

論文 セメント系押出成形材料の押出成形性を考慮した調合設計の基礎的検討

山田寛次*1・石山 智*2

要旨: 押出成形材料の成形時に重要なのは、金型の抵抗に打ち勝って押出機から材料が排出される柔らかさと、排出された材料が締まって型くずれしないという硬さを両立させることである。両者がどのようなレオロジー的物性値と関連するかを考察した後、調合に用いられる材料の内、特にメチルセルロース、パルプ繊維、雲母の各調合量と、水分量がそれら物性値に対して与える影響を考察した。

キーワード: 押出成形, レオロジー, 調合設計, メチルセルロース, パルプ繊維

1. はじめに

乾式施工用セメント系押出成形パネルは外壁サイジング材として広く使用されているが、地球環境問題に関連して打込型枠や外断熱層・表面保護材のような新しい薄板部材への展開が検討されている。押出成形は短繊維の多量調合と加圧成形が出来るため材質面で有利¹⁾で、即時脱型という製造面での長所を持ち、更に連続補強材の挿入も可能²⁾になってきた。そのため二次部材以外でもプレハブ構造材としての将来性が期待できよう。

押出成形技術で困難な点は、押出可能であること(押出性)と押出後に保形する事(保形性)の両立³⁾である。近年、守ら⁴⁾は押出成形能力と材料の関連を研究し始め、ようやくそれら技術が公に論じられる状況になってきた。

通常、押出成形材料には多様な材料が調合されるが、著者の疑問は、それらが成形性(押出性と保形性)に対して、どのような性能を付与するのかということである。新しい調合を決める時、材料の種類、銘柄、粒度の組合せの中から経験と試行錯誤によって選択する方法が採られるが、いちいち押出成形をして確認することは無駄が多い。あらかじめ調合材料が成形性にどのような影響を及ぼすか確認しておけば、調合設計における成形性予測の面で便利である。

以上の背景のもと、本論文では、調合設計方法

を確立するための第一歩として、主要な調合材料の成形性に与える影響について述べる。

2. 成形性の評価法

2.1 成形性と材料の物性値

セメント系材料のレオロジーモデルはビンガム体で近似できることはよく知られている。押出成形材料でも同様と考えられ、Benbow⁵⁾は式(1)によって押出成形圧力を計算できるとした。これは、円錐形ダイを持つラム式押出機を用い、セラミック粉体ペーストの押出実験結果から導いた実験式である。

$$P = 2(Y + \tau_{10} \cot \alpha) \ln(D/D_0) + kV \cot \alpha \quad \text{----- (1)}$$

ここで、P: 押出圧力, Y: 材料の降伏強度, τ_{10} : 材料を初期流動させるに要する壁面とのせん断力, α : 円錐形ダイの傾斜角度, D: ダイの出口径, D_0 : ダイの入口径, k: 速度に依存する実験係数, V: 押出速度, である。

また、守ら³⁾はスクリュウ式押出機を用い、主に石綿を調合したモルタルの押出成形をして、土の一面せん断試験法に従って測定した式(2)に示す混練後モルタルのせん断強度が、押出圧力と押出性、保形性を説明できるとしている。

$$\tau = C + \sigma \tan \phi \quad \text{----- (2)}$$

*1 秋田県立大学・教授 建築環境システム学科 工博(正会員)

*2 秋田県立大学・助手 建築環境システム学科 工修(非会員)

ここで、 τ : 材料のせん断強度, C: 圧縮応力には影響されないせん断強度(粘着力), σ : 圧縮応力, ϕ : 内部摩擦角, である。

一方、スクリー式押出機による押出成形で最も理論化が進んでいるのは、プラスチック成形の分野である。純プラスチックのレオロジーモデルは、ニュートン体であるが、第一次の近似として参考になると考えられる。工業用プラスチック材料の押出成形理論⁹⁾によると、押出可能であるのは、スクリー回転による推進流れと、ダイ部分での圧力(バックプレッシャ)による逆流れとの差から計算される、式(3)の流量Qが正の値を持つことである。

$$Q = \pi D^2 H \sin \theta \cos \theta \{6N - (H \tan \theta / L) (H/D)(\Delta P / \eta)\} / 12 \quad \text{----- (3)}$$

