



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103459110 B

(45) 授权公告日 2015. 07. 29

(21) 申请号 201280017404. 0

B29B 9/06(2006. 01)

(22) 申请日 2012. 03. 29

C08J 3/20(2006. 01)

C08J 5/04(2006. 01)

(30) 优先权数据

2011-082313 2011. 04. 01 JP

(56) 对比文件

JP 特开 2010-654 A, 2010. 01. 07, 全文.

CN 101175619 A, 2008. 05. 07, 全文.

JP 特开平 10-180841 A, 1998. 07. 07, 全文.

WO 2010/011053 A2, 2010. 01. 28, 全文.

JP 特开 2002-18842 A, 2002. 01. 22, 全文.

CN 1109405 A, 1995. 10. 04, 全文.

JP 特开 2002-103327 A, 2002. 04. 09, 全文.

CN 1942296 A, 2007. 04. 04, 全文.

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 10. 08

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/JP2012/058400 2012. 03. 29

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/137666 JA 2012. 10. 11

(73) 专利权人 宝理塑料株式会社

地址 日本东京都

审查员 王芳

(72) 发明人 平田邦紘 石田大 平郡元一

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事

务所(普通合伙) 11277

代理人 刘新宇 李茂家

(51) Int. Cl.

B29B 9/14(2006. 01)

B29B 7/48(2006. 01)

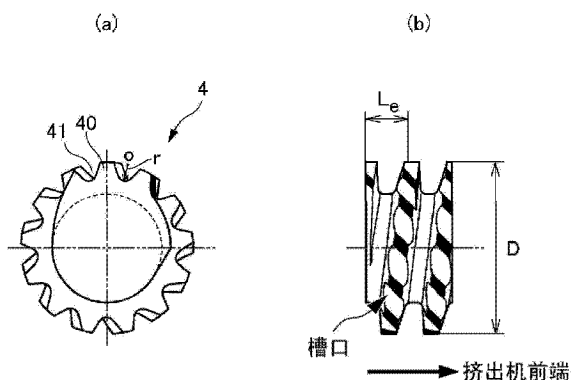
权利要求书1页 说明书18页 附图8页

(54) 发明名称

玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法

(57) 摘要

提供一种玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,利用该方法可使玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒呈现比常规方法高的生产率,并可使单丝集合体(未解纤的玻璃纤维束)残留在所产生的颗粒中的可能性最小化。在该方法中,用包括具有特定形状的螺杆构件的螺杆混炼热塑性树脂和玻璃纤维,并在特定条件下生产玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒。该具有特定形状的螺杆构件为具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件。



1. 一种使用设置有相互旋转且啮合的螺杆的双螺杆挤出机的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,所述方法包括:

通过将热塑性树脂供给至挤出机、加热和混炼来将其塑化的塑化步骤;

在所述塑化步骤后将至少一束玻璃纤维束供给至所述挤出机,并解纤所述玻璃纤维束,同时通过螺杆混炼解纤的玻璃纤维和已塑化的所述热塑性树脂的混炼步骤;

在所述混炼步骤后挤出玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的挤出步骤;和

将由此挤出的所述玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物造粒的造粒步骤,

其中,在所述混炼步骤中,所述螺杆包括至少一个单螺纹逆送螺杆构件,所述单螺纹逆送螺杆构件具有形成有弧形槽口的螺纹部,

其中,转矩密度为通过将所述单螺纹逆送螺杆构件中的螺杆的转矩除以旋转啮合的所述螺杆之间的芯间距离的立方所获得的值,所述转矩密度为 $11\text{Nm}/\text{cm}^3$ 以上,和

其中, N_s 为所述混炼步骤中的螺杆转速,和 Q 为所述挤出步骤中所述玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的排出量, Q/N_s 密度为通过将 Q/N_s 除以旋转啮合的所述螺杆之间的芯间距离的立方所获得的值,所述 Q/N_s 密度为 $0.013\text{kg}/\text{h}/\text{rpm}/\text{cm}^3$ 。

2. 根据权利要求 1 所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,其中所述单螺纹逆送螺杆构件满足以下不等式 (I) 至 (III),

$$0.05D \leq r \leq 0.15D \quad (\text{I})$$

$$7 \leq n \leq 20 \quad (\text{II})$$

$$L_e \leq 0.3D \quad (\text{III})$$

其中,不等式 (I) 中的 r 为形成所述弧形的圆的半径,或者形成所述弧形的椭圆的长径/2 或短径/2;不等式 (II) 中的 n 为所述单螺纹逆送螺杆构件的每 1 个导程长度的槽口数;不等式 (III) 中的 L_e 为上述单螺纹逆送螺杆构件的导程长度;和不等式 (I) 和 (III) 中的 D 为螺杆孔径。

3. 根据权利要求 1 或 2 所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,其中所述热塑性树脂包括聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂。

4. 根据权利要求 1 或 2 所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,其中所述热塑性树脂包括液晶性树脂。

玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法

技术领域

[0001] 本发明涉及玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法。

背景技术

[0002] 作为将玻璃纤维混合混炼入热塑性树脂以生产玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的方法,首先将热塑性树脂供给至挤出机,并使该热塑性树脂熔融。接下来,将玻璃纤维供给至熔融的热塑性树脂,并将热塑性树脂和玻璃纤维在挤出机内部混合混炼。最后,将混合物冷却造粒的方法是常用的。对于挤出机,通常使用单螺杆挤出机和同方向完全啮合(co-rotation intermeshed)型双螺杆挤出机(下文中可称作双螺杆挤出机)。与单螺杆挤出机相比,双螺杆挤出机的生产率和操作自由度较高;因此,在生产玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的过程中更优选使用双螺杆挤出机。

[0003] 用于制造上述玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的玻璃纤维既可为通过将约 300 至 3000 根直径为 $6\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 的单丝集束并卷绕成粗纱所获得的那些,或者通过在 1 至 4mm 的长度处切割粗纱所获得的那些(下文中可称作“短切原丝”)。当工业上制造玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒时,由于短切玻璃(chopped glass)可更容易使用,因此最常进行的方法是将热塑性树脂供给至双螺杆挤出机,在熔融热塑性树脂后从双螺杆挤出机的中游供给短切玻璃,将热塑性树脂和玻璃纤维混合混炼,挤出,然后冷却固化混合物。

