

CPVC 近傍におけるセラミックス酸化物/熱可塑性樹脂系の混練挙動

高橋 実・木平弘志[†]・太田敏孝・鈴木 傑

名古屋工業大学工学部附属セラミックス研究施設, 507 岐阜県多治見市旭ヶ丘 10-6-29

Mixing Behavior in the Ceramic Oxide/Thermoplastic Resin System near CPVC

Minoru TAKAHASHI, Hiroshi KIHARA[†], Toshitaka OTA and Suguru SUZUKI

Ceramics Research Laboratory, Nagoya Institute of Technology, 10-6-29, Asahigaoka, Tajimi-shi, Gifu 507

[Received December, 1992; Accepted January 29, 1993]

The Critical Powder Volume Concentration (CPVC) of compound for plastic forming was investigated. Prior to compounding ceramic powders with resins, the effect of the experimental conditions on the CPVC was examined using a torque rheometer and model liquids. It was found that there are optimum conditions for mixing speed and powder loading ratio. The CPVC obtained at the proper conditions is also dependent on the vehicle used for measurement; i.e. CPVC_o (oleic acid) > CPVC_w (ion-exchanged water) > CPVC_k (kerosene). The critical powder volume concentration for the powder/thermoplastic resin system (CPVCM), which was determined by a flowability test, was from 0.85 to 0.90 of the CPVC_o. Characteristic mixing torque-time curves appeared near the CPVCM. The microscopic observation of texture of compound suggested that the time-dependent odd behavior reflected the dynamic process wherein the particles were being dispersed into the melt with high viscosity.

Key-words: Plastic forming, Critical powder volume concentration, Mixing, Thermoplastic resin, Ceramic oxide

1. 緒 言

近年, アドバンスセラミックスの成形法として, 高分子樹脂を分散媒とする射出成形や熱間押し出し成形が注目されている^{1),2)}. 押し出し成形そして射出成形を含む可塑成形用のセラミックコンパウンドは, 粒子間空隙が媒液で飽和されたキャピラリー域に調製する必要がある^{3),4)}. 粉末濃度が高すぎれば, コンパウンドの流動性は失われ, 成形が不能になる. 逆に, 粉末濃度が低すぎると, 成形時に粉末と分散媒との分離が起きたり, 脱脂工程で成形体の破損, たわみ, 反りなどが生じる.

キャピラリー域に対応する適正粉末濃度は, 一括して限界粉末濃度 (CPVC=Critical Powder Volume Concentration) の概念で示される^{5)~7)}. しかしセラミック粉末/高分子樹脂系コンパウンドに対して, CPVCを直接に求めることは非常に労力を要する. 固/気/液分散系の混合は各相の比に依存して複雑な挙動を示すが, CPVC近傍で混

合トルクが最大となる^{8),9)}. Markhoffらによると, このトルク変化に着目したCPVC推定法は, 人為的誤差が伴う吸油量試験法 (ASTM D-281あるいはJIS K 5101) に比べて安定した評価が可能である^{6),10)}. 一方, Pujariは混練に伴うコンパウンドの温度変化に着目して, CPVCを決定した⁷⁾. また, Wrightらはコンパウンドの脱脂収縮挙動ならびに液/固転移がCPVCと相関することを指摘している¹¹⁾. 粒度分布を考慮した粒子充填構造すなわち幾何学的アプローチにより, CPVCを計算する試みもある¹²⁾. しかし, 粒子間相互作用力あるいは凝集粒子の存在を無視したものであり, 微細なセラミック粉末を対象とした場合には十分なものではない.

本研究では, 最も簡便で実用的と考えられるMarkhoffらの方法について, 測定条件 (かくはん速度, 充填量及びモデル液体特性) の影響をまず検討した. つぎに, 数種類のアルミナ及びジルコニア粉末について, 粉末特性とCPVCの関係を調べた. コンパウンド中の粒子分散状態は, レオロジー的性質にかかわる. しかし熔融高分子のような極めて粘稠な分散媒中への高濃度粒子の分散についての知見は不十分である. そこで, CPVC近傍に調製した粉末/熱可塑性樹脂系に対して, 混練に伴うトルク変動と組織変化を詳細に観察した.

2. 実験方法

2.1 試 料

セラミック粉末として, 表1に示した7種のアルミナと一種のPSZを用いた. これらの粉末について, CPVCと関係の深い圧縮充填密度を測定した¹³⁾. 万能試験機を用いて, 成形圧200 MPaで加圧した直径20 mmφ, 厚さ10 mmの円板体の寸法と重量からかさ密度を求めた.