ここで、Q: 押出流量, D: 押出機バレル直径, H: 押出機スクリーとバレルの間隙, θ : スクリューの角度, N: スクリュー回転数 (rpm), L: 押出機バレル長さ, ΔP : 押出圧力 (Pa), η : 材料の粘性係数 (Pa·s), である (Fig.1 参照)。

一方、 ΔP は、ダイ部分で材料が受ける力の状態から、圧縮、伸張流れによって受ける圧力 P_e とせん断流れによる圧力 P_s とに分けて考えられる⁹⁾。

$$\Delta P = P_e + P_s \quad \text{----- (4)}$$

ここで、 ΔP : 押出圧力, P_e : 圧縮、伸張流れに影響される押出圧力, P_s : せん断流れに影響される押出圧力, である。

なお、 P_e を支配する物性値は、塑性加工との関連から推察できるように材料の降伏強度である。また、 P_s を支配するのは、材料がダイ壁面との間で粘性と摩擦とによるせん断作用を受けて生じる抵抗力、およびその抵抗を受けて材料がせん断変形しつつ流動するためのせん断強度である (Fig.2 参照)。

以上述べた既往の研究から、押出性に影響を与える材料物性値は、降伏強度、せん断強度、粘性係数、摩擦係数の4つに整理できる。また、保形性は、材料の降伏強度に最も大きく影響されると

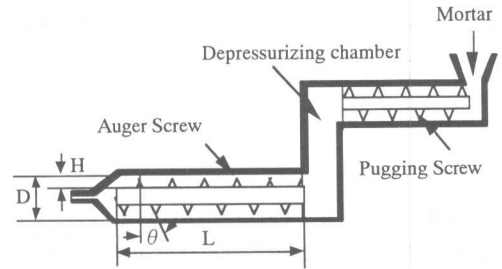
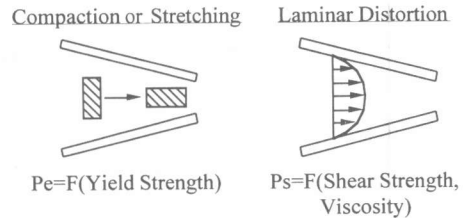


Fig.1 Typical Extruder



$$\text{Pressure Increase } \Delta P = P_e + P_s$$

Fig.2 Pressure Increase at Die

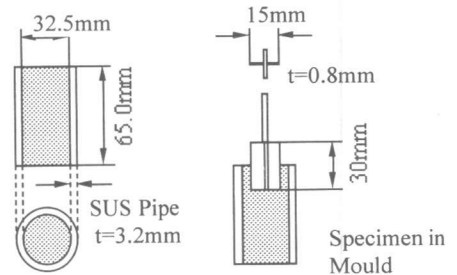


Fig.3 Mould and Specimen Fig.4 Penetration Vane

考えられる。

2.2 実験

(1) 測定方法

通常、押出成形の吐出速度は100mm/min以上で、出口での絞り比を考慮に入れると、ダイ内部でのせん断速度は10mm/min以上であると考えられる。従って、本試験では試験機能力一杯の11mm/minの载荷速度で物性値を調査した。降伏強度は土質試験の圧縮試験機を用いて11mm/minの载荷速度で、Fig.3に示す型枠で成形した試料(直径32.5mm、高さ65mm)の一軸圧縮強度によって評価した。粘性と摩擦の総合的抵抗力はベーン貫入抵抗試験で総合的な評価が出来ると考え、同じ圧縮試験機を用いて11mm/minの速度

Table-1 Materials

Materials	Properties
Ordinary Portland Cement	Spe. Surf. Area: 3300cm ² /g
Powdered Silica	Spe. Surf. Area: 3400cm ² /g
Methyl Cellulose	30Pa·s at 20°C
Pulp	Recycled Paper Pulp
Mica	Grade S-60

Table-2 Mix Proportions (Wt. % to powdery material)

Mix	Water	MC	Mica	Pulp	Mix	Water	MC	Mica	Pulp
a0	25	0	0	0	B1	25	1	5	1.77
a1	25	1	0	0	B2	25	1	5	1.15
a2	25	2	0	0	B3	25	1	5	1.00
Z0	25	1	5	2	B4	25	1	5	0.85
A1	26.9	1	5	2	B5	25	1	5	0.62
A2	28.8	1	5	2	C1	25	2	5	2
A3	30.8	1	5	2	C2	26.9	2	5	2
A4	32.7	1	5	2	C3	28.8	2	5	2
A5	34.6	1	5	2	C4	30.8	2	5	2
A6	36.5	1	5	2	D1	25	1	4.2	2
					D2	25	1	1.9	2

