

2 液混合速硬化形樹脂の混合・吐出法

工程時間短縮の一環として使用度が増加して
いる無溶剤 2 液速硬化形樹脂を使いこなすた
めに、混合・吐出法の要点を入門的に解説！

〒274-0825 船橋市前原西 1-36-10

(株)日本省力技術研究所

2 液混合速硬化形樹脂の混合・吐出法

工程時間短縮の一環として使用度が増加している無溶剤 2 液速硬化形樹脂を使いこなすために、混合・吐出法の要点を入門的に解説！

㈱日本省力技術研究所 杉原泰二

1. はじめに

近年、工程時間の短縮による能率の向上は、企業内生産技術部門にとって至上命題となっている。こうした動向にともない、従来のはんだ付け、かしめ、溶接、圧入、ねじ止め等の機械的固定に代わり、ボンディング、ライニング、コーティング、ポッティング、キャストイング等に樹脂が使われるケースが多くなっており、このような場合、樹脂として無溶剤 2 液混合硬化形樹脂が選ばれることが多い。この樹脂は硬化時に、

1. 体積の変化が少ない。
2. 溶剤放出にともなう収縮による歪が少ない。
3. 衝撃、振動、剥離、繰返し応力、熱サイクル等に対して強度が大きい。
4. 物理的、化学的に安定している。

などの一般的メリットを持っており、これに速硬化の要素が加わると、工程時間の短縮という至上命題に対して、まことに適合した樹脂といえる。

そのため、エポキシ系、シリコン系、アクリル系、ウレタン系、ポリエステル系など、ニーズに合わせて各種樹脂が開発されている。しかし、これらの樹脂に対応した標準的な、安定・ローコスト・コンパクトな混合吐出装置が市販品として存在しないことが、使用上の大きな障害になっているように思われる。また、いわゆるポットライフなるものの定義があいまいで、さらに添加物の物理的、化学的性格、粘度、稠度の相違、混合比、比重の差などもあり、これを混合する場合、混合物に要求される性能の程度に合わせて、それぞれのケースに対応した実際的な混合が必要となることなども使用上、難しい点である。

そこで、本稿ではポットライフ30分以内をたとえば速硬化と定義し、実用面での混合・吐出につ

いて、入門的な考察を試みることにする。

2. 樹脂の硬化について

樹脂硬化の分子レベルでのメカニズムについては、たとえばモノ→ポリ固化のパターンのように分岐枝のからみ合いによる固化や将棋倒しのように連鎖的に固化が進むラジカル反応など、基本理論で掘下げ分析していくと、添加物や増量剤、加そ剤などが入り組んで複合状況が生じ、適用が複雑になる。そこで意図的に、固化によって生ずる結果である“コレステロール”発生の制限および排出に重点を置き、実用面での考察を行なう。

2 液混合硬化形樹脂の混合過程では、ミクロの視点でいえば硬化は常に進行している。この現象を仮称コレステロール（加藤技行・加藤氏が命名した）団塊の発生、成長、という表現を使わせてもらうことにする。混合部流路内部を 2 液が混合されながら移動しているとき、流路内壁に対して距離の少ない部位は、距離の大きい部位に比べ流速が低く、流速の分布は図 1 に示すように回転放物面を形成し、内壁に接する部分では団塊が定着して、次々に被膜に成長しつつある。比較的ポットライフの長い樹脂については、内壁に近い部位に生じたコレステロールも、粘性の増加した混合液の分子レベルでの摩擦抵抗により次々に押流さ