熱可塑性樹脂として, ポリエチレン (宇部興産製, PE, M. W.=3.90×10⁴), ポリプロピレン (三井東圧製, PP, M. W.=1.90×10⁵) そしてポリスチレン (宇部興産製, PS, M. W.=1.78×10⁵) を用いた¹³⁾.

2.2 CPVC測定

乾燥粉末 (100°C, 48 h) をデシケーター中で48 h放冷したものをCPVC測定試料とした. 測定モデル溶媒として, オレイン酸, イオン交換水, ケロシンを用いた.

ローラ型ブレードを持つトルクレオメータ (東洋精機,

[†] 現在: セントラル硝子(株), 515 三重県松阪市大口町
Now with Central Glass Co., Ltd., Ohkuchi-cho, Matsusaka-shi, Mie 515

Table 1. Properties of alumina and zirconia powders.

Powder	Grade	Mean diameter (μm)	Compaction density (kg/cm^3)
α -alumina	ACL-27*	3.12	2360
α -alumina	AL-31*	1.76	2840
α -alumina	AL-160SG [#]	0.60	2330
α -alumina	AHPS30*	0.49	2460
α -alumina	AM-27*	0.37	2030
α -alumina	AMS-9*	0.30	2260
η or θ -alumina	RG-30 ^S	0.13	2330
PSZ	—— [^]	1.21	3160

* Sumitomo Chemical, Co. Ltd. [#]Showa Denko K. K.^SIwatani Kagaku, Co. Ltd. [^]Osaka Cement, Inc., Laboratory scale.

ラボプラストミル)のチャンパー(内容積 100 cm^3)に相当量の粉末を投入し、ビュレットより液を漸次滴下する。添加液量は初期には 1 ml にし、最終的には 0.1 ml とした。滴下間隔は滴下後にトルク値がほぼ一定値を示す $1\sim 2\text{ min}$ とした。液添加に伴いトルクは徐々に増加し、最大を示した後に急激に低下する(図1)。CPVCは、このトルク-液添加量曲線で、トルクが最大を示すときの粉末体積 V_P と液相体積 V_L から、(1)式で定義される⁶⁾。

$$\text{CPVC} = V_P / (V_P + V_L) \quad (1)$$

図1のAL-31/オレイン酸系の例では、液相添加量の少ない領域にも別の極大値が現れている。一般に、粉末/液分散系の状態は、液滴下に伴い粉 \rightarrow (粉+粒) \rightarrow 粒 \rightarrow (粒+塊) \rightarrow 塊 \rightarrow スラリーへと移る^{8),9)}。この系での第1ピークは(粉+粒) \rightarrow 粒、第2ピークは(粒+塊) \rightarrow 塊で起こることが走査型電子顕微鏡(SEM)で観察された。なおAL-31は粒度分布幅が広く、乾燥粉体の比容が小さいため、添加液量が 10 ml からの測定が可能であった。粉末特性と投入量にもよるが、幾つかの系では測定を可能にするためには、粉体を適度に湿潤させて比容を小さくする必要があった。

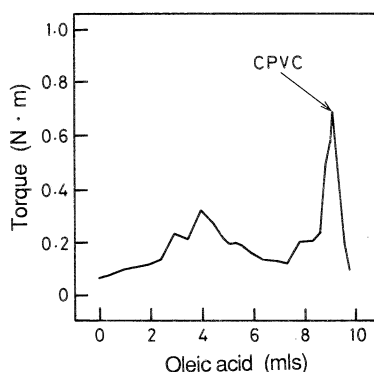


Fig. 1. Changes in the torque with incremental additions of liquid in the AL-31/oleic acid system.