[0004] 使用上述双螺杆挤出机的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产率由双螺杆挤出机的塑化和混合/混炼能力决定。双螺杆挤出机的塑化能力取决于螺杆设计、由螺杆产生的转矩、螺杆的槽深(螺杆的外径与根部直径(root diameter)之差)、螺杆转速等。专利文献 1 限定了被两个螺杆之间芯与芯的距离的立方除以的值作为转矩密度,并公开了具有高塑化能力和优异生产率的双螺杆挤出机。

[0005] 另外,双螺杆挤出机的混合和混炼能力也取决于螺杆设计。停留时间降低伴随双螺杆挤出机的塑化能力的改善。为此,需要混合/混炼能力在短时间内效率良好的螺杆设计的研发。这样,已考虑了涉及提高双螺杆挤出机的塑化能力和混炼能力的技术。

[0006] 然而,如上所述,将其中单丝已制成束的玻璃纤维用作玻璃纤维。这是因为,在不使玻璃纤维形成单丝束下供给至双螺杆挤出机的方法中,单丝将呈絮状,将损失流动性,其操作将困难。将上述短切原丝在双螺杆挤出机内部混合混炼,直至解纤(broken down)成单丝。同时,短切原丝被螺杆等破断直至单丝的长度变为平均 $200\mu\text{m}$ 至 $800\mu\text{m}$ 。

[0007] 如果在双螺杆挤出机的内部混合混炼不足,则未解纤成单丝并处于单丝集合体(cluster)(未解纤的玻璃纤维束)的状态的短切原丝的部分或全部将残留在树脂组合物颗粒中。在注射成型中,如果部分或全部短切原丝残留在玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒中,则这些短切原丝的部分或全部将阻塞闸门,将不能注射成型,或者即使注射成型可行,这些短切原丝的部分或全部也将存在于成型品中,从而成为外表缺陷或机能减退的原因。

[0008] 近年来,特别是伴随着电子学相关技术的进展,已需要将玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物用作部件来成型为薄壁的复杂形状。进行如此精密成型的成型机的水口 (gate nozzle) 通常为 1mm 以下。精密成型品中存在未解纤的玻璃纤维束将导致非常严重的缺陷。

[0009] [专利文献 1] 日本未审专利申请 (PCT 申请译文), 公布号 H11-512666

发明内容

[0010] 发明要解决的问题

[0011] 尽管指出如果使用专利文献 1 的双螺杆挤出机会改进生产率,但对于精密成型品,例如特别是上述的那些,在高排出量的条件下停留时间变短,因此,短切原丝不会完全解纤成单丝,并且缩短纤维长度会变得更难。

[0012] 为了解决上述问题而进行本发明,本发明的目的为提供玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,其可极大降低单丝束(未解纤的玻璃纤维束)残留于所产生颗粒中的可能性,以及改善玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产率超过常规。

[0013] 用于解决问题的方案

[0014] 本发明人为解决上述问题已进行了锐意研究。

[0015] 其结果是,发现在包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数(每单位重量包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒个数) N 与平均剪切应力史、平均剪切应变史、比能、最短颗粒流出时间(这些为由数值分析获得的物理量)等中的任何一个之间无明确相关性,以及发现最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ (作为由粒子轨迹法导出的作用于各玻璃纤维束的剪切应力的时间积分值中的最小值),与包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数 N 具有相关性。

[0016] 另外,在分析产生于双螺杆挤出机的剪切应力且排出量 Q 与螺杆转速 N_s 之比 (Q/N_s) 是恒定的情况下,发现通过控制最小剪切应力历史值 $T_{\min}$,可控制包含未解纤的玻璃纤维的每单位量的颗粒数 N 。

[0017] 此外,发现即使在上述比例 (Q/N_s) 不恒定的情况下,包含未解纤的玻璃纤维的每单位量的颗粒数 N 可由使用上述 $T_{\min}$ 和 (Q/N_s) 的特定表达式表示。

[0018] 此外,发现上述问题可通过具有特定形状的螺杆构件的混炼热塑性树脂和玻璃纤维的螺杆来解决,从而实现完成本发明。更具体地,本发明提供以下主题。

[0019] 根据本发明的第一方面,使用设置有相互旋转且啮合的螺杆的双螺杆挤出机的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法,其包括:通过将热塑性树脂供给至挤出机、加热和混炼来将其塑化的塑化步骤;在塑化步骤后将至少一束玻璃纤维束供给至挤出机,并解纤玻璃纤维束,同时通过螺杆混炼解纤的玻璃纤维和已塑化的热塑性树脂的混炼步骤;在混炼步骤后挤出玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的挤出步骤;和将由此挤出的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物造粒的造粒步骤,其中,在混炼步骤中,所述螺杆包括具有形成有弧形槽口的螺纹部 (flight portion) 的单螺纹逆送螺杆构件 (single-thread forward-feeding screw element), 转矩密度 (其为通过将单螺纹逆送螺杆构件 (single-thread backward-feeding screw element) 中的螺杆的转矩除以旋转啮合的螺杆之间的芯间距离 (core-to-core distance) 的立方所获得的值) 为 $11(\text{Nm}/\text{cm}^3)$ 以上, N_s 为混炼步骤中的螺杆转速, Q 为挤出步骤中玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的排出量, Q/N_s 密度 (其为通过将 Q/N_s 除以旋转啮合的螺杆之间的芯间距离的立方所获得的

值) 为 $0.013(\text{kg/h/rpm/cm}^3)$ 。

[0020] 根据本发明的第二方面,在如第一方面所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法中,单螺纹逆送螺杆构件满足以下不等式 (I) 至 (III)。

[0021] $0.05D \leq r \leq 0.15D$ (I)

[0022] $7 \leq n \leq 20$ (II)

[0023] $Le \leq 0.3D$ (III)

[0024] (不等式 (I) 中的 r 为形成弧形的圆的半径,或者形成弧形的椭圆的(长径)/2 或(短径)/2;不等式 (II) 中的 n 为单螺纹逆送螺杆构件的每 1 个导程长度(lead length)的槽口数;不等式 (III) 中的 Le 为上述单螺纹逆送螺杆构件的导程长度;和不等式 (I) 和 (II) 中的 D 为螺杆孔径(screw bore))。

[0025] 根据本发明的第三方面,在如第一或第二方面所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法中,热塑性树脂包括聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂。

[0026] 根据本发明的第四方面,在如第一或第二方面所述的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法中,热塑性树脂包括液晶性树脂。