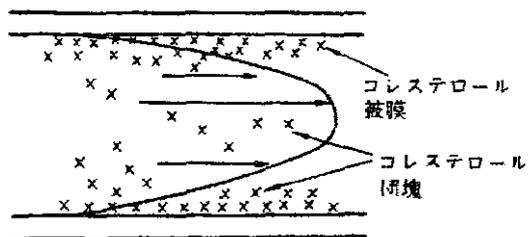


図 1 コレステロールの発生

れて厚い被膜に成長せず、新たに流入する液流によってクリアされ、流路内部の空間的構成が混合液の品質のバラツキの許容限度を維持しながら作業を継続できることになる。

管内粘性液のクリア（洗浄）について当社実験の一例を示せば、10,000cpのエポキシ主剤を着色し5φ×3φ透明ビニールチューブ内に充填し、この後から洗浄液トルエンを3cc/minの流速で通過させた場合、外見上、内壁のエポキシ樹脂がクリアされるのに約10分要したのに対し、同じエポキシ樹脂を同流量で通過させたときは約1分で同等外見状況を示した。また相互に混合溶解の困難なシリコン樹脂を通過させた場合でさえ、低粘度の洗浄液を通過させた場合より、ほぼクリアされる時間がきわめて少ない結果を得ている。

医学でのコレステロールには良いコレステロールと悪いコレステロールがあるそうであるが、混合過程で液流内部に生ずるコレステロールは硬化のために不可欠な良いコレステロールであるのに対し、流通管路内に付着し被膜状に発達するコレステロールは悪いコレステロールである。樹脂の混合吐出においては、この悪いコレステロールを発生させない、増長させない、さらには除去する考案を、ミキサ内部に取り入れる必要がある。

3. ミキシングの必要条件と、ポットライフ

混合液が硬化した後の使用条件はニーズによって差異がある。たとえば1cm²の接着面積で剥離強度が2kg以上であるとか、せん断強度が4kg以上であるとか、ミキシング後の光の屈折率がどれだけなければならない、等々である。これに適合する樹脂は、樹脂メーカーで用意しているものの中から選ぶか、仕様にもとづいてメーカーに設計してもらえばよいわけである。ところで、樹脂メーカーが保証した性能を出すためには、どの程度までミキシング（混合）すればよいかが必要条件である。しかし、たとえば2液混合形変成アクリレート樹脂を使用しているT社では、ケニックス形スタティックミキサの3エレメントを使用し混合状態を十分と判定して接着剤として使用しているが、一方Q社では同じ樹脂をミキシングするのに、6エレメントを使用するのが作業標準となっている。結局、ミキシング状態が十分であるかどうかを判定するのはユーザであるといえる。

ミキシングを必要以上に入念に行なうことは無駄で、ポットライフの短い混合硬化樹脂の場合などは必要以上に長時間ミキシングすると、ミキシング機構内のコレステロール被膜の増長のため流路の変形を起こし、許容される混合条件に達しない混合液を吐出したり、吐出口が詰まったりして、継続した作業が不可能な状況も生ずる。つまり目安として、混合液はポットライフ以内にミキシング流路内から排出されなければならないという必要条件が出てくる。逆に、ポットライフに達するかなり前に排出していれば、硬化しないことに関して十分な条件であるということである。

具体的な例を示す。一連の混合吐出作業として1ショット0.005ccずつ1秒以内に、5秒のサイクルタイムで吐出する作業を繰返したとすれば1時間に12ショット、1時間に720ショットで、この間の吐出総量は3.6ccとなる。この樹脂のポットライフが1時間、ミキサ内容積が5ccであったとすれば、ミキサ内容物のうち1.4ccは排出が終っておらず、ポットライフを越えてゲル化が進む。したがって作業を続けようとしても、ミキシング室内のゲル化の進行により作業継続は不可能になる。ポットライフが1時間のこの樹脂では、ミキサ内容積は大きくても3.6cc未満であるべきである。もしポットライフが2時間であれば、内容積は7.2ccまで許すことができる。

次に、上記と同じ樹脂で1ショット0.5ccずつ1秒以内に、5秒のサイクルタイムで吐出する作業を繰返した場合、5ccの内容積のミキサでは10ショットで内容物の入れ替わりが行なわれる。したがって中を通過する樹脂の平均ミキシング時間は5×10秒=50秒で、この時間内にミキシングが必要相当以上にできているかどうかが必要条件となる。もし30秒でミキシングが完了するとすれば、さらに20秒ミキシングを続けた状態となるので、ミキシングは十分であるといえる。