で、Fig.4に示すようにベーンを貫入させて評価した。このとき、試料はFig.3に示す型枠に入ったままである。また、せん断強度は土質試験用のせん断試験機を用い、直径60mm、高さ120mmの試料を11mm/minの速度で一面せん断して評価した。

(2) 調合、試料

実験に用いた材料はTable-1に示す。調合は既往の研究¹⁰⁾の物性値を念頭に、そこで用いた水/セメント比、混和剤率を中心にパラメトリックに変え、Table-2のように定めた。尚、Table-2は、セメントと粉末珪石の合計重量に対する割合を示し、セメントと粉末珪石の重量比は2.64である。また、特別な注意事項として、パルプは含水率を一定にするために、恒温恒湿室(20°C, RH: 60%)に保管して、秤量した。

材料は、秤量後ドライで3分、加水後10分、ホバートミキサーで混練し、凝結(始発)の遙か以前(45分以内)に試験を完了させた。一軸圧縮強度評価の試験体は、型枠内で0.4MPaのプレス圧を2分間かけてから取り出し、試料とした。又、ベーン貫入抵抗評価の試験体は同様

にして作成し、型枠に入ったままで評価した。せん断強度評価の試験体は、混練後の材料を試料入れに詰めてから同様に加圧した後、評価した。全ての試料を加圧した理由は、ダイ内部で同様の圧力を受けることを再現するためである。また、試験は3回実施し、Fig.6の結果は平均値を、他は誤差が最大でも13%であったため、煩雑を避け中間的な性状を示す結果を表示した。

3. 実験結果と考察

3.1 メチルセルロースの効果

Fig.5は繊維を入れなくてMC(メチルセルロース)量を変化させたときのベーン貫入抵抗の挙動である。ここで注目すべきは、MC含有の試料はベーンが完全に埋没する約30mmまでは調合量に応じた抵抗を受け、その後は一定の抵抗になることである。このことは、摩擦力と粘着力がベーンの面積に比例しているためと考えられる。

また、MC無しではベーンの約半分が埋没した14mmの状態抵抗が一定になり、完全に埋没後には抵抗が急上昇した。最初の現象は、MCを含

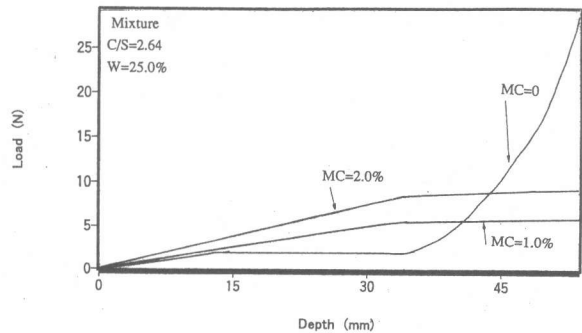


Fig. 5 Vane Penetration Resistance (Varied MC Ratio)

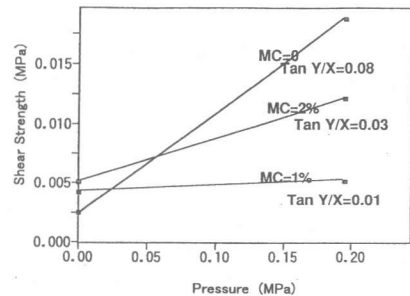


Fig. 6 Shear Strength (Varied MC Ratio)

まないと可塑的でない材料では、先端の半分程度が抵抗に関与し、残りは試料に接しなくなるためであろう。また、第二の現象は、一定以上深くなりベーン先端の材料の側圧が大きくなると、水膜の粘性が小さい材料では粉体同士がブリッジしてしまい、急激に抵抗が増大したためであると推察される。その事は、MC含有試料では型枠上面からモルタルがはみ出したのに対し、MC無しの試料では水がにじみ出していたことから示される。