2.3 粉末/熱可塑性樹脂コンパウンドの混練

トルクレオメータを用い、樹脂と約 110°C で乾燥予備加熱したセラミック粉末を交互投入して混練した。系の挙動の解釈を容易にするため、滑剤や可塑剤等のほかの助剤は用いなかった。回転数は 50 rpm 、混練時間は 1 h である。混練温度は、熱減量測定に基づき、樹脂の熱分解が無視される 180°C とした。(粉末+樹脂)の仕込量はチャンパー容積の 0.8 ならびに粉末濃度はオレイン酸を用いて得たCPVCの $0.7\sim 1.2$ の範囲とした。

2.4 コンパウンドのCPVC

2.2節ではモデル液体を用いたCPVCについて述べた。粉末/熱可塑性樹脂系では同様な手法は適用できず、緒言で触れたような評価方法が幾つか提案されている。本研究では、CPVCM(粉末/熱可塑性樹脂系におけるCPVC)は成形上の観点から便宜的に定義した¹³⁾。すなわち、混練あるいは流動が可能な最大粉末濃度をもってCPVCMとした。しかし、後に明らかになるが、本実験のような成形助剤を含まない単純系では、この定義による粉末濃度はコンパウンドのキャピラリー状態と実際に良く対応する。

混練物を自然冷却後、スタンプミルを用いて、 $210\sim 1000\text{ }\mu\text{m}$ に粉碎した。粉碎試料の流動性は、毛細管型粘度計(島津製作所製、フローテスター)で測定した。ノズルは直径 $1\text{ mm}\phi$ 、長さ 10 mm のものを使用した。測定温度は混練温度と同じ 180°C とした。CPVCMは、試験装置の許す最大せん断応力 1.22 MPa で流動が可能な最大濃度で与えた。流動の有無は観測時間にも依存するが、本実験では荷重開始後 15 min 経過しても流出量に変化が生じない場合に粘性流動を起さないと判定した。見掛け粘度で $10^6\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 以上に相当する。

3. 結果と考察

3.1 CPVC とかくはん条件の関係

AL-160 SGとオレイン酸を用い、粉体仕込量とブレード回転速度がCPVCへ及ぼす影響を検討した。

回転数 50 rpm で、粉体仕込量を $25, 30, 35, 45.45$ そして 55 cm^3 と変化させた。仕込量の増加に伴って、かくはんトルクは増加した。CPVCに必要な液添加量も仕込量とともに増加するが、CPVC値は $35, 45.45$ そして 55 cm^3 では、それぞれ $0.649, 0.646, 0.650$ とほぼ同じ値を示した(図2(a))。25及び 30 cm^3 ではCPVCは 35 cm^3 以上とあまり変わらないが、最大トルク近傍で複数のピークが現れ、液添加量の決定が不正確さを増す(図2(b))。投入量が少ないと対流混合が不完全であり、ブレードに付着した混合物が不規則に剝離する不安定な混練になる。このため複数のピークが生じたと考えられる。本実験では、トルク最大点における(粉末+液)の体積がチャンパー容積に対して 50% 以上で、ピークが明瞭になりしかもほぼ一定のCPVCが得られた。

粉末投入量を 45.45 cm^3 と一定にし、回転数を $10, 50, 100\text{ rpm}$ と変えた。CPVCはそれぞれ $0.647, 0.646, 0.649$ とほぼ同じ値を示した(図3)。しかし、 10 rpm ではブ

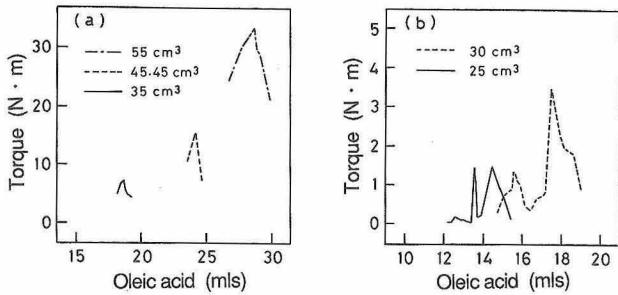


Fig. 2. Effect of the powder loading volume on the torque changes in the AL-160 SG/oleic acid system. (a) high and (b) low powder loading volumes.

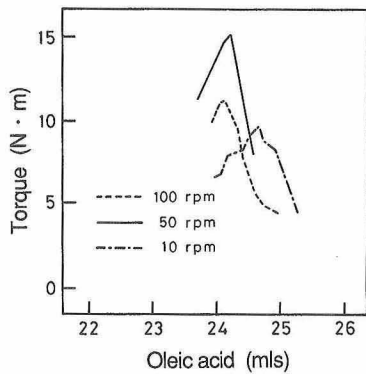


Fig. 3. Effect of the revolution speed on the torque changes in the AL-160 SG/oleic acid system.

