

フィラーを含有する樹脂液の高効率攪拌設計法

Efficient Agitation Design Method of Resin Liquid Containing Filler Particles

忠政 明彦* · 明渡 甲志*
Akihiko Tadamasu · Koshi Akedo

樹脂液に微粒子フィラーを投入して均質にする攪拌工程において、攪拌翼近傍の吐出速度分布から算出した剪断速度と流量の分布を用いた破壊細分化設計評価法を考案し、さらに単位液量当りの攪拌所要動力を一定にしてその評価を行うことによって、分散効率および生産効率の高い攪拌設計法を開発した。この方法は従来設計では困難であったスケールアップや多段翼構成の設計にも対応できる。

本方法を攪拌機の設計に適用することによって、フィラーを含有する樹脂液の均質化による大幅な不良率低減と攪拌の高効率化による大幅な生産時間短縮を実現し、通常はトレードオフの関係にある品質と生産能力の両方の向上を達成した。本手法はフィラーを含有する樹脂液に対応できるのみでなく、分散力を考慮しなければならない攪拌設計に広く応用できる。

In the agitation process of homogenizing filler particle dispersion in resin liquid, a destructive subdivision design evaluation method has been developed by using the distribution of shear rate and flux calculated from the velocity distribution near the agitation paddle. In addition, the dispersion evaluation with constant agitation power consumption per unit volume has produced an agitation design method with a high dispersion efficiency as well as a high production efficiency. This method can be applied to scale-up designs and multi-stage paddle designs that were difficult with the conventional method.

The application of this method to agitator design substantially reduces the defect rate and improves productivity as it provides homogeneous resin liquid in a short period of time, thus delivering both quality and productivity that are usually in a trade-off relationship. This method is not only applicable to resin liquid containing filler particles but also to agitation designs that require the dispersion force to be taken into consideration.

1. ま え が き

フィラーを含有する樹脂液の攪拌工程において、フィラーは樹脂液が入った攪拌槽内に投入され、攪拌翼によって液中で分散される。フィラーは樹脂液中で①フィラー同士の凝集、②壁面への付着、③容器底への沈降、④水面への浮遊といった現象を引き起すため、フィラーを含有しない樹脂液と比べてフィラーを含有する樹脂液の攪拌設計の難易度は高い。

従来の攪拌設計は先端速度一定則を応用した設計¹⁾を行っていた。この方法は小スケールの検討実験で十分な分散状態を得たときの攪拌翼の先端速度と同じ設計をする方法であり、フィラーに与える最大剪断力を一定にすることでフィラーが均一な分散状態になるとしている。

しかし、この攪拌設計は翼の直径と回転数しか考慮して

いないため、液の性質や量、翼の種類、攪拌槽の形状などの変化にまったく対応できない。したがって、小スケールの検討実験で得た値を用いて設計しても、分散不足の状態になることが多い。とくに、フィラーを含有する樹脂液は分散不足になると、凝集フィラー粒子塊や投入時にだまが発生する現象や、局所的に液中の分散密度や粘度が異なる現象が生じて品質が悪化する。そのため、生産性と品質を両立できる攪拌設計手法の開発が強く求められている。

本稿では、以上のような問題点に対し、攪拌槽のスケールアップやフィラーを含有する樹脂液の組成変化に対応するとともに、効率良くフィラーを分散させる攪拌設計法を開発したので報告する。

* 電子材料本部 電子基材事業部 Electronic Materials Division, Electronic & Plastic Materials Business Unit

