高密度ポリエチレン (HDPE) の ハイドラフィルム押出しに関する研究* (静水圧押出加工時に発生する不安定現象の抑制について)

山 岸 裕**, 袴 田 正 之***
中 山 登 史 男****, 井 上 信 雄****

The Hydrafilm Extrusion of High-Density Polyethylene (Suppression of Instability in Hydrostatic Extrusion)

by Yutaka YAMAGISHI, Masayuki HAKAMADA,
Toshio NAKAYAMA, and Nobuo INOUE

The hydrafilm extrusion of high-density polyethylene (HDPE) is investigated and its behavior is compared with that of pure hydrostatic extrusion at extrusion ratios up to 11 and temperatures up to 100°C. Because of the use of a minimum amount of oil as lubricant and pressure-transmitting medium in hydrafilm extrusion, a serious problem of instability or stick-slip phenomena in the polymer extrusion was experimentally proved to be minimized. Also studied was the effect of the extrusion rate, which became more notable with the increase of the extrusion ratio. Billet temperature rise was found to affect the extrusion behavior to a great extent. The range of the extrusion rate for stable extrusion is delineated for a given value of the extrusion ratio.

Key Words: Plasticity, Forming, High-Density Polyethylene, Hydrostatic Extrusion, Stick-Slips

1. 緒 言

高分子材料は金属材料と比較し軽量性・防振性などの面から非常に有利であるため近年、機械部品の材料として注目されその応用も多岐にわたり研究されている。現在その成形法としては溶融成形が一般的であるが、その生産性・材料強度などを考慮すると高分子材料の塑性加工は今後の有望な研究課題と言える。中でも固相状態での静水圧押出加工による引張強度・弾性係数の向上などその物理的・機械的性質の向上が報告されている⁽¹⁾。さらにその特長として高圧の液体による強制潤滑効果が生じ従来の押出加工法に比べ低い押出圧力での高速加工が可能となる点などが挙げられるが、その反面圧力媒体の圧縮性に起因する急激な圧力降下やスティックスリップなどの発生が見られる。本報ではこの種の動的不安定現象の防止を目的としてハイドラフィルム押出法を採用し高密度ポリエチレン (HDPE) の押出加工を行い、その挙動および特性を調

べ従来の静水圧押出しとの比較検討を行った。

2. 実 験 方 法

2・1 押出装置本体 押出装置本体は図 1 に示すようなピストン-シリンダ方式の圧力容器を用いている。コンテナは 50 tf 油圧万能試験に取付けテーブルの上昇によりステムをコンテナ内に押し込み圧力媒体を加圧する。さらに予加熱を行う押出しにはコンテナ外壁に巻いたバンドヒータ (100 V×1 kW 2 pieces) を

図 1 実験装置

* 昭和 61 年 6 月 21 日 東北支部秋田地方講演会において講演、原稿受付 昭和 60 年 12 月 27 日。
** 学生員、東京理科大学大学院 (〒162 東京都新宿区神楽坂 1-3)。
*** 正員、(株)小糸製作所 (〒108 東京都港区高輪 4-8-3)。
**** 正員、東京理科大学工学部

用いた。

2・2 圧力媒体 静水圧押出しにおける圧力媒体はステム荷重をビレットに伝達すると同時にビレット-ダイ境界面の潤滑を行う役目を果たす必要がある。したがって実験にはその特性(特にその粘度)を考慮して工業用ひまし油を用いた。

2・3 ダイ ダイ半角 α は変形域のひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ に大きな影響をおよぼすため過去の研究結果に基づきHDPEの押出加工に有効とされる $\alpha=20^\circ$ の円すいダイに統一した。また出口径は各押出し比に応じて径を決めた。

2・4 ビレット ビレットは高密度ポリエチレン[(株)三井石油化学 Hizex 5300 B $\bar{M}_w=1.2 \times 10^5$]である。ビレット先端は押出開始までのシールと潤滑作用さらにダイ半角を考慮し 19° のテーパノーズをつけた。寸法は直径34.5 mm(ただし図3に示す実験ではそれぞれの圧力媒体量に応じて径を求めた)、全長170 mm また押出し比 R を次式で定義する。