レード回転周期に伴うトルクの脈動幅が大きく、ピークが不明瞭であった。100 rpm では混練初期では造粒操作に近くなり、形成された造粒物は液添加量を増しても容易に壊れないため CPVC の決定が不安定となる。一般に、回転数の増加に伴って、かくはんトルクは増加する。100 rpm のトルクが 50 rpm のそれよりも小さいのは、この造粒効果による。実験範囲では 50 rpm が適当であった。

3.2 CPVC と分散媒の関係

3.1 節の結果を基に、回転数 50 rpm、粉体投入量 35~45.45 cm³ と固定し、オレイン酸 (o)、イオン交換水 (w) 及びケロシン (k) を用いて測定した CPVC を表 2 に示す。

CPVC は粉末に固有な物性値ではなく、粉末/分散液間の界面特性や混練条件に依存する試験値と解釈されるべき

Table 2. CPVC values for the alumina and zirconia powders.

Powder	CPVC _o (%)	CPVC _w (%)	CPVC _k (%)
ACL-27	54.5	46.4	43.4
AL-31	77.9	65.2	58.8
AL-160SG	64.6	54.9	48.7
AHPS30	67.0	59.0	51.9
AM-27	55.1	49.5	43.3
AMS-9	62.2	55.6	49.9
RG-30	35.7	34.5	33.3
PSZ	69.8	48.7	— [#]

[#] Cannot be measured.

である⁵⁾。同一粉体でも、粒子分散が良いほど CPVC は増加する。通常、アルミナやジルコニアのような酸化物は、表面に存在する水和基のために親水性を示す。したがって、CPVC_w > CPVC_k は妥当である。しかし、オレイン酸は水との相溶性が低いにもかかわらず、系統的に CPVC_o の方が CPVC_w よりも 5~10% 大きい。これは、酸化物表面の -OH 基がオレイン酸の -COOH と水素結合をして疎水性粒子となり、オレイン酸への分散が容易になるためと考えられる¹⁴⁾。なお、混練中の摩擦発熱により、液相成分が若干蒸発する。AL-160 SG の場合、CPVC 値への誤差は、イオン交換水で ~0.7 vol%，ケロシンで ~0.6 vol%，オレイン酸で 0.2 vol% 以下であった。オレイン酸の蒸気圧は低く、また混練発熱もほかの液体に比べて低いため測定値への影響は小さい。

図 4 は CPVC 近傍における、AL-160 SG/オレイン酸系混練物の組織を示す。CPVC 前 (70%) では粒子間隙に気孔が観察される (図 4 (a))。液相の増加に伴い、混練物の一塊化が進む。最大トルクを示す CPVC 点 (65%) では、粒子間隙は液相で満たされたキャピラリー状態となる (図 4 (b))。CPVC 後 (63%) では、2.2 ml の過剰添加でスラリー状態への急激な転移が起こる (図 4 (c))。

3.3 CPVC と圧縮充填密度との関係

図 5 に CPVC と加圧成形体 (200 MPa) の相対密度 ρ_{cr} の関係を示す。ACL-27 を除けば、両者は非常に良い相関を示す。ACL-27 の成形体密度は 200 MPa 以上でも増え続けたが、ほかの粉体は 200 MPa ではほぼ一定値に漸近した。ACL-27 は粒径が比較的大きく (表 1)、板状及び

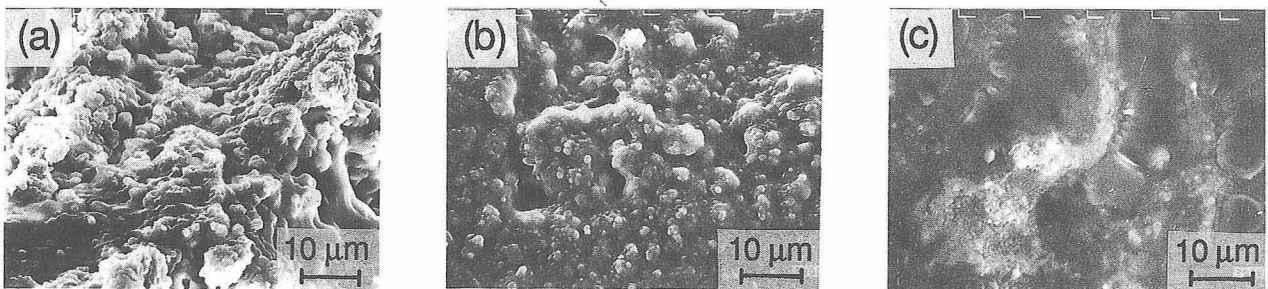


Fig. 4. Texture of AL-160 SG/oleic acid mixture near the CPVC. Points are (a) before CPVC, (b) at CPVC and (c) after CPVC.