ポットライフの長い樹脂については内部固化の恐れがないので、ミキシングが十分であるかどうかだけを考慮すればよい。これに対してポットライフの短い樹脂では、ポットライフ以内に必要なミキシングが終っていないなければならない。これを総括すれば、完全な適合状況（必要十分条件）を満足させる条件は、ポットライフの短い樹脂については1式の吐出動作に対しては1式しかなく、許し得る範囲まで条件を広げたとしても、設計の許容範囲は相当制限されることになる。

4. スタティックミキサ

米国ケニックス製をはじめ、国内各社の製品が広く実用に供されている。この形式は乱流に生じさせるエレメントを直列に幾段か重ね、この中にミキシングしようとする液を通過させることにより、ミキシングの必要条件を達成する方法が主流である。特長は、ミキシング部が静止状態（スタティック）であるため、ミキシングのための動力が不要となることである。ただし液の物理的・化学的性質、粘度、蓄そ性の程度および比または差、混合比等により、ミキシングの必要条件を出させるエレメントの段数が異なる。一連の吐出作業に対しての必要エレメント段数は、個々に実験で決めるのが適切といえる。なお2液混合速硬化樹脂のスタティックミキサへの適用については社外秘のケースが多く、特に微量吐出分野では企業内生産技術部門での実用化を別にすれば、一般吐出装置市場では見受けられないようである。

当社の実験によれば、C社製変成アクリレート2液混合硬化樹脂（ポットライフ3分）をケニックス製スタティックミキサ1/4"、5エレメントにより、1ショット0.5cc、ショットタイム2秒、サイクルタイム10秒で反復吐出を行なったところ、約5分で管壁およびエレメント表面にコレステロール被膜ができはじめた（図2）。約10分後には流動系路にショート回路ができて混合不十分液が吐出口から出てくるとともに、吐出口の塞流が起き、内圧が上昇するのが観察されている。

このようなコレステロールの発生に対応するためには、ミキシングに異常を生ずる少し前にスタティックミキサ部分を交換し洗浄するか、流路内を溶剤により強制洗浄するか、いずれにせよ作業を休止して手当を行なわなければならない。この手当のタイミングは、1労働日（8時間）とか、1ロットの作業終了時まで待てるのが望ましいが、ポットライフおよび硬化樹脂の物性などにより、一率にタイミングを決めることはできない。強制洗浄についても、前述のチューブ内のエポキ

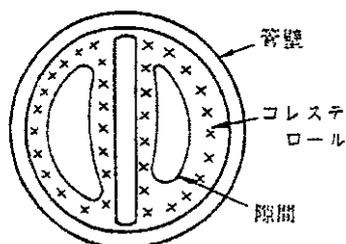


図2 スタティックミキサ内部でのコレステロールの発生

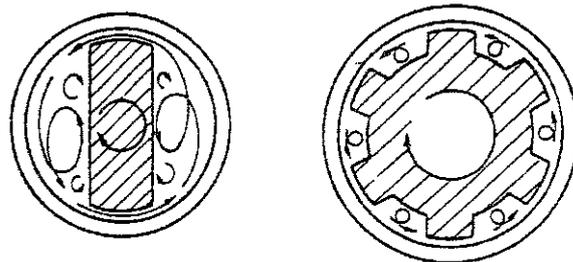


図3 ロータリミキサの例 図4 ロータリミキサの例

シ着色液をトルエンで洗浄した例のように、簡単な円形断面の管壁でさえ強力な溶剤を使用しながら相当な時間を要している。まして隅々に死角のあるスタティックミキサ内の各エレメントの洗浄はきわめて困難な作業で、強制洗浄しても数回後には分解して完全洗浄しなければならない例が多く、かえって手間ひまがかかるとの声もある。