2. 攪拌操作の現状分析

2.1 攪拌の目的と作用の分類

攪拌操作はポンプなどによる送液操作と異なり、その目的と作用が複数組み合わせられた操作であるため、目的と作用ごとに分類し、現状分析を行う（図1）。

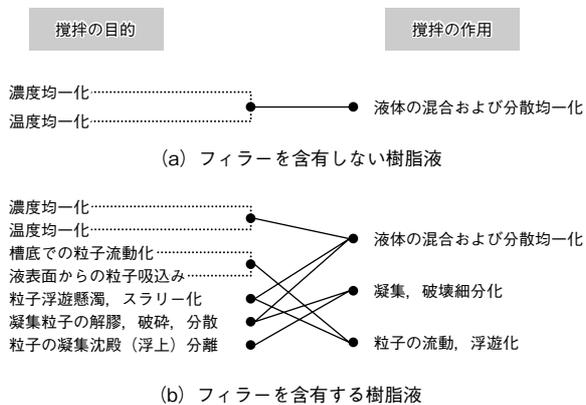


図1 攪拌操作の目的と作用

フィラーを含有する樹脂液の攪拌は、フィラーを含有しない樹脂液と比べ攪拌の目的が増えることによって、攪拌の作用が複数になり、それぞれの作用が同時に十分機能することが求められる。そこで、従来の攪拌設計の問題点を明確にするため、攪拌作用ごとに検討を行う。

2.2 液体の混合および分散均一化

攪拌槽内の密度や濃度が均一な状態かを確認するために、槽内の液体流動性を検討した。とくに槽内に液が滞留する箇所があれば、フィラーの凝集、付着、沈降の要因になり、均一な分散状態が得られない。そこで、小スケールのPIV（Particle Image Velocimetry：粒子画像流速測定法）を用いた実験より槽内のフローパターンを推測する（図2）。

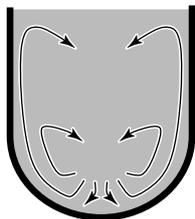


図2 攪拌槽フローパターンの推測

図2から攪拌槽の液の滞留箇所が少なく、攪拌槽全体にわたってフィラーを含有する樹脂液が移動することが推測できる。また槽内の攪拌レイノルズ数²⁾は十分大きく、槽内は乱流状態である。さらにフィラーを含有しない樹脂液の攪拌工程で樹脂液は均質になっているため、フィラーを含有する樹脂液の場合でも、樹脂液自身の均質化は十分で

であると推測できる。したがって、攪拌槽内の密度や濃度は十分均一な状態であると推測できる。

2.3 凝集、破壊細分化

とくに翼近傍における変形歪作用を強く受ける部分を強攪拌部と称することにして、破壊細分化作用を①強攪拌部で受ける力の強さ、②強攪拌部内での液の滞留時間、③強攪拌部を通る循環頻度の三つに分類して検討した。図3に破壊細分化作用の概念図を示す。

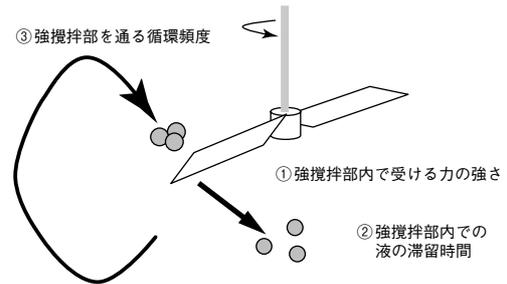


図3 破壊細分化作用の分類

濾過により分散されなかったフィラーの量を測定し、透過したフィラーの割合を破壊細分化作用による分散率として評価した。分散率を縦軸に、従来の攪拌設計で分散率が99.9%に達した時間を単位時間とする相対分散時間を横軸に取り、従来の攪拌設計における分散率と相対分散時間の関係を図4に示す。