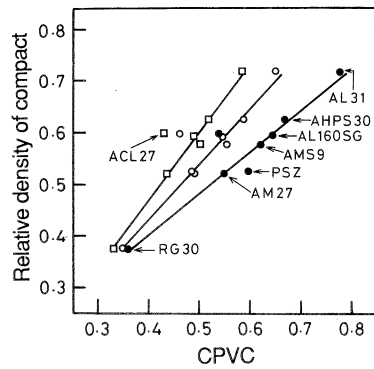


Fig. 5

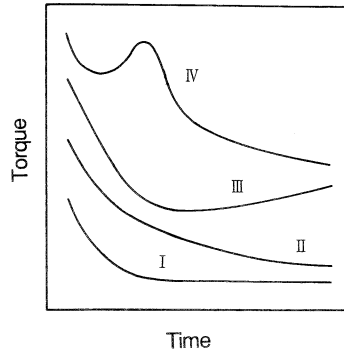


Fig. 6

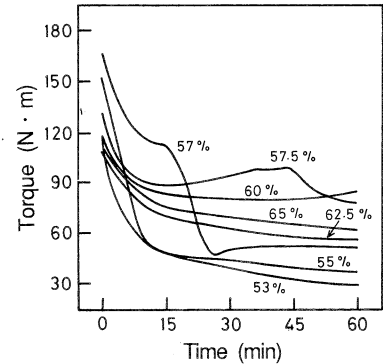


Fig. 7

Fig. 5. Relation between compaction density and the CPVC where the liquids used for the CPVC measurements are (●) oleic acid, (○) ion-exchanged water and (□) kerosine.

Fig. 6. Typical patterns of mixing torque-time curves in the ceramic oxide/thermoplastic resin system.

Fig. 7. Effect of powder loading volume near the CPVC on the mixing curves in the AL-160 SG/polystyrene system.

柱状粒子を含む。このため、粉体加圧中に粒子の配向あるいは破碎が起こり、充填効率が高くなる。一方、混練中の粒子配向や破碎はほとんど無視される。このため、ACL-27の ρ_{cr} はそのCPVCに比べて大きくなったと考えられる。最小二乗法により決定したCPVCと ρ_{cr} との関係式は次のとおりである。

$$CPVC_o = 1.231 \rho_{cr} - 0.089 \quad (2)$$

$$CPVC_w = 0.918 \rho_{cr} + 0.008 \quad (3)$$

$$CPVC_k = 0.753 \rho_{cr} + 0.046 \quad (4)$$

乾粉の圧縮充填状態と粉末/液分散系の粒子充填状態が同じと考えるべき根拠はない。しかし、以上の結果は、配向や破碎を伴わないセラミック粉体の場合に対しては、約200 MPaの圧力で得た成形体かさ密度によりCPVCの大きさを定性的に推定できることを示唆する¹³⁾。特に、イオン交換水を用いて得た $CPVC_w$ と ρ_{cr} とは近い値(3式)を示すことが注目される。

3.4 粉末/熱可塑性樹脂系の混練挙動

図6はセラミック粉末/熱可塑性樹脂系の混練時に観察されるトルク変動曲線の四つの基本パターンである¹³⁾。パターンI：トルクは混練時間とともに減少し、十分な時間経過後には一定、パターンII：混練時間の増加につれてトルクは単調に減少、パターンIII：トルクが極小値を示した後に増加、パターンIV：トルクが極大値を示した後に急激に減少、と特徴づけられる。

AL-160 SG/PS系におけるトルク変動曲線を、図7に示す。粉末濃度が55→57→57.5→60 vol%と増加するにつれて、1 h混練後のトルクは増加する。しかし、60→65 vol%では、逆にトルクは減少する。粉末濃度の増加は、図1で液添加量の多い側から少ない側に移ることに相当する。したがって、約60 vol%がこの系のCPVCMと予測される。一方、流動性試験により得られたこの系のCPVCM(参照。2.4節)は57%であった(表3)。実際、図8に示すように、57%混練物の組織はキャピラリー状態である。57.5%のトルク変動パターンは、45 minで極大を示すパターンIVである。57%は明瞭な極大値を示さ

ないが、一定値をとった後に急速にトルクが低下する。このパターンは本質的にはパターンIVと同じと考え、パターンIV'と分類した。

表3、表4、表5に全系のCPVCMとトルク変動パターンをまとめる。PS系でCPVCMは $CPVC_o$ の0.85~0.90、PP系で0.90~0.95、PE系で0.90となった。しかし、この値は室温における樹脂密度を基に計算したものである。混練時の樹脂温度は180°Cであり、PSで5%、PPで15%、PEで17%ほどの密度変化を生じる。各表の括弧内

Table 3. The results of flowability tests for the oxides/polystyrene compounds.