[0027] 发明的效果

[0028] 根据本发明,单丝集合体(未解纤的玻璃纤维束)残留在所产生颗粒中的可能性可显著降低,以及改进玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产率超过常规生产率。

附图说明

[0029] 图 1 为示出挤出机的螺杆构造的实例的示意图;

[0030] 图 2 提供示意性示出具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件的图;

[0031] 图 3 为示出实施例使用的挤出机的螺杆构造的示意图;

[0032] 图 4 为示出实施例使用的具体螺杆模式的图;

[0033] 图 5 提供示出实施例使用的具体螺杆形状的图;

[0034] 图 6 为示出在实施例使用的挤出机的 $Q/N_s=1.0$ 的条件下,最小剪切应力历史值($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)与玻璃纤维束的部分或全部未解纤的颗粒数(个/10kg 颗粒)之间的关系图;

[0035] 图 7 为示出在实施例使用的挤出机的 $Q/N_s=1.0$ 、 $Q/N_s=0.8$ 和 $Q/N_s=0.5$ 的条件下,最小剪切应力历史值($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)与玻璃纤维束的部分或全部未解纤的颗粒数(个/10kg 颗粒)之间的关系(相关线)的图;

[0036] 图 8 为示出在不依赖于实施例使用的挤出机的 Q/N_s 下,最小剪切应力历史值($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)与玻璃纤维束的部分或全部未解纤的颗粒数(个/10kg 颗粒)之间的关系(相关线)的图;

[0037] 图 9 为示出每种类型螺杆构件的剪切应力历史值的分布的图;

[0038] 图 10 提供示出排出量与包含未解纤的玻璃纤维的颗粒数之间的关系图;

[0039] 图 11 提供示出排出量与排出树脂温度(树脂组合物从模具中排出的温度)之间的关系图;

[0040] 图 12 提供示出其中未解纤的玻璃纤维束未残留在所生产颗粒中的操作区域(最大排出量)的图。

具体实施方式

[0041] 以下将说明本发明的实施方案。应当注意的是,本发明不受限于下述实施方案。

[0042] < 玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法 >

[0043] 本发明的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法包括以下步骤。

[0044] 塑化步骤将热塑性树脂供给至挤出机,然后加热和混炼来塑化。

[0045] 在塑化步骤后,混炼步骤将至少一束玻璃纤维束供给至挤出机,从而解纤上述玻璃纤维束,同时用螺杆混炼解纤的玻璃纤维和已塑化的热塑性树脂。

[0046] 在混炼步骤后,挤出步骤挤出玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物。

[0047] 造粒步骤将挤出的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物造粒。

[0048] 本发明的生产方法在混炼步骤中使用包括特定螺杆构件的螺杆。

[0049] 下文中,将借助使用如图 1 所示的双螺杆挤出机的情况下的实例来说明本发明的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法。图 1 示出包括缸体 1、设置在缸体中的螺杆 2 和设置于缸体 1 的下游侧端部的模具 3 的双螺杆挤出机。另外,图 1 还示出上述螺杆 2 的螺杆构造。更具体地,螺杆 2 从上游侧以该顺序具有供给部 20、塑化部 21、输送部 (transport part) 22 和混炼部 23。利用供给部 20 和塑化部 21 进行塑化步骤。利用输送部 22 和混炼部 23 进行混炼步骤。利用混炼部 23 及此后进行挤出步骤。另外,在从挤出机的模具 3 挤出玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物之后进行造粒步骤。

[0050] 此外,其中设置有螺杆 2 的缸体 1 具有用于将原料如热塑性树脂供给至供给部 20 的料斗 10、用于将辅料如玻璃纤维束供给至输送部 22 的进料口 11 和用于在预设真空度下真空脱气的具有减压装置如真空泵的真空排气口 12。

[0051] [塑化步骤]

[0052] 在塑化步骤中,通过移送并熔融从料斗 10 供给的热塑性树脂来进行均匀熔融。首先,将说明热塑性树脂,然后将说明直至从料斗供给的热塑性树脂变得均一熔融为止的塑化步骤的细节。

[0053] (热塑性树脂)

[0054] 热塑性树脂的类型不特别限定。作为热塑性树脂的具体实例,可例举聚丙烯、聚缩醛、液晶性树脂、聚对苯二甲酸丁二醇酯、聚对苯二甲酸乙二醇酯、聚苯硫醚和尼龙 66 等。在这些热塑性树脂中,趋于出现上述玻璃纤维束未解纤的问题,特别是在较低的粘度下。这是因为,如果粘性低,难以在熔融状态下产生剪切应力,因而其中集束有单丝的玻璃纤维束难以解纤。作为低粘度树脂,例如,可例举聚对苯二甲酸丁二醇酯、液晶性树脂、聚对苯二甲酸乙二醇酯和尼龙 66 等。

[0055] 通常,对于上述用作原料的热塑性树脂,使用成型为颗粒状的热塑性树脂。应当注意的是,通过将包含其他组分的热塑性树脂组合物制成粒状所获得的材料可用作原料。

[0056] (塑化步骤的细节)

[0057] 利用螺杆 2 的供给部 20 和塑化部 21 进行塑化步骤。作为用于供给部 20 的螺杆构件,例如,可例举诸如由螺纹等组成的输送用构件等。通常,作为用于塑化部 21 的螺杆构件,可例举如反向螺纹、密封件、顺混炼盘 (forward kneading disk) 和逆混炼盘等的螺杆构件的组合。

[0058] 树脂颗粒由供给部 20 移送。供给部 20 进行移动以使树脂颗粒从料斗 10 侧向模

具 3 方向侧输送。通过外部加热器进行预热作为熔融准备阶段是常见的情况。另外,树脂颗粒夹持在旋转螺杆 2 和缸体 1 之间;因此,摩擦力作用于树脂颗粒,从而产生摩擦热。树脂颗粒的熔融还可由上述预热和摩擦热起始。根据该情况,有必要通过常规已知方法进行螺杆 2 的槽深的调整以及预热温度调整,以便在供给部 20 中顺利进行树脂颗粒的移送。

[0059] 在塑化部 21 中,通过向从供给部 20 移送的树脂颗粒施加压力来熔融树脂颗粒。在塑化部 21 中,剪切应力作用于树脂颗粒,结果树脂颗粒熔融,同时进一步向前(从料斗 10 到模具 3 的方向)移送。