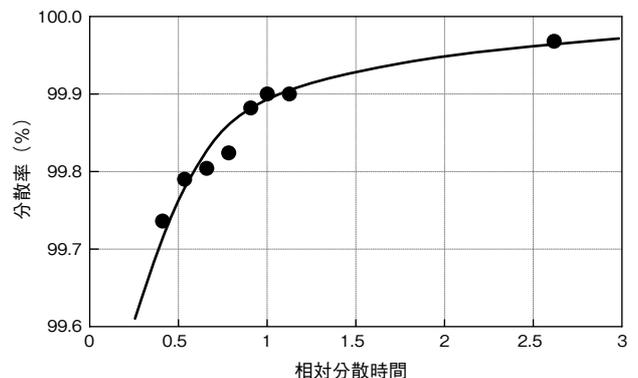


図4 分散率と相対分散時間

分散率が99.9%あれば製品品質は十分とされており、相対分散時間が1の条件でフィラーを含有する樹脂液を製造していた。図4から、分散時間が増加すると分散率が向上し、とくに相対分散時間が1を超えても向上していることがわかる。このことから、図3の破壊細分化作用の分類を用いて考えると、強攪拌部内で受ける力の強さは十分強いが、強攪拌部内での滞留時間かまたは強攪拌部を通る循環頻度が不足していることがわかる。ここで、強攪拌部での滞留時間を巨視的に扱えば、強攪拌部内で受ける力の

強さに含まれるとして考えると、強攪拌部を通る循環頻度が不足しているといえる。

2.4 粒子の流動、浮遊化

まず、滞留による壁面への付着を考える。微粒子フィルターの1次粒子径は非常に小さいため、フィルターの終末沈降速度は遅い。また、フィルターの凝集物および投入時のだまについても、それらの代表粒子径を仮定し、粒子レイノルズ数を求めることによって終末沈降速度を求める³⁾ことができる。この終末沈降速度も、攪拌槽内の液流速より十分小さいため、フィルターは液流と同様に移動すると推測される。また、攪拌槽内で想定される液速度範囲においてフィルターを含有する樹脂液のレオロジー特性は擬塑性を示すが、その降伏値より底面を含めた攪拌槽壁面付近の液速度は十分速いため、粒子が滞留や沈降によって大量には壁面や底面に付着しないと推測される。

しかし、フィルターの液面浮遊においては、自由表面を有する液体の数値演算の研究がなされている段階であり、フィルターを含有する樹脂液のような混相流の解析はできていない。そこで、フィルター投入開始時から液面の直接観察を行った結果、液表面からフィルターを十分引き込んでおり、従来の設計でも液表面からのフィルター引込み能力が高いことを確認している。

3. 翼の細分化作用の比較

攪拌作用を分類した現状分析から、破壊細分化作用における強攪拌部を通る循環頻度に着目して従来設計の見直しが必要である。そのためには槽全体の流動特性を把握することが必要であり、まず液の流動を起こしている翼について検討を行う。

翼の攪拌特性を検討するために、槽内が目視可能な実験槽を用い、翼近傍の流速分布をPIV法によって算出する。翼を槽中心に取り付け、次に吐出方向の翼近傍に評価面を設ける(図5)。吐出流が軸流や斜流であれば翼径と同程度の円形評価面、また、吐出流が幅流なら翼径と同程度の底面をもつ円筒の側面が評価面であり、それぞれ面積は等しく設定する。攪拌軸を中心に評価面上の流速分布を面積積分して翼の吐出流量とする。

また、今回対象としている微粒子およびその凝集体やだまは空間スケールが0.01~10 mmであり、そのスケールのときに破壊細分力としてもっとも影響が大きいものは、翼近傍の速度差であると報告されている⁴⁾。したがって、評価面での速度勾配を翼の分散力としている。

図6に示すようなさまざまな形状の翼に対し、翼の直径と回転数を同一にしたときの吐出流量と分散力を算出し、翼の相対評価を行う。評価面を格子状に分割し、格子ごとに格子間の速度勾配(分散力)と格子内を通る流量を算出し、それぞれを対応づける。さらに、それらを評価面全域

で行い、分散力ごとの流量を統計的に算出する。図7に縦軸を翼の分散力、横軸は分散力の高い順に流量を積算した値(流量積算値)を示す。分散力は4枚傾斜パドル翼(以下、4PPと記す)の最大値を1とした相対分散力、流量積算値は4PPの総流量を1とした相対流量積算値を図示する。