なお、深さ14mmまでの挙動で、MC無しの試料とMC: 1%の試料では摩擦力と粘着力の割合が異なるにも関わらず、両者がほぼ同程度であることは興味深い。

Fig.6はFig.5に示すと同じ調合のせん断強度である。圧縮力をかけないときはMCの量に対応した粘着力によるせん断強度を示した。内部摩擦角はMCを含まないときは最大(0.08)で、MC: 1%で最低(0.01)を示した。しかし、MC: 2%では加圧により試験機のせん断面に試料が入り込みやすく、実験値が安定せず、内部摩擦角は0.03と大きくなった。この値の妥当性は、今後多数の実験によって確認されるべきと考える。

3.2 水 - 粉体比の影響

Fig.7はMC, 雲母, パルプを定量入れた調合の、水分量だけを変化させたときのベーン貫入抵抗の挙動である。雲母, パルプを含有することにより、ベーンが完全に埋没してからも貫入抵抗は上昇し続ける傾向を示し、Fig.5の結果とは異なっているが、これは、ベーンの刃先に繊維が絡まるためで本質的ではない。

注目すべきは、水 - 粉体比(Wと記す)が30.8%から32.7%への変化が際だって大きいことである。同様の急激な変化はMC, 雲母, 水 - 粉体比を一定にして、パルプだけを変化させた場合(Fig.8)にも現れた。従って、必要な水分量はパルプの

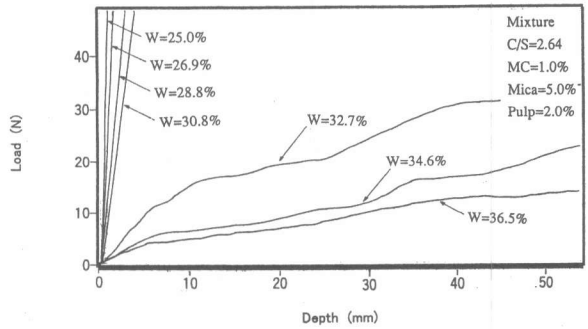


Fig. 7 Vane Penetration Resistance (Varied Water Ratio)

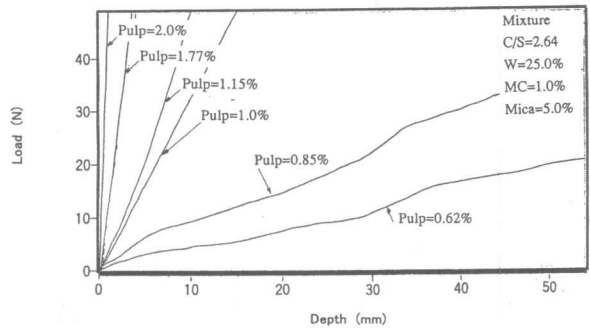


Fig. 8 Vane Penetration Resistance (Varied Pulp Ratio)

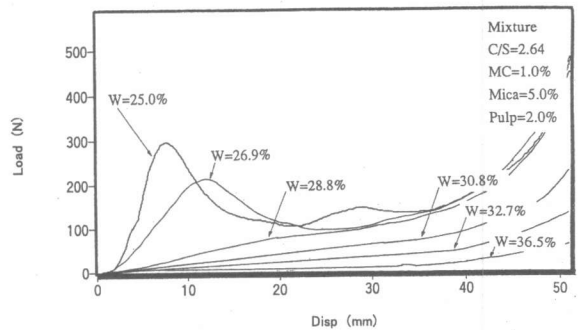


Fig. 9 Compressive Behavior (MC=1%, Varied Water Ratio)

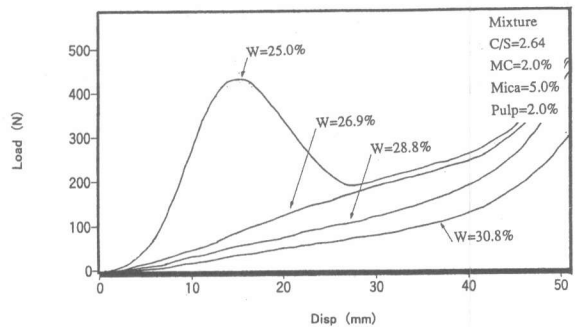


Fig. 10 Compressive Behavior (MC=2%, Varied Water Ratio)