Powder	Powder conc., V (%)	V/CPVC ₀ (%)	Mixing pattern	Flowability
AL-31	70.0 (69.0) [#]	89.9 (88.6)	II	yes
	72.0 (71.0)	92.4 (91.1)	II	no
	74.0 (73.0)	95.0 (93.7)	II	no
AHPS-30	56.0 (55.0)	83.6 (82.1)	II	yes
	58.0 (57.0)	86.6 (85.1)	IV'	yes
	60.0 (59.0)	89.6 (88.1)	III'	no
	62.0 (61.0)	92.5 (91.0)	II	no
	65.0 (64.0)	100.6 (99.1)	II	no
AL-160SG	53.0 (52.0)	82.0 (80.5)	II	yes
	55.0 (54.0)	85.1 (83.6)	II	yes
	57.0 (56.0)	88.2 (86.7)	IV'	yes
	57.5 (56.5)	89.0 (87.5)	IV	no
	60.0 (59.0)	92.9 (91.3)	III'	no
	62.5 (61.5)	96.7 (95.2)	II	no
AM-27	48.0 (47.0)	87.1 (85.3)	II	yes
	50.0 (49.0)	90.7 (88.9)	IV'	yes
	52.0 (51.0)	94.4 (92.6)	IV	no
AMS-9	51.0 (50.0)	82.0 (80.4)	II	yes
	53.0 (52.0)	85.2 (83.6)	IV'	yes
	55.0 (54.0)	88.4 (86.8)	IV'	no
	57.0 (56.0)	91.6 (90.0)	III'	no
PSZ	43.0 (42.0)	71.9 (70.2)	I	yes
	45.0 (44.0)	75.3 (73.6)	II	yes
	47.0 (46.0) [*]	-	-	-

[#] The value in bracket is corrected by the density of resin at 180 °C.

^{*} Cannot be mixed.

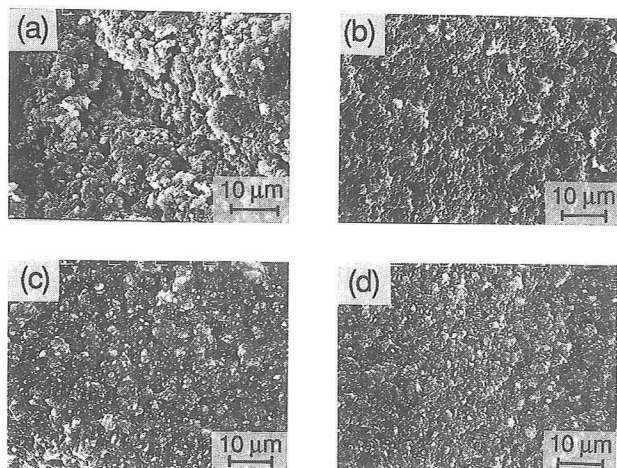


Fig. 8. Texture of AL-160 SG/polystyrene compounds near the CPVCM (=60%), (a) 62.5%, the pattern II, (b) 60.0%, the pattern III', (c) 57.0%, the pattern IV' and (d) 55.0%, the pattern II.

の値は樹脂膨張を補正したものであり、PP系そしてPE系でもCPVCMはCPVC₀の0.85~0.90となり、PS系とほぼ同じになる。オレイン酸に比べて熔融樹脂の粘度は高いため、粒子間への浸透は容易でない。また、PEやPPなどのポリオレフィンと酸化物との濡れは悪いため、単純なコンパウンドではCPVCMはCPVC₀よりも小さくなると思われる。繰り返し述べるが、CPVCMには溶媒との親和性が影響する。実際、カップリング剤により表面処理し、親和性を向上させた粉末ではCPVCMが増加する¹⁵⁾。

CPVCM近傍では、わずかな濃度変化でトルク変動パターンがII→IV (IV') もしくはIII→II (あるいはI) と変化する。ただし、粒径の比較的大きく (~2 μm) 粒度分布の広いAL-31では、CPVCM近傍でもパターンIVの傾向が若干認められる程度であった。パターンIVは混練の動的過程に起因している。CPVCM近傍では分散系充填状態はキャピラリー域に近似できるが、粉末間を粘稠な熔融樹脂が満たすには時間を要する。トルク極大値以前では粉末は樹脂中に一様に分散しておらず、樹脂過剰部分と樹脂欠乏部分とからなる。樹脂欠乏部分は気孔を含む凝集体として不連続に前者の中に分布する (図9 (a))。混練時

Table 4. The results of flowability tests for the oxides/polypropylene compounds.