スタティックミキサについて要約すれば。

1. 混合液の性質によりエレメントの種類を変える。
2. 吐出量、ポットライフにより管径を変える。
3. ポットライフによりエレメント段数に制限がある。
4. 粘度、混合比、蓄そ性により段数が変わる。
5. 機構が簡単であり、動力がいらない。
6. 洗浄がむずかしい。
7. 段数でミキシング能率が決まり、吐出量で管径が決まる。

5. ロータリ(ダイナミック)ミキサ

5.1 ロータリミキサの構造

ロータリミキサの構造を図3、図4に示す。ロータの羽根の数は内容積の決定とミキシング効果の増大に関係がある。単に断面積の大きさのみについていえば、回転スペースに比べ断面積が大きければ内容積の減少となる。混合メカニズムは、ロータと内壁の間隔に押込まれる薄膜状の層流を繰返しロールすることによる細分化と、溝の間に押込まれて分断されることによる乱流およびスリット作用が、薄膜化・細片化の効果を生ずることによりミキシングができるのである。ロール効果については図3、図4に示すパターンとなる。この場合、回転の渦流で発泡することがある。

次に縦断面について考察する。図5はロータ回転による積層の押込み、ロールによる薄膜化に加えて、細い溝を通すスリット効果と、溝内部の過

流によるミキシングを相乗させる構造である。ロータを薄くすれば一定スペースで大きな内容積を持ち得るため吐出まで時間がかかるので、ミキシング時間を延長できることから、ポットライフの長い、大吐出量の用途に適する構造である。

図6は一方に向けてねじりを持つ束流が起こり、突き当たる環流は外周部から戻るといった動きの繰返しで、細いひも状のねじりを反復するミキシング法である。スクリーだけを単独でポットの中へ入れ、ミキシングが終わればスクリーだけを取り出す方法が多く見受けられる。

図7は台形ねじを筒の中に入れ、この回転によりミキシング室の中に縦方向の流れを起し、突き当たりの環流が外周の隙間を回って戻ってくることで、台形ねじ外周のロール効果を利用したもので、さらに縦方向に2条～数条の溝を設ければ、図3または図4で示したロール効果と、図5のスリット効果が期待でき、ミキシング効率が向上するため、速硬化樹脂に適した構造になる。

5.2 コレステロールの発生状況

ロータリミキサは、ロータの外縁が描く軌跡の範囲では1回転毎に発生しつつあるコレステロール団塊を内壁から排除する。したがってコレステロールは層状に定着することなく、団塊として空隙に引き出される。一方、ロータ外周の回転軌跡とミキサ室内壁の間の隙間にはコレステロール被膜はできるが、この薄い被膜は増殖せず、ミキシング室の内容積も変化しないから、引き続き一定のミキシング状態が維持される。

図7に示す台形ねじによるミキサは、ロータ外周の連続した曲面が、1回転毎に必ずミキサ内壁のすべての点に対応するところを通過するため、コレステロール被膜の増大をばみ、一定ミキシング状態を保つ上で効果がある(図8参照)。

5.3 連続吐出および間欠吐出での注意

ミキシング室内にA、B別々の供給口から2液が送り込まれると、両液はロータの回転によりミ

キシングされながら吐出口に向かって進み、吐出口の位置でミキシングの必要条件が満たされるまで攪拌混合されていなければならない。図9においてb-b'の線でミキシングの必要条件が満たされているとしたら、a-a'の線ではミキシングが十分に行なわれていることになる。またb-b'の線に液が移動したときポットライフが来たとするとb-b'～a-a'線の間はポットライフが過ぎた混合液が充満し、流動状況に遅滞を生ずるとともに内圧が増加する。そして吐出口にコレステロール被膜が成長しはじめることになる。

さて、図9のパターンでミキシングを行ないながら、吐出を進行させるとする。連続吐出で、あらかじめ定めた回転数でミキシングを継続しながら、供給口から供給されたA、B両液がその流量で吐出口を出るとき、ポットライフ以内にミキシングが十分ならば、この状態を継続して安定な供給を続けられる。もしポットライフが短かければ吐出口に達するまでに固化が進むので、それ以前に吐出しなければならない。そのためにはミキサ内容積を小さくするとともに、回転数を増すか、ロータ形状を変えてミキシングの能率を上げて、必要なミキシング程度を維持しなければならない。