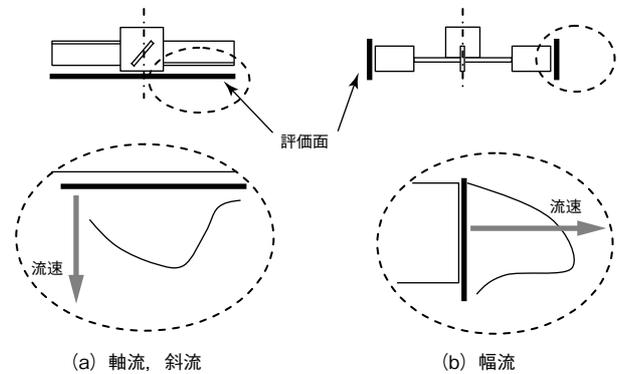


図5 評価面位置と流速分布

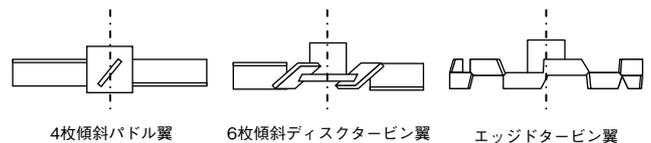


図6 翼の形状

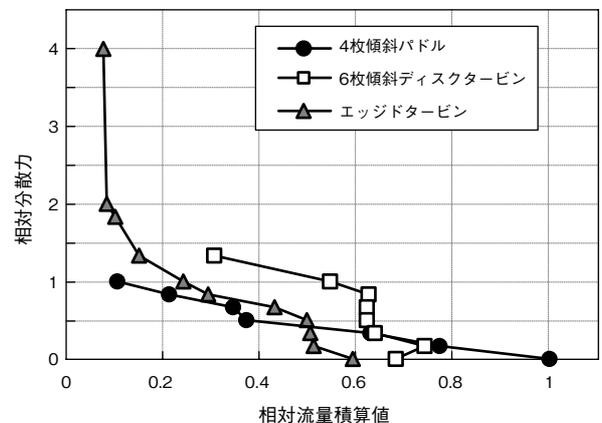


図7 翼の分散力定性評価

図7から、エッジドタービン翼(以下、ETと記す)の分散力最大値は4PPの4.0倍であり、6枚傾斜ディスクタービン翼(以下、6PTと記す)では4PPの1.4倍である。総吐出流量はETでは4PPの0.59倍、6PTでは4PPの0.68倍である。また、破壊細分化に必要な分散力がわかれば、破壊細分化だけに着目した翼の選定を行える。たとえば、必要な分散力が1以上のとき1以上の分散力を受ける流量積算値は4PPで0.10となり、ETは4PPの2.4倍、6PTは5.5倍となり、6PTがもっとも適していることがわかる。また、必要な分散力が2以上のときET以外の翼は分散できず不適であることがわかる。

4. 細分化設計比較モデルとその効果

工程で用いられている攪拌槽は容量が大きいため、一つの軸に複数の翼が付く多段翼構成となっている。そのため、翼を組み合わせた流動様式を考える必要がある。しかし、多段翼の流動様式は非常に複雑であり、その解析は困難である。そこで、翼間が翼径の80%以上離れていれば翼近傍の流速分布にそれぞれ影響を与えないと仮定し、翼単体の分散力と流量積算値を用いて翼組合せを評価する。図8に翼の組合せの例を示す。具体的には翼間を翼径から80%以上離れた条件で、分散力の高い順に、それぞれの流量積算値を加算して求める。また、流量積算値を攪拌槽内の液の総量で割ることによって単位液量当りの評価を行い、スケールアップなど攪拌操作を受ける液量が異なるときも対応可能としている。

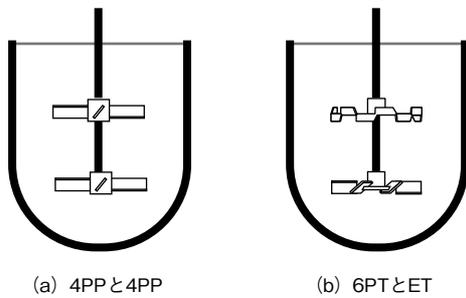


図8 翼の組合せ例

ここで、攪拌の効率を考えるために、攪拌所要動力を液の総量で割った単位所要動力を一定にした組合せの検討を行う。動力は永田の式を邪魔板付き条件に発展した式⁵⁾によって求める。図9にさまざまな翼組合せにおける分散力評価の結果を示す。相対分散力は従来設計における分散力の最大値を1とし、流量積算値/液の総量も従来設計の総流量を液の総量で割ったものを1として図示している。