Powder	Powder conc., V (%)	V/CPVC ₀ (%)	Mixing pattern	Flowability
AL-31	74.0 (71.0)	95.0 (91.1)	II	yes
	76.0 (73.0)	97.6 (93.7)	II	yes
	78.0 (75.0)	100.1 (96.3)	II	no
AL-160SG	60.0 (56.0)	92.9 (86.7)	II	yes
	61.0 (57.0)	94.4 (88.2)	IV	yes
	62.0 (58.0)	96.0 (89.8)	IV	no
	64.0 (60.0)	99.0 (92.9)	III'	no
PSZ	52.0 (48.0)	87.0 (80.3)	I	yes
	54.0 (50.0)	90.3 (83.6)	IV'	yes
	56.0 (52.0)	93.6 (87.0)	IV'	yes
	58.0 (54.0)*	- -	-	-

* Cannot be mixed.

Table 5. The results of flowability tests for the oxides/polyethylene compounds.

Powder	Powder conc., V (%)	V/CPVC ₀ (%)	Mixing pattern	Flowability
AL-31	68.0 (64.0)	87.3 (82.2)	III	yes
	70.0 (66.0)	89.9 (84.7)	II	yes
	72.0 (68.0)*	- -	-	-
AL-160SG	58.0 (53.0)	89.8 (82.0)	II	yes
	60.0 (55.0)	92.9 (85.1)	IV	yes
	62.0 (58.0)	96.0 (89.8)	III'	no
	64.0 (60.0)	99.0 (92.9)	II	no

* Cannot be mixed.

間の経過とともに、樹脂が粒子間隙に浸透し、均一な凝集体が形成される (図9 (b))。この移行に際して、トルクは増加する。樹脂の浸透が完了した後は凝集体が運動単位となり、かくはんに必要なトルクは再び急激に減少する (図9 (c))。しかし、樹脂量がキャピラリー域を形成するのに十分なだけ存在するときには、粘稠な凝集体間の対流混合とせん断混合が始まる。この場合、図8の57%の例のように、混練後期に若干のトルク増加が観察される。樹脂量が不足のときには、凝集体間の粘着力が乏しいため、トルクは減少を続けるか、減少後に一定値になる。パターン

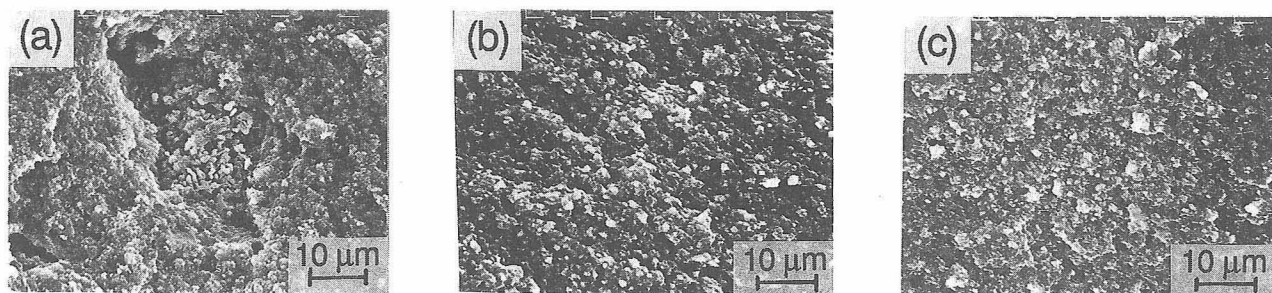


Fig. 9. Changes of texture near the maximum torque in the AL-160 SG/polystyrene system with the concentration of 57.0%. Points are (a) before, (b) at and (c) after the maximum torque.