次に間欠吐出の場合は、吐出量がそれだけ少なくなるため、ミキシングを必要以上に十分行なえる反面、ミキサ内部には当然ポットライフを越えた液が残留するから、固化の進行を防ぐためにはミキサ内容積を小さくする必要がある。サイクルタイムを2倍にのばせば吐出量はさらに少なくなり、当然ポットライフを越えるので、さらに内容積を小さくしなければならない。

6. 微量吐出と速硬化

いま1ショット2/10,000ccずつ吐出するとすれば、5,000ショットで1ccとなり、サイクルタイム5秒で吐出したとしても25,000秒=416分とな

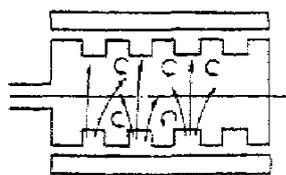


図5

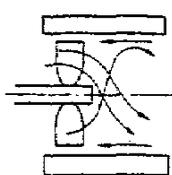


図6

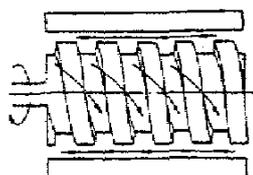


図7

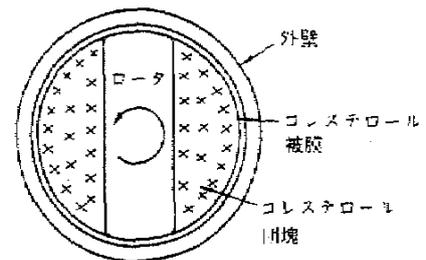


図8

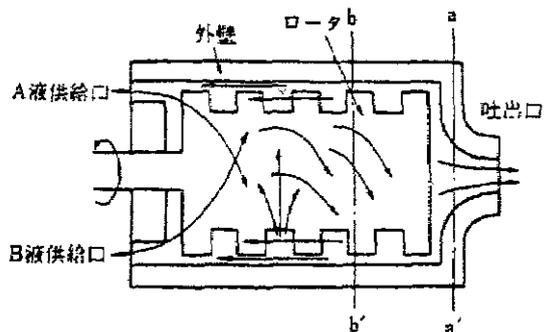


図9 混合・吐出の進行

る。現在使用されている2液硬化形樹脂のポットライフとして、この数字はむしろ平均より長すぎる数字で、たとえば1時間程度のポットライフの樹脂ではミキサ内容積を0.1cc程度にすることが必要となる。この例のような微少吐出では、ミキサ部分の設計に速硬化形樹脂と共通する考え方が適用されるのである。

もっとも、 $2/10,000\text{cc}$ の吐出量を正確にチェックすることは、多くの手間ひまと設備、環境が必要である。実用的には吐出手段の正確さを期し、たとえば20ショットで4mgの再現性を確認し、吐出量のパターンで工程平均を監視する方法がとられているようである。当社の吐出装置では前述の20ショットで吐出量合計4mgの間欠吐出を継続して行なえるが、ポットライフ2分の樹脂を1ショット0.02ccずつ吐出するミキサと比べると、内容積、ミキシング機構ともに多くの共通点を見出すことができる。

7. おわりに

本稿は、当社製品を各企業に納入する際に行なった実験をもとに作成したものである。幸いにして採用各社の担当者の方々のご理解をいただき、記述の理論構成が実施面で大きな過誤なくお役に立っている。ここでは実用面での解説が主となり、実際の固化現象は正確に解説していないので、その面で異論を持たれる読者も多いと思われる。固化現象については難しい粘性液の流動に関する考察であるので、考察の方向はいろいろあると思う。読者のご意見をお聞かせいただければ幸いである。なお語義的に不正確な表現も多いことと思うが、おゆるしいいただきたい。

【著者：(株)日本省力技術研究所 代表取締役社長