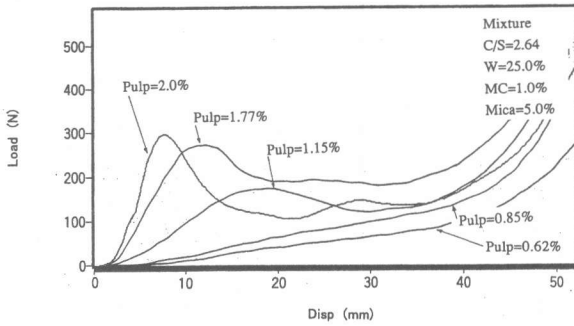


Fig. 11 Compressive Behavior (Varied Pulp Ratio)

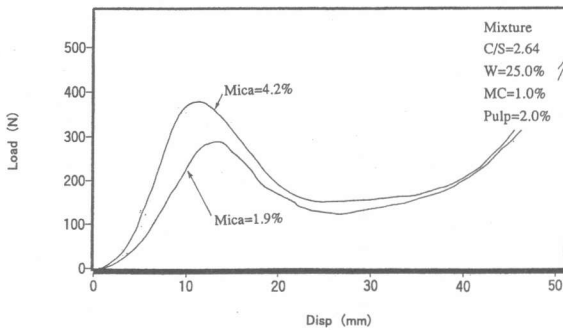


Fig. 12 Compressive Behavior (Varied Mica Ratio)

調合量との関連で決める必要があることがわかる。

Fig.9はMC: 1%, Fig.10はMC: 2%で、雲母、パルプを定量入れた調合のWだけを変化させたときの一軸圧縮の挙動である。

ここで注目すべきは、Wが少ないときは明確なピークを示すが、Wの増加に伴って明確なピークを示さなくなり、だだだらと直径が太くなりながらつぶれていく挙動を示すことである。その変化は、先にFig.7, 8で見た急激な変化と同様に、土質用語でいう塑性限界、又は粉体の充填システムに関するC-3点¹¹⁾(Wet MixからSemi Dry Mixへの遷移点)に類似の状況を力学挙動の変化として見ているもので、可塑性の限界Wに起因していると考えられる。従って本論文ではこの変化を可塑性と呼ぶ。

更に、Fig.9とFig.10を比較すると、MCの増加によりその限界水分量が低下することが分かる。つまり、MC: 1%では限界のWが26.9%~28.8%であるのに対し、MC: 2%では25.0%~26.9%である。この理由は、可塑性を示すために

必要な粉体を取り巻く水膜の厚さとその強さに関係があると推察される。また、同じW: 25.0%ではMC: 2%の方が強度が高く、つぶすためのエネルギーも大きい。

3.3 パルプ、雲母の効果

Fig.11はMC, 雲母, Wを一定にしてパルプだけを変化させたときの一軸圧縮の挙動である。Fig.9に示すWを変化させた場合と同様な効果があるとわかる。また、Fig.12はパルプではなく、雲母だけを2倍以上変化させた一軸圧縮の挙動であるが、荷重-変形関係は余り変化しなかった。従って、雲母の含有は硬化後の物性値との関係を主体に判断できると考えられる。

3.4 試験法の比較

Fig.7とFig.9は、可塑性を、ペーン貫入試験(Fig.7)と一軸圧縮試験(Fig.9)と

の両面から評価した結果であり、Fig.8とFig.11も同様の関係にある。

可塑性の限界Wは、Fig.8とFig.11では矛盾無くパルプ量が0.85%~1.15%の間にあることが示されている。しかし、Fig.7とFig.9とでは、Wが30.8%~32.7%(Fig.7)に対し26.9%~28.8%(Fig.9)と、約4%の差がある。

この理由は、ペーン貫入試験では可塑性の開始を、摩擦力と粘性抵抗の和で評価しているのに対し、一軸圧縮試験では全く異なる挙動である、圧縮によるせん断すべりを評価している点が挙げられる。特に、微少な荷重を評価するペーン貫入試験では、パルプを多量(2%)に調合する場合、刃先に繊維が絡まりやすく、Wを大きい側に評価したとも考えられ、詳細は別の研究に委ねたい。