[0060] [混炼步骤]

[0061] 在混炼步骤中,在塑化步骤后将至少一束玻璃纤维束供给至挤出机,并解纤上述玻璃纤维束,同时混炼解纤的玻璃纤维和在塑化步骤中熔融的热塑性树脂。利用螺杆 2 的输送部 22 和混炼部 23 进行混炼步骤。作为用于输送部 22 的螺杆构件,可例举诸如由顺螺纹等组成的输送用构件等。另外,作为用于混炼部 23 的螺杆构件,常见的是如反向螺纹、密封件、顺混炼盘和逆混炼盘等的螺杆构件的组合。

[0062] 在本发明的生产方法中,将具有外周形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件提供至螺杆 2 的混炼部 22 的至少一部分。通过将上述螺杆构件提供至混炼部 22 的至少一部分,未解纤的玻璃纤维束几乎不残留在所产生的颗粒中。

[0063] 首先,将简要说明玻璃纤维束。玻璃纤维束为其中 300-3000 根单丝成束的短切原丝。特别地,优选使用 1100-2200 根成束的短切原丝。另外,单丝的直径不特别限定;然而,优选 $6\mu\text{m}$ 至 $20\mu\text{m}$ 范围内的那些, $6\mu\text{m}$ 、 $10\mu\text{m}$ 和 $13\mu\text{m}$ 的单丝在市场中广泛分布。应当注意的是,仍作为粗纱的单丝束可连续供给至双螺杆挤出机。然而,通过切割粗纱形成的短切原丝在输送和供给至双螺杆挤出机时容易处理。

[0064] 在输送部 22 中,将从进料口 11 投料的玻璃纤维束和熔融树脂输送直至混炼部 23。在该输送部 22 中,玻璃纤维束和熔融树脂不完全充满螺杆的槽内部,该槽内部为其中剪切力不作用于玻璃纤维束的区域。

[0065] 在混炼部 23 中,剪切应力作用于玻璃纤维束和熔融树脂。玻璃纤维束的解纤以及单丝和熔融树脂的混炼通过剪切应力作用来进行。

[0066] [挤出步骤、造粒步骤]

[0067] 玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物如何挤出以及如何造粒不特别限定。例如,可通过切断已从模具 3 挤出成棒状的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物来造粒。应当注意的是,切断方法不特别限定,可采用常规已知的方法。应当注意的是,挤出步骤中的排出量为排出量 Q ,螺杆的转速为转速 N_s 。

[0068] <螺杆构件>

[0069] 作为常规螺杆的混炼部,常见的是如反向螺纹、密封件、顺混炼盘和逆混炼盘的螺杆构件的组合。然而,在 Q/N_s 大的条件下的高排出的情况下,部分玻璃纤维束将不会解纤,并仍作为未解纤的残留。

[0070] 本发明为由挤出机内部的各玻璃纤维束所受剪切应力历史值为指标来决定的生产方法。更具体地,将最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ (其为双螺杆挤出机内部的各玻璃纤维束所受的剪切应力历史值中的最小值) 定义为指标。通过将最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 定义为指标,可区分其中未解纤的玻璃纤维束残留的生产方法和其中几乎无未解纤的玻璃纤维束残

留的生产方法。本发明为要生产的颗粒中几乎不残留未解纤纤维束的玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒的生产方法。

[0071] 首先,将说明将最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 定义为指标。下述表达式 (IV) 基于玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的排出量 Q 、混炼部 23 中螺杆构件的螺杆孔径 D 、螺杆转速 N_s 、最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 和每单位量的未解纤的颗粒数 N (包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数) 导出。即使 Q/N_s 的条件改变,以下表达式 (IV) 在能够用一个式子考量包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒量的方面也是有用的。另外,即使混炼部所具有的螺杆构件的种类改变,包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒量也可用一个表达式 (IV) 考量。然而,如果双螺杆挤出机的尺寸开始变化,则有必要再次推导表达式 (IV)。这是因为,即使在相同的排出量 Q 和相同的螺杆转速 N_s 的条件下,在小型双螺杆挤出机和大型双螺杆挤出机之间从缸体传递的热能将不同,因而作用于熔融树脂的热能将不同。

$$[0072] \quad N = 10^{\alpha} \left\{ \frac{T_{\min}}{\left(\frac{Q}{N_s} \right)^{\gamma}} \right\}^{-\beta} \quad (IV)$$

[0073] 当决定使用双螺杆挤出机时,螺杆孔径 D 便明确地决定。最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 基于该螺杆孔径 D 、任意确定的螺杆的混炼部 23 的导程长度 L_e 以及为任意确定的成型条件的排出量 Q 和螺杆转速 N_s 导出。

[0074] 最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 可使用常规已知的双螺杆挤出机中的三维流动分析软件导出。例如,可通过如实施例所述的粒子轨迹分析来导出。最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 为通过进行剪切应力的时间积分获得的时间积分值;然而,积分区间为剪切应力作用于熔融树脂和玻璃纤维束的区间,而在如图 1 所示的挤出机的情况中,为混炼部 23 的区间。

[0075] 最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 的导出方法不特别限定。可例举使用常规软件导出的方法和通过实验导出的方法等。

[0076] 未解纤的颗粒数 N 可实验导出,或可使用分析法等导出。

[0077] 然后,基于这些导出结果,通过以最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 为横坐标,以未解纤的颗粒数 N 为纵坐标建立表示上述表达式 (IV) 的图来导出表达式 (IV)。

[0078] 从该图中,为了使未解纤的颗粒数 N 在期望值以下,有必要时导出最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 。

[0079] 接下来,将说明双螺杆挤出机尺寸变化的情况。在该情况下,尽管有必要再次导出上述关系式,但在已导出对于预设双螺杆挤出机的上述表达式 (IV) 的情况下,可应用于使用不同尺寸的双螺杆挤出机的情况的表达式可容易通过下述方法导出。

[0080] 当螺杆构件的螺杆孔径 D 从 d_1 变成 d_2 时,在小规模挤出机的排出量 Q_m 与大规模挤出机的排出量 Q_M 之间建立下述表达式 (V),并在小规模挤出机的螺杆转速 N_{s_m} 与大规模挤出机的螺杆转速 N_{s_M} 之间建立下述表达式 (VI)。

$$[0081] \quad Q_M = \left(\frac{d_2}{d_1} \right)^\delta Q_m \quad \dots (V)$$

$$[0082] \quad Ns_M = \left(\frac{d_2}{d_1} \right)^{-\varepsilon} Ns_m \quad \dots (VI)$$