$$R = \frac{A_0}{A_f} = \left(\frac{d_0}{d_f} \right)^2$$

A_0 : ビレット断面積 d_0 : ビレット径

A_f : ダイ出口断面積 d_f : ダイ出口径

2・5 ハイドラフィルム押出し 従来の静水圧押出しでは荷重伝達が圧力媒体を介して行われるためその圧縮性によるポテンシャルエネルギーの蓄積が生じスティックスリップなどの不安定現象が誘発される。ハイドラフィルム押出しは圧力媒体量を最小限にとどめこれらの不安定現象の抑制を狙ったものである。図2(a)に示されるように押出開始時まではビレットをステムが直接押込み押出開始後適当時に従来の静水圧押出しに移行する(図2(b))。つまりビレット周囲の流体圧を P_f 、ビレット軸応力を σ_b とすると押出開始時には $\sigma_b > P_f$ であるが押出しの進行とともに圧力媒体は圧縮され P_f は増大し $\sigma_b = P_f$ となるとビレット-

ステム間に圧力媒体が入り込み従来の静水圧押出しに遷移する。本実験では予備実験としてステム上端にスイッチを付属しマンガン圧力ゲージを用いて流体圧を測定しこの過程を検知した。

3. 実験結果および考察

3・1 圧力媒体量が押出挙動におよぼす影響 ハイドラフィルム押出しでビレット-コンテナ間の半径方向のすきまを変化させた場合、すなわち圧力媒体量を変化させた場合にそれが押出挙動におよぼす影響を図3に示す。また図3~8では押出速度をダイ出口部におけるひずみ速度に換算して併せて図に示す。ここでスティックスリップなどの動的不安定現象の発生はほとんど押出開始時に限られる⁽²⁾。したがって不安定現象の防止にあたっては押出開始時までは少なくともステムが直接ビレットを押していることが必要となる。そのため予備実験の結果よりすきまを0.25, 0.50, 0.75, 1.00 mm(それぞれビレット径は34.5, 34.0, 33.5, 33.0 mm, シリンダ内径は35.0 mmの四とおりに定めて実験を行った。図3では圧力変動が生じた場合、上限値と下限値を直線で結んで示してあるが押出速度0.1 mm/s近傍において圧力変動が生ずるケースが多く見られた。特にすきまが広い場合には変動が生ずる速度領域が広がり変動幅も大きくなる傾向にある。すきまを0.25 mm(ビレット径34.5 mm)に採った場合、押出過程の安定度が非常に高かったため以下の報告においてはハイドラフィルム押出しとしてビレット径をすべて34.5 mmに統一して実験を行った。すなわち押出開始時のシリンダ内の圧力媒体量を全体の約0.02%と定めた。

(1) Up To Breakthrough (2) During Extrusion

図2 ハイドラフィルム押出し

図3 押出圧力とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の関係
(圧力媒体の体積量がおよぼす影響)

3・2 ハイドラフィルム押出しの押出挙動(静水圧押出しとの比較) およびビレット温度上昇 過去の報告より押出加工中にビレットに発生する温度上昇はHDPEの温度依存性のために押出過程に大きな影響を与えると推測される⁽¹⁾。したがって本実験ではダイ出口部におけるビレット温度上昇の測定を熱電対を用いて行い縦軸右側に初期設定温度より生じた上昇温度を採り押出挙動と併せ図4, 5に示した。図4に示されるとおりHDPEの静水圧押出しにおいては定常押出し不可能となる速度領域の存在が従来より確認されているがハイドラフィルム押出加工の場合この速度領域(ひずみ速度 $\dot{\epsilon}=0.01\sim0.2\text{ s}^{-1}$)では押出圧力の単調減少は見られるがほぼ定常な押出しが可能となっている。またひずみ速度 0.01 s^{-1} 付近において極大値さらに 0.1 s^{-1} 付近で極小値をそれぞれ持つ。この原因としては図4に示されるダイ出口におけるビレット温度上昇曲線(測定値)から明らかなように、この速度領域における押出加工中に発生するビレット温度上昇が急激であるためであると推測される。つまりひずみ速度の上昇に伴いHDPEのひずみ速度依存性に起因する押出圧力上昇の傾向が見られるはずであるがこの領域ではビレットに急激な温度上昇が生ずるためにHDPEの温度依存性が支配的となりビレットの変形抵抗が著しく低下する。その結果ひずみ速度に対応する押出圧力の傾きがここでは負に転ずる。また静水圧押出しのみに大きな圧力変動が生ずる原因としては多量の圧力媒体を押出加工時に使用するため押出開始直前までに非常に大きなポテンシャルエネルギーが圧力媒体に蓄積され押出開始直後のひずみ速度が非常に不安定となる。その結果生ずるビレット温度上昇により変形抵抗ならびに摩擦抵抗が不安定となり非定常な押