ここで再び図3に示した破壊細分化作用の分類を考える。現状分析から強攪拌部を通る循環頻度を満足させる仕様が求められ、それは細分化に必要な分散力において通過する流量が多い仕様であると言い換えることができる。つまり、図9で細分化に必要な分散力(縦軸)を固定したときの流量積算値/液の総量の値が従来設計より大きい設計がよいといえる。しかし、フィルターの物性や結合状態から細分化に必要な分散力分布を求めようとしても、乱流場の液中における微粒子の状態を定量化するのは困難である。ただ、図4の現状分析から、強攪拌部で受ける力の強さは十分であるといえるので、細分化に必要な分散力は1以下である。そこで図9において、分散力が1以下でつねに従来設計より流量積算値/液の総量が多い設計が適している。それに該当するのは設計1および設計2であり、かつ設計1は分散力が0.3以上のときに流量積算値/液の総量の値が大き

い。また、最大分散力も従来設計の1.7倍となるため、強攪拌部で受ける力も大きくなる。強攪拌部で受ける力が従来設計より数倍大きくても製品の品質に悪影響がないことから、設計1ではそれぞれの相乗効果が期待される。

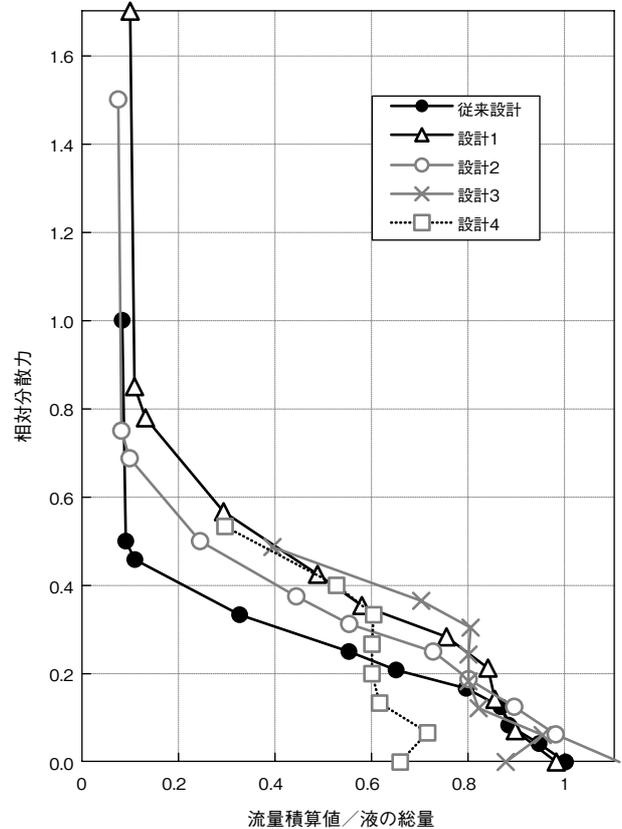


図9 翼の組合せ分散力定性評価

設計1の翼組合せを用いて攪拌機の設計を行い、その効果を確認する。従来と同様に濾過によるフィルター細分化作用の分散率評価を行い、その結果を図10に示す。分散時間は攪拌を始めてからの時間を、従来の攪拌設計で分散率が99.9%に達した時間で除して求めている。図10から従来設計に比べて、きわめて短時間で非常に高い分散率に達