[0083] 确定上述表达式 (V) 和 (VI) 中的 δ 和 ε , 以使作用于熔融树脂的比能相等。 δ 和 ε 的确定方法既可为理论确定法, 或可为实验确定法。一般来说, 作为理论测定法, 通过假定热绝缘状态, 导出参数 δ 和 ε , 以使作为目标函数的比能或总剪切量、停留时间等在小规模设备与大规模设备之间匹配。假定小规模设备与大规模设备之间传递的热能之差, 也可导出参数 δ 和 ε , 以使作为目标函数的比能在小规模设备与大规模设备之间匹配。作为实验测定法, 可例举将目标函数限定为比能, 或采用表示物理性质的参数, 并统计学计算参数 δ 和 ε , 以使目标函数在小规模设备与大规模设备之间匹配的方法。

[0084] 通过导出在小规模挤出机和大规模挤出机之间建立的上述表达式 (V) 和 (VI), 可容易导出为大规模挤出机所建立的每单位量的未解纤的颗粒数 N 与最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 之间的下述表达式 (VII)。

$$[0085] \quad N = 10^\alpha \left\{ \frac{T_{\min}}{\left(\frac{(d_2/d_1)^\delta Q}{(d_2/d_1)^{-\varepsilon} Ns} \right)^\gamma} \right\}^{-\beta} \quad \dots (VII)$$

[0086] 这样, 随着最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 的值越大, 未解纤的颗粒数 N 的值趋于降低。因此, 有必要在使得最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 增加的条件下生产玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物颗粒。

[0087] 优选具有外周形成有槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件, 这是由于上述最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 趋于增加。具有外周形成有槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件本身是公知的, 并在例如专利文献 (DE41340226A1) 中记载。

[0088] 特别地, 通过使用下述单螺纹逆送螺杆构件, 可控制未解纤的颗粒数 N 为小的值。特别地, 在上述具有槽口的螺杆构件中, 使用逆送的具有弧形槽口的螺杆构件是优选的, 其理由是能够增加最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 的值, 使其超过如反向螺纹、密封件、顺混炼盘和逆混炼盘等的螺杆构件的组合, 能够在比其他螺杆构件短的时间内解纤玻璃纤维束。

[0089] 将说明上述用于混炼部 23 的单螺纹逆送螺杆构件。该单螺纹逆送螺杆构件优选具有外周形成有满足下述不等式 (I) 至 (III) 的弧形槽口的螺纹部。

$$[0090] \quad 0.05D \leq r \leq 0.15D \quad (I)$$

$$[0091] \quad 7 \leq n \leq 20 \quad (II)$$

$$[0092] \quad Le \leq 0.3D \quad (III)$$

[0093] (在上述不等式 (I) 中, r 为形成上述弧形的圆的半径, 或者为形成上述弧形的椭

圆的(长径)/2或任选地(短径)/2;上述不等式(II)中的 n 为上述单螺纹逆送螺杆构件的每1个导程长度的槽口数;上述不等式(III)中的 Le 为上述单螺纹逆送螺杆构件的导程长度;和上述不等式(I)和(II)中的 D 为螺杆孔径)。

[0094] 将使用图2说明上述单螺纹逆送螺杆构件。图2示出上述单螺纹逆送螺杆构件的示意图,其中(a)为沿轴向的截面图,(b)为侧视图。

[0095] 如图2所示,单螺纹逆送螺杆构件4具有螺纹部40,和在螺纹部40的外周形成的弧形槽口41。槽口41从螺纹部的外周朝向螺杆构件的轴形成。尽管图2示出形成弧形的椭圆的情况,但形成上述弧形的椭圆或圆的中心存在于螺纹部40的外周(图2(a)以 O 示出上述椭圆的中心)。上述槽口为弧形,并且通过经由上述圆或椭圆形成该弧形,产生在制造上便利,并使由槽口引起的螺纹部的强度降低最小化的效果。

[0096] 应当注意的是,上述弧形的一部分可通过上述圆或椭圆形成。另外,本发明不受限于通过上述一个圆或椭圆所形成的槽口全体。然而,优选弧形的全体实质上由一个圆或椭圆形成。

[0097] 另外,最优选上述弧形由圆形成。此外,在上述弧形由椭圆形成的情况下,优选其中槽口延伸的方向和其中椭圆长径延伸的方向实质上相匹配。

[0098] 此外,上述半径 r 的大小范围优选为 $0.05D \leq r \leq 0.15D$ 。 r 在上述范围内是优选的,这是因为最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 趋于增加。 r 的大小的更优选的范围为 $0.06D \leq r \leq 0.12D$ 。

[0099] 另外,随着槽口数 n 变大,最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 趋于增加。然而,如果槽口数 n 太大,螺杆构件的机械强度将降低;因此,优选将槽口数 n 调整为不等式(II)的范围。槽口数 n 特别优选的范围为 $10 \leq n \leq 15$,并且最优选的槽口数为11。

[0100] 上述螺杆构件的导程长度 Le 为上述螺杆构件的螺杆孔径 D 的0.3倍以下(Le 为 $0.3D$ 以下)。如果上述导程长度 Le 为 $0.3D$ 以下,则即使在其中排出量 Q 极高的条件下,未解纤的玻璃纤维也将趋于不易包括在所产生的颗粒中。应当注意的是,排出量 Q 极高,例如是指假设轴向长度为 $2D$ 的上述螺杆构件,在螺杆孔径 D 为47mm的双螺杆挤出机中为约300kg/h以上,在螺杆孔径 D 为69mm的双螺杆挤出机中为800kg/h以上。即使在如此高排出区域内,也可抑制由未解纤的玻璃纤维引起的前述问题。

[0101] 如上所述,用于本发明的上述螺杆构件的导程长度 Le 的上限优选为 $0.3D$ 以下;然而,下限优选 $0.1D$ 以上。对于通过维持螺纹部的厚度来保持强度的理由,设定为该下限值以上是优选的。

[0102] 尽管以上已说明具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件的功能和形状,但本发明的特征之一在于通过采用该具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件来迅速改进玻璃补强树脂组合物的生产率。