出過程——すなわちスティックスリップが誘発されると考えられる。またひずみ速度が 0.1 s^{-1} 以上の領域では温度上昇はさらに続くが、その近傍を変曲点として温度上昇率が低下するため押出圧力は増加に転ずる。その結果押出過程は静水圧・ハイドラフィルム押出しともに定常となる。しかしさらにひずみ速度の上昇を試みた場合、 5.0 s^{-1} を超えると製品に螺旋状の破壊が生ずるケースが見られた。

3・3 ダイ・ビレットを予熱した場合の押出挙動

図5に押出し比 $R=7$ においてダイ・ビレットを予熱した場合($T_0=40, 60, 100^\circ\text{C}$)の押出圧力とひずみ(押出)速度の関係を示す。また同時に各予熱温度でのダイ出口部のビレット温度上昇も併せて示す。図5より明らかに静水圧押出しにおいては予熱温度を高めると押出圧力の低減が可能となりさらに定常押出し不可能な速度領域の幅をせばめ変動幅も小さくすることが可能となる。この結果は前述したビレット温度上昇が押出挙動におよぼす影響をよく説明し得る。すなわちビレットの温度上昇率は図に示されるとおり予熱温度の上昇に伴い逆に低下する。その結果この領域でのひずみ速度に対する押出圧力の傾きは、ほぼ平坦となり定常な押出しが行われると推測される。

3・4 予熱した場合の高押出し比での押出挙動

図6～8に予熱温度を $60, 100^\circ\text{C}$ に採り押出し比 R を9, 10に上げた場合の押出圧力とひずみ速度の関係を示す。図6～8より初期設定温度を上げた場合でも押出し比を上げた場合には定常押出し可能な速度領域は限定されるということが確認される。図9に初期設定温度 $T_0=100^\circ\text{C}$ において押出開始後にスティックスリップが発生した例を非定常、発生しない場合を定常と

図4 押出圧力およびビレット温度上昇にひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ がおよぼす影響

図5 押出圧力とひずみ速度の関係(初期設定温度 $T_0=40, 60, 100^\circ\text{C}$ にとった場合)

図 6 押出圧力とひずみ速度の関係
(初期設定温度 $T_0=60^\circ\text{C}$, 押出し比 $R=9.0$)

図 8 押出圧力とひずみ速度の関係
(初期設定温度 $T_0=100^\circ\text{C}$, 押出し比 $R=10.0$)

図 7 押出圧力とひずみ速度の関係
(初期設定温度 $T_0=100^\circ\text{C}$, 押出し比 $R=9.0$)

図 9 定常押出し可能となる押出速度領域 (白色部)

し、さらに定常押出しが可能となる速度領域を安定領域として白色部で示す。(縦軸：押出し比、横軸：押出速度)ここでは押出し比の上昇に伴い定常押出し可能となる速度領域が非常に限定されることが顕著に示されている。

4. 結 言

HDPE のハイドラフィルム押出過程におよぼす押出速度、温度上昇の影響を調べた結果、次のようなことが明らかとなった。

(1) 主に低ひずみ速度領域において発生する動的不安定現象は、この領域で生ずるビレットの急激な温度上昇に起因する。

(2) (1)を考慮したうえで圧力媒体量を最小にとどめたハイドラフィルム押出加工法により高速度での

押出しを行うかあるいは予熱温度を適当に高く採って押出加工を行えばスティックスリップに代表される動的不安定現象の防止あるいは最小限までの抑制が可能となる。

(3) 高押出し比でのハイドラフィルム押出加工を行う場合、定常押出し可能なひずみ速度領域は非常に限定されるが、ひずみ速度・初期設定温度を適当に採れば HDPE では押出し比 $R=11.0$ までの定常押出しが可能である。

文 献

- (1) 袴田・ほか 2 名, 機調論, No. 830-10 (昭 58-10), 98.
- (2) Fiorentino, R. J., ほか 2 名, *Some Practical Considerations for Hydrostatic Extrusion*, H. Ll. D. Pugh (Ed.), Mechanical Engineering Publications, London, 1973, 85.
- (3) Coates, P. D., ほか 2 名, *J. Mater. Sci.*, 15-10 (1980), 359.