピレンとエラストマー等の共重合であるブロック型 (BC-3; 日本ポリプロ社製) のものを準備した。ポリプロピレン樹脂とタルクの混合比は 80/20 (重量%) とした。

臨界表面張力は、表面張力が既知であるジプロピレングリコール水溶液を用いて接触角を測定し Zisman Plot²⁾ により求めた。

接着性については汎用粘着テープを使用し、ポリプロピレン板に対する剥離接着性能³⁾を測定した (図6)。

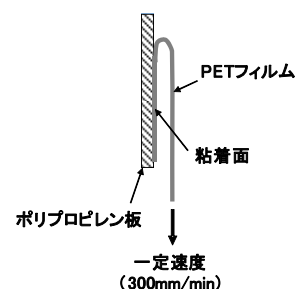


図6. 接着性の評価方法

表3. 臨界表面張力と接着性（粘着力）の評価結果

被着体の種類		添加したタルク種		
		無添加	粉末タルク ($1.8\mu\text{m}$)	造粒タルク (HT-7000)
ホモポリプロピレン	臨界表面張力 (mN/m)	25.1	25.2	28.3
	接着力 (N/25mm)	6.9	6.8	7.7
ブロッカーポリプロピレン	臨界表面張力 (mN/m)	25.4	25.7	29.1
	接着力 (N/25mm)	6.9	6.9	7.8

HT-7000 を使用したポリプロピレン板はロジン系造粒化剤を含まないポリプロピレン板より表面自由エネルギーが大きくなっていることが確認された。これにより、粘着テープとの接着性が向上する要因となっていることが示唆された。

9. まとめ

今回、顔料等の粉体の表面処理により分散性を向上させる機能を有するロジンをを用い、その誘導体を造粒プロセスに適したエマルジョンの形態とすることで、顆粒状の造粒タルクを調製した。当社の培ってきたコア技術であるロジン変性技術と乳化技術の融合を図ることができた。

得られた造粒タルクはかさ密度や平均粒径を適正化することにより作業環境や熱可塑性樹脂への分散性が改善されている。この分散性の向上により熱可塑性樹脂の引張り破断伸び、曲げ弾性などの機械特性が向上した。また「HT-7000」は、未処理タルクに見られる作業効率の低下が無く樹脂コンパウンドを作成でき、さらに得られた樹脂コンパウンドを用いて作成した成形物に対する粘着テープの接着性が向上することを見いだした。

熱可塑性樹脂は各種プラスチック製品、家電製品、自動車内装材料等の様々な分野に利用され、近年、これら最終製品の用途にはさらに高度な性能が要求される。今回開発した造粒タルクを添加した熱可塑性樹脂はこれらの衝撃を受けやすい箇所に利用されることが期待される。

今回、HT-7000 の調製に用いた造粒化剤は他の粉体の造粒にも適用できる可能性があり、継続して検討を進めている。

本稿は工業調査会発行「プラスチック 2007.9月号」に投稿した内容を加筆し掲載させていただく。

<引用文献>

- 1) 特許第 3241746 号
- 2) W.A.Zisman, *Ind. Eng. Chem.*, **55**,19(1963)
- 3) 日本工業標準調査会 JIS Z0237