[0103] 甚至当使用常规混炼盘时,尽管其有可能会在常规低生产率下生产玻璃补强树脂组合物而不产生未解纤玻璃,但是当提高生产率时,如前所述在其中剪切应力历史值变小的部分产生包含未解纤玻璃的颗粒。

[0104] < 玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物的生产率 >

[0105] 通过将由将螺杆输出的转矩除以相互啮合的螺杆之间的芯间距离的立方所获得的值定义为转矩密度,可保证挤出机的转矩密度的性能,而不论挤出机的大小。

[0106] 设定本发明,以使螺杆的转矩密度成为 $11(\text{Nm}/\text{cm}^3)$ 以上。通过使转矩密度成为 $11(\text{Nm}/\text{cm}^3)$ 以上,产生挤出机内部的材料的填充率升高、能量密度降低和即使转速升至比常规转速高的情况下温度上升得也低的效果。另外,转矩密度的优选范围为 $13(\text{Nm}/\text{cm}^3)$ 以上至 $18(\text{Nm}/\text{cm}^3)$ 以下。

[0107] 类似地,挤出机的挤出条件,不论其大小如何,由共同指标规定是有效的。重要的操作条件是 Q/Ns ,其影响解纤玻璃纤维是否包含于颗粒中。如上所述, Q 为排出量, Ns 为螺杆转速。 Q/Ns 依赖于玻璃纤维补强的树脂组合物的粘度和比能。对于特定的玻璃纤维补强的树脂组合物, Q/Ns 的上限由挤出的转矩密度和啮合率(contact ratio)决定。如果转矩密度高,则可提高填充率,因而变得可采用高 Q/Ns 的操作区域。当 Q/Ns 大时,由于转速所造成的树脂温度上升变得缓慢,并且高转速可实现达到开始劣化的临界树脂温度,其结果是可获得高排出量。

[0108] 当然, Q/Ns 依赖于挤出机的螺杆孔径。对于具有恒定啮合率的双螺杆挤出机, Q/Ns 根据下述关系按比例增加。在螺杆构件的螺杆孔径 D 从 d_2 变为 D_1 的情况下,在小规模挤出机的排出量 q_2 与大规模挤出机的排出量 Q_1 之间,以及小规模挤出机的螺杆转速 ns_2 与大规模挤出机的螺杆转速 Ns_1 之间建立下述表达式(VIII)。

$$[0109] \quad Q_1/Ns_1 = (D_1/d_2)^\alpha \times (q_2/ns_2) \quad (\text{VIII})$$

[0110] 对于上述表达式(VIII)中的 α ,对于具有恒定啮合率的双螺杆挤出机通常采用 $\alpha=3$ 。尽管 Q/Ns 为填充率的指标,但是如果啮合率恒定,则由于有效体积与啮合螺杆之间的芯间距离的立方成比例,因而填充率也与啮合螺杆之间的芯间距离的立方成比例。这里,有效体积表示材料可填充双螺杆挤出机内部的空间的体积。

[0111] 尽管如前所述 Q/Ns 依赖于挤出机的大小,但是当通过获得啮合螺杆之间的芯间距离的立方,并将 Q/Ns 除以该所得值所获得的值定义为 Q/Ns 密度时,即使挤出机大小不同, Q/Ns 密度也是恒定值。

[0112] 例如,作为在玻璃纤维补强的热塑性树脂组合物和具有螺杆的外径与根部直径之比为 1.54 以及螺杆孔径为 $\Phi 40\text{mm}$ 和孔径为 $\Phi 70\text{mm}$ 的挤出机下实现高生产率的 Q/Ns ,认为在孔径为 $\Phi 40\text{mm}$ 时采用 $Q/Ns \geq 0.47$,孔径为 $\Phi 70\text{mm}$ 时采用 $Q/Ns \geq 2.5$,并且当将其除以芯间距离的立方时($\Phi 40\text{mm}$ 为 35.9cm^3 , $\Phi 70\text{mm}$ 为 192.4cm^3),得到共有值 $0.013(\text{kg}/\text{h}/\text{rpm}/\text{cm}^3)$ 。

[0113] 本发明为通过在 Q/Ns 密度为 $0.013(\text{kg}/\text{h}/\text{rpm}/\text{cm}^3)$ 以上的操作条件下在混炼部中使用具有外周形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺纹的构件来高生产率地有效生产无未解纤玻璃的玻璃补强树脂组合物的方法。优选的 Q/Ns 密度为 $0.015(\text{kg}/\text{h}/\text{rpm}/\text{cm}^3)$ 以上至 $0.018(\text{kg}/\text{h}/\text{rpm}/\text{cm}^3)$ 以下。

[0114] 实施例

[0115] 下文中,将示例实施例和比较例来具体描述本发明;然而,本发明不受限于这些实施例。

[0116] <评价 1>

[0117] 将下述材料用于评价 1。

[0118] 热塑性树脂:聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂(PBT)(熔融指数(MI)=70g/10min)

[0119] 碳母料

[0120] 玻璃纤维束 : 直径为 $13\ \mu\text{m}$ 的 2200 根单丝集束的长 3mm 的短切原丝

[0121] 另外, 组成如下。

[0122] 67.5 质量 %PBT、2.5 质量 % 碳母料、30 质量 % 玻璃纤维束

[0123] 挤出条件如下。

[0124] 挤出机 : 同方向完全啮合双螺杆挤出机 TEX44 α II (The Japan Steel Works, Ltd.) ; 螺杆构件的螺杆孔径 $D:0.047\text{m}$

[0125] 挤出条件 :

[0126] [表 1]

[0127]

排出量 Q [kg/hr]	100	300	650
Q/Ns [kg/hr/rpm]	0.5, 0.8, 1.0		

[0128] 料筒温度 : 220°C

[0129] 螺杆设计 :

[0130] (1) 概要

[0131] 挤出机的螺杆可如图 1 所示, 如图 3 所示的螺杆模式的概要如下。

[0132] C1 : 料斗

[0133] C2 至 C5 : 供给部

[0134] C5 至 C6 : 塑化部

[0135] C6 至 C8 : 输送部

[0136] C9 : 进料口

[0137] C10 : 混炼部 A

[0138] C11 : 混炼部 B (由混炼部 b1 和混炼部 b2 组成)