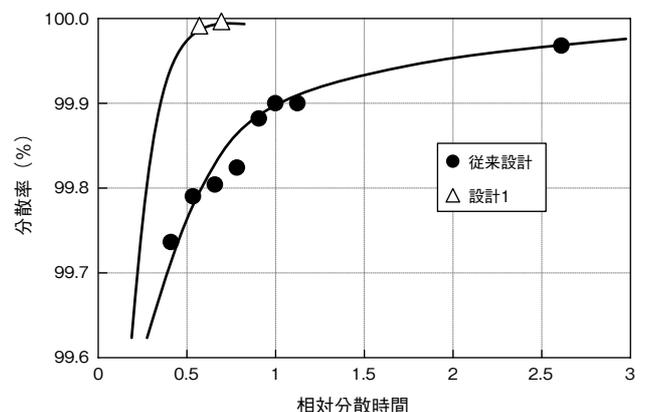


図10 新設計による分散率効果

することがわかる。

次に、この設計による品質向上効果を確認するために3ヵ月ごとの不良率推移を図11に示す。なお、不良率は従来設計の半年分の不良率を1とし相対的に算出している。この図から本設計手法を用いれば不良率は約85%減少しており、これは分散率が向上することで樹脂液中の凝集粒子の細分化が進み、粗大フィラー粒子塊の量が減少して粒子径分布域が狭くなり、より均一な粒子径分布状態になったためと考えられる。

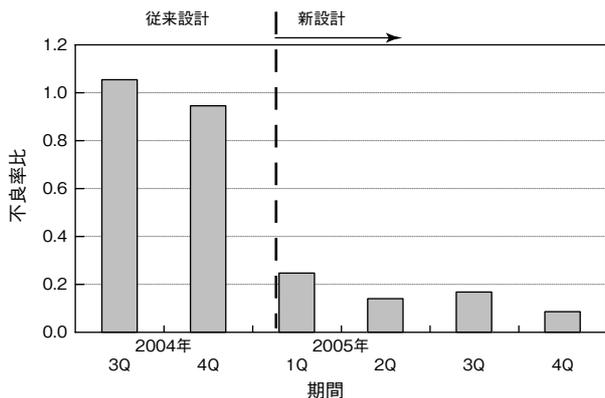


図11 新設計による不良率削減効果

5. あとがき

樹脂液に微粒子フィラーを投入して均質にする攪拌工程において、攪拌翼近傍の吐出速度分布から算出した剪断速度と流量の分布を用いた破壊細分化設計評価法を考案し、さらに単位液量当りの攪拌所要動力を一定にしてその評価を行うことによって、分散効率および生産効率の高い攪拌設計法を開発した。この方法は従来設計では困難であったスケールアップや多段翼構成の設計にも対応できる。また細分化に必要な分散力がわかれば、この方法を用いて一層の攪拌効率および分散効率の向上が期待できる。さらに翼近傍の評価面の設置の仕方を工夫することで、複雑な流動様式の攪拌設計にもこの方法が元となり応用できることが期待される。

本方法を攪拌機の設計に適用することによって、フィラーを含有する樹脂液の均質化による大幅な不良率低減と攪拌の高効率化による大幅な生産時間短縮を実現し、通常はトレードオフの関係にある品質と生産能力の両方の向上を達成した。本手法はフィラーを含有する樹脂液に対応できるのみでなく、分散力を考慮しなければならない攪拌設計に広く応用できる。

*参考文献

- 1) K. Takahashi, Y. Nakano, T. Yokota, T. Nomura : Effect of Scale on Particle-Impeller Impact in an Agitated Vessel Equipped with a Rushton Turbine, J. Chem. Eng. Japan, Vol. 26, No. 1, p. 100-103 (1993)
- 2) 平田 雄志：塑性流体の攪拌流動特性，ミキシング技術，p. 16-30 (2000)
- 3) 流れの可視化学会：注入トレーサ法，新版流れの可視化ハンドブック，p. 158-164 (1986)
- 4) 佐竹化学機械工業株式会社：攪拌の基礎，攪拌技術，p. 34-35 (1995)
- 5) 亀井 三郎：攪拌機の所要動力，化学機械の理論と計算 (1987)

◆執筆者紹介



忠政 明彦
電子基材事業部



明渡 甲志
電子基材事業部