4. まとめ

4.1 成形性に関連する物性値とその測定方法

従来、成形性はせん断強度を主に論じられてきた³⁾。その理由が考察されたことはないが、一般的に、降伏強度はせん断強度と相関があり、粘性

係数と摩擦係数も式(2)のC, ϕ と何らかの関係があると考えられるのでせん断強度と関係し、結局、せん断強度は成形性に関わる総合的な物性値であるためであろう。

しかし、材料と成形性の関係を分析する場合には、本研究の方法が必要である。例えばMC代替材の評価は、ベーン貫入試験によるFig.5の結果との対比により、明確な考察が可能であるし、可塑化の限界を実験的に確認するためには、一軸圧縮試験によるFig.8のような結果が有効である。

本研究の目的は、調合材料が成形性に付与する特性を抽出するに最もふさわしい測定法を提案することに絞った。そのため、ベーン貫入試験、一軸圧縮試験、せん断試験の3種試験法間の関連について詳しい分析をしていないが、それは次の課題としたい。

4.2 成形性に対して調合材料の果たす役割

実験から得られた結論は、次のとおりである。

(1) MCの効果

添加により材料が可塑性を持ち、内部摩擦角が減少するため、圧力の高い押出成形では閉塞防止に有効である。反面、粉体周りの水膜の粘度を上げるため、粘着力を増し、一軸圧縮強度、せん断強度を若干上昇させる。なお、今回の実験では1%の含有で十分な効果が現れた。

(2) パルプの効果

添加により一軸圧縮強度、せん断強度を急激に上昇させる。その理由は、パルプの吸水と絡み合いによるものであろう。また、一定量以上の添加により、一軸圧縮時の荷重-変形性状がシャープにまた変形剛性が大きくなるため、保形性には有効に働くと考えられる。

(3) 雲母の効果

同じ繊維成分としてのパルプと比較すると、成形性に対しては際だった特徴が無く、硬化後の物性値との関係で評価できると考えられる。

(4) 水-粉体比の限界

材料を可塑化限界以上の状態に保持する水分量が必要であるが、パルプの調合量を念頭に置く必要がある。

4.3 今後の課題

本研究により成形性を考慮した調合設計に関する基礎的な事項は明らかになった。今後は、押出成形の実験を通じて、成形性に関する測定法と物性値の検討をすると共に、本研究の結果を利用して新しい調合を開発する予定である。

謝辞

本研究は、財団法人 トステム建材産業振興財団の研究助成によってなされたもので、ここに記して感謝の意を表す。

参考文献

- 1) 平戸靖浩, 山田寛次, ほか: CFRP ロッド補強押出セメント板の特性(その1)マトリックスの凍結融解性能, 日本建築学会大会学術講演梗概集, A-1505, pp.1009-1010, 1995.8
- 2) 山田寛次, 平戸靖浩, ほか: CFRP ロッド補強押出セメント板の特性(その2)曲げ挙動, 日本建築学会大会学術講演梗概集, A-1506, pp.1011-1012, 1995.8
- 3) 守明子, 馬場明生: セメント系建築材料の押出成形における製造プロセス制御方法の開発, 日本建築学会構造系論文集, No.456, pp.1-10, 1994.2
- 4) 守明子, 馬場明生: 新素材繊維を混入したセメント系材料の押出成形性, 日本建築学会構造系論文集, No.484, pp.1-6, 1996.6
- 5) 守明子, 馬場明生: セメント系材料の押出成形性及ばす骨材最大寸法の影響, 日本建築学会構造系論文集, No.491, pp.1-7, 1997.1
- 6) 馬場明生, 守明子: セメント系材料の押出成形における成形圧力を予測するためのダイ形状の幾何学的評価方法の提案, 日本建築学会構造系論文集, No.501, pp.1-6, 1997.11
- 7) Benbow, J. J.: The dependence of output rate on die shape during catalyst extrusion, Chemical Engineering Science, Vol. 26, pp. 1467-1473, 1971
- 8) ボーグ, D. C., 和井, J. L. 著, 三石信雄, 山中彰宏 訳: レオロジーの理論と応用, 工業調査会, pp.152-159, 1972
- 9) 村上健吉 監修: 押出成形, プラスチックエージ, pp.98, 1989.12
- 10) 山田寛次, 三橋博三: パルプサンドを混入したポリグロブ短繊維補強押出成形体のタフネスに関する一考察, コンクリート工学年次論文報告集, Vol.17, No.1, pp.439-444, 1995
- 11) 梅屋 薫: セラミック成形工学におけるレオロジーの役割, 日本レオロジー学会誌, Vol.13, pp.145-166, 1985