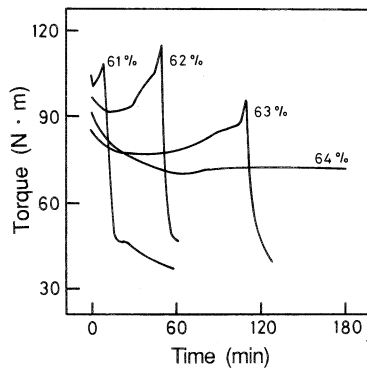


Fig. 10. Mixing torque-time curves observed in a long time scale.

ⅢはパターンⅣとならんで CPVCM 近傍を特徴づける。このパターンは PE の分子量変化によることが、既報で示唆された¹³⁾。しかし、本実験では PS そして PP 系でも、このパターンが観察された。そこで、長時間にわたる混練を検討した。AL-160 SG/PS 系について示すように、混練時間 1 h ではⅢに属する挙動も、より長時間で観察した場合にはパターンⅣになる (図10)。

更に、粉末濃度が 63 vol%→62 vol%→61 vol% と低下するに従い、急激なトルク低下が起こる時間が短くなっている。熔融樹脂の粉末間隙への浸透が、粉末量のわずかな減少によって容易になるためであろう。

4. 結 論

トルクレオメータを用いた CPVC 推定に関して、測定適正条件 (本実験では、かくはん速度 50 rpm, トルク最大点での混合物体積がチャンバー容積の 50~80 vol%) を求めた。この測定条件で、オレイン酸を媒液とした CPVC₀ は 0.2 vol% の精度で決定された。また CPVC の定性的推定には粉末の圧縮充填密度が利用できることを示した。

流動性の有無で定義した CPVCM (粉末/熱可塑性樹脂系コンパウンドに対する CPVC) は CPVC₀ の 0.85~0.90 となった。CPVCM 近傍では特徴的なトルク-時間曲線が生じるが、粘稠熔融樹脂への粒子分散が平衡に到達するまでの時間遅れによるものとして説明できた。

以上、射出成形や熱間押し出し成形などの可塑成形用コンパウンドの調製に際して重要となる適正粉末濃度の推定に関して、SEM 観察とトルク変動に基づく一般的指針を得た。

文 献

- 1) T. J. Whalen and C. F. Johnson, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **60**, 216-20 (1981).
- 2) B. C. Mutsuddy, "Forming of Ceramics, Advances in Ceramics, Vol. 9", Ed. by J. A. Mangels and G. L. Messing, Am. Ceram. Soc., Ohio (1984) pp. 212-19.
- 3) G. Y. Onoda, Jr., "Ceramic Processing before Firing", Ed. by G. Y. Onoda and L. L. Hench, John Wiley & Sons, New York (1978) pp. 235-51.
- 4) J. S. Reed, "Introduction to the Principles of Ceramic Processing", John Wiley & Sons, New York (1988) pp. 327-402.
- 5) W. K. Asbeck, *J. Coatings Technol.*, **49**, 59-70 (1977).
- 6) C. J. Markhoff, B. C. Mutsuddy and J. W. Lennon, "Forming of Ceramics, Advances in Ceramics, Vol. 9", Ed. by J. A. Mangels and G. L. Messing, Am. Ceram. Soc., Ohio (1984) pp. 246-49.
- 7) V. K. Pujari, *J. Am. Ceram. Soc.*, **72**, 1981-84 (1989).
- 8) A. S. Michales and V. Puzinauskas, *Chem. Eng. Progress*, **50**, 604-14 (1954).
- 9) 早川宗八郎編, "粉体物性測定法", 朝倉書店 (1973) pp. 37-79.
- 10) T. K. Hay, *J. Paint Technol.*, **46**, 44-50 (1974).
- 11) J. K. Wright, M. J. Edirisinghe, J. G. Zhang and J. R. G. Evans, *J. Am. Ceram. Soc.*, **73**, 2653-58 (1990).
- 12) C. P. Bierwagen, *J. Paint Technol.*, **44**, 46-55 (1972).
- 13) M. Takahashi, S. Suzuki, H. Nitanda and E. Arai, *J. Am. Ceram. Soc.*, **71**, 1093-99 (1988).
- 14) M. Takahashi, H. Kihira, S. Suzuki and Y. Ishigure, *Ceram. Trans.*, **22**, 387-92 (1991).
- 15) 高橋 実, 鈴木克宏, 名古屋工業大学・セラミックス研究施設年報, **1**, 43-49 (1991).