[0139] (2) 用于评价 1 的具体螺杆模式如图 4 所示。应当注意的是, 对于混炼盘, 将各盘沿供给方向具有 45° 相移的那些定义为 FK, 逆送单螺纹的螺纹中具有槽口的构件定义为 BMS。另外, 1.0D 等表示混炼部 b1 的长度。BMS 的外周上槽口的短径 /2 为 3mm, 长径 /2 (其中槽口延伸的方向) 为 4.15mm。

[0140] 图 4(a) 所示的螺杆模式定义为 FK1.0D ($L/D=1$),

[0141] 图 4(b) 所示的螺杆模式定义为 FK2.0D ($L/D=2$),

[0142] 图 4(c) 所示的螺杆模式定义为 BMS1.0D ($L/D=1$),

[0143] 图 4(d) 所示的螺杆模式定义为 BMS2.0D ($L/D=2$), 和

[0144] 图 4(e) 所示的螺杆模式定义为 BMS2.5D ($L/D=2.5$)。

[0145] L/D 为混炼部 b1 的长度 (L) 与螺杆构件的螺杆孔径 (D) 之比 (L/D)。应当注意的是, 在实施方案的说明中, 混炼部 23 的长度 L 为混炼部 b1 的长度。

[0146] (3) 螺杆形状

[0147] 图 4 所示的螺杆模式仅在 C11 的混炼部 B 中彼此不同。C11 的混炼部 B 中螺杆的形状示于图 5。图 4(a) 中模式的螺杆形状示于图 5(a), 图 4(b) 中模式的螺杆形状示于图 5(b), 图 4(c) 中模式的螺杆形状示于图 5(c), 图 4(d) 中模式的螺杆形状示于图 5(d), 和图 4(e) 中模式的螺杆形状示于图 5(e)。

[0148] 在图 5(a) 所示的螺杆中, 混炼部 b1 为长度 1.0D 的顺送混炼盘, 混炼部 b2 为长度 0.5D 的逆送螺纹。

[0149] 在图 5(b) 所示的螺杆中, 混炼部 b1 为长度 2.0D 的顺送混炼盘, 混炼部 b2 为长度 0.5D 的逆送螺纹。

[0150] 在图 5(c) 所示的螺杆中, 混炼部 b1 为长度 1.0D 的具有槽口的单螺纹逆送混炼盘, 混炼部 b2 为长度 0.5D 的逆送螺纹。

[0151] 在图 5(d) 所示的螺杆中, 混炼部 b1 为长度 2.0D 的具有槽口的单螺纹逆送混炼盘, 混炼部 b2 为长度 0.5D 的逆送螺纹。

[0152] 在图 5(e) 所示的螺杆中, 混炼部 b1 为长度 2.5D 的具有槽口的单螺纹逆送混炼盘, 混炼部 b2 为长度 0.5D 的逆送螺纹。

[0153] 在 $Q/N_s=1.0$ 条件下, 获得如图 6 所示的最小剪切应力历史值 ($\text{Pa} \cdot \text{sec}$) 与玻璃纤维束的部分或全部未解纤的颗粒数 (个/100kg 颗粒) 之间的关系。它们具体通过以下这种方法导出。

[0154] 首先, 确定上述关系的导出中所必须的 L/D 、排出量 Q 、螺杆转速 N_s 、未解纤的颗粒数 N 和最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 的多个组。任意决定 L/D 、排出量 Q 和螺杆转速 N_s 来通过下述方法导出最小剪切应力历史值 $T_{\min}$, 由实验获得未解纤的颗粒数 N 。它们具体如下获得。

[0155] 首先, 将说明通过模拟导出最小剪切应力历史值 ($\text{Pa} \cdot \text{sec}$)。

[0156] 使用双螺杆挤出机中的三维流动分析软件 (ScrewFlow-Multi, R-Flow Corp., Ltd. 制) 来分析同方向完全啮合双螺杆挤出机内部的树脂行为。

[0157] 分析时使用的控制方程为连续方程 (A)、纳维尔-斯托克斯方程 (B) 和温度平衡方程 (C)。

$$[0158] \quad \frac{\partial \rho}{\partial t} + \nabla \cdot \vec{v} = 0 \quad \dots (A)$$

$$[0159] \quad -\nabla p + \nabla \cdot \vec{\tau} = 0 \quad \dots (B)$$

$$[0160] \quad \frac{\partial T}{\partial t} + \rho C_p \vec{v} \cdot \nabla T = k \nabla^2 T + Q \quad \dots (C)$$

[0161] 分析假设是非压缩性流体的完全熔融和完全填充。另外, 粘度近似法使用阿列纽斯 (Arrhenius) 近似法和 WLF 近似法。分析技术为有限体积法、SOR 法和 SIMPLE 算法, 作为操作, 进行第一稳态分析, 然后以此作为初始值进行不稳定分析。在不稳定分析后, 排列示踪颗粒 (约 5,000), 收集根据示踪颗粒的局部信息 (粒子追踪分析 (particle tracking analysis))。剪切应力的时间积分值的最小值 $T_{\min}$ 为通过时间积分根据示踪颗粒的局部信息的剪切应力, 并取所有颗粒的最小值所获得的值。

[0162] 接下来, 将说明由实验导出未解纤的颗粒数。

[0163] 在将 PBT 供给至双螺杆挤出机后, 在上述挤出条件下供给玻璃的短切原丝来混炼混合, 然后将树脂组合物从模具挤出, 并将熔融的树脂组合物从模具中取出制成线料

(strand),在水槽中冷却固化线料,然后用切割器将线料切断成 3mm 长度,从而产生颗粒。收集 10 千克颗粒,目视搜寻黑色颗粒中的未解纤的玻璃(银聚集体),并计数包含未解纤的玻璃的颗粒数。

[0164] 通过最小二乘法获得表示未解纤的颗粒数与最小剪切应力历史值之间的关系近似曲线(相关线)。在 $Q/N_s=1.0$ 下,将如上所述图 4(a) 至 (e) 的不同构件插入混炼部 B,并在不同 Q 下进行实验模拟,结果获得以下这样一个近似曲线。近似曲线示于图 6。

$$[0165] \quad N = 10^{11.5042 T_{\min}^{-2.200}} \cdots (IX)$$

[0166] 换言之,在上述表达式 (IV) 中, α 为 11.5042, β 为 -2.200。

[0167] 如上述类似的,如图 7 所示,在 $Q/N_s=0.8$ 和 $Q/N_s=0.5$ 的条件下也获得最小剪切应力历史值 ($\text{Pa} \cdot \text{sec}$) 与玻璃纤维束的部分或全部未解纤的颗粒数之间的关系(相关线)。应当注意的是, $Q/N_s=1.0$ 情况下的相关线也示于图 7。

[0168] 如图 7 所示,对于每个 Q/N_s 相关线都各异。因此,在上述表达式 (IV) 的形式的函数中,通过最小二乘法将它们近似。近似曲线示于图 8。如图 8 所示,可通过不依赖于 Q/N_s 的一个相关线近似。应当注意的是, γ 为 3.0。

[0169] 如图 8 所示,已证实每单位量的未解纤的颗粒数将小于预设值,只要为预设的最小剪切应力历史值以上即可。

[0170] 如上所述,已证实即使 Q/N_s 的条件改变,表达式 (IV) 能够用一个式子考量包含在颗粒中的未解纤的玻璃纤维束的量,并且已证实即使挤出机所具有的螺杆构件的种类改变,也可用一个表达式 (IV) 考量包含在颗粒中未解纤的玻璃纤维束的量。

[0171] <评价 2>

[0172] 在 70 质量 %PBT 树脂和 30 质量 % 玻璃纤维(玻璃单丝直径: $13 \mu\text{m}$) 的组成下,通过与评价 1 所述方法相同的方法,对在双螺杆挤出机(螺杆孔径: 47mm) 的混炼部中使用常用的混炼盘(图 5(a) 和 (b) 中的参考符号为 FK)、或具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件(图 5(c)、(d) 和 (e) 中的参考符号为 BMS) 的各情况进行模拟,和通过对作用于示踪颗粒的局部信息的剪切应力进行时间积分而获得的剪切应力历史值的分布示于图 9。在槽口中心位于外周部的情况下,将逆送螺纹(图中的参考符号为 BMS) 的导程长度 L_e 设为 $L/D=0.25$,并将形成槽口弧形的圆的半径设为 $r=3\text{mm}$ 。

[0173] 在混炼盘(FK) 的情况下,该分布在宽范围内扩展,由此剪切应力历史值小。具有小的剪切应力历史值表示未解纤的玻璃残留的高可能性。另一方面,利用具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件,由于剪切应力历史值的分布窄,因此剪切应力历史值的最小值大。为此,如果使用上述具有槽口的螺杆构件,未解纤的玻璃纤维束趋于不残留于颗粒中。

[0174] <评价 3>

[0175] 接下来,以该最小剪切应力历史值为指标,通过流动分析说明具槽口的构件(notched element) 所期望的形状。对于示于图 1 的双螺杆挤出机(螺杆孔径: 47mm),对在 70 质量 %PBT 树脂和 30 质量 % 玻璃纤维的组成下,在混炼部 23 中使用具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件的情况进行模拟。更具体地,获得通过与评价 1 相同的方法获得的最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 与槽口数(沟数) n 之间的关系。在弧形槽口中心位于

外周部的情况下,在导程长度 L_e 为 $L/D=0.2$ 、 0.25 和 0.3 三种条件下对具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件 (BMS) 进行评价。另外,由椭圆形成弧形,将该椭圆的短径 $/2$ 设为 3mm ,长径 $/2$ (其中槽口延伸的方向) 设为 4.1mm 。评价 3 的结果示于表 2。

[0176] [表 2]

[0177]

n	最小剪切应力历史值 (kPas)		
	导程长度=0.2	导程长度=0.25	导程长度=0.3
15	33.2	33.7	39.6
13	28.6	31.0	40.4
11	28.1	24.8	31.9
7	25.1	22.9	28.3
5	18.8	-	-
3	-	15.2	20.1

[0178] 根据表 2,在每 1 个导程长度 L_e 的槽口数 n 在 13-15 下最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 示出大的值。最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 随着槽口数 n 的变大而增加。然而,当槽口数 n 增加时,螺杆构件的机械强度降低;因此,认为 13-15 是优选的。

[0179] <评价 4>

[0180] 对于示于图 1 的双螺杆挤出机 (孔径: 47mm),对在 70 质量 %PBT 树脂和 30 质量 % 玻璃纤维的组成下,在混炼部 23 中使用具有形成有弧形槽口的螺纹部的单螺纹螺杆构件的情况进行模拟。更具体地,示出通过与评价 1 相同的方式获得的最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 与槽口深度方向的长径之间的关系。在槽口中心在螺纹部的外周上,且槽口形状为椭圆,外周上槽口的短径 $/2$ 为 3mm ,长径 $/2$ (其中槽口延伸的方向) 为 3mm 、 4mm 、 4.125mm 、 4.5mm 和 5mm 的情况下进行模拟。另外,将槽口数 n 设为 11,上述具有槽口的螺杆构件的导程长度 L_e 设为 $L/D=0.25$ 。评价 4 的结果示于表 3。

[0181] [表 3]

长径 $/2$ (mm)	短径 $/2$ (mm) 外周上	最小剪切应力历史值 (kPas)
3	3	25.8
4	3	30.0
5	3	30.2

[0183] 根据表 3,在槽口沟深的长径 $/2$ 在 $4\sim 5\text{mm}$ 下,最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 具有最大值。相对于孔径 D ,上述外周上槽口短径 $/2$ 的范围为 $0.064D$,沟深方向的长径 $/2$ 的范围为 $0.085D$ 至 $0.11D$ 。

[0184] <评价 5>

[0185] 除了改变短径 $/2$ 大小为表 3 所示以外,通过与评价 4 相同的方法,获得最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 与沿与形成有槽口的方向垂直的方向延伸的长径之间的关系。评价 5 的结果示于表 4。

[0186] [表 4]

[0187]

短径 $\div 2$ (mm)	长径 $\div 2$ (mm) 外周上	最小剪切应力历史值 (kPas)
3	3.0	25.8
3	3.5	26.1
3	4.0	26.2
3	4.5	27.0
3	5.0	29.3

[0188] 根据评价 5, 已证实, 即使当形成弧形的椭圆的长径沿垂直于槽口延伸的方向延伸时, 最小剪切应力历史值的值随长径增加而增加。另外, 从评价 4 和评价 5 之间的比较中, 上述椭圆形的长径沿槽口延伸方向延伸具有较高效果。

[0189] < 评价 6 >

[0190] 除了形成弧形的形状为圆以外, 最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 与圆的半径之间的关系通过与评价 4 相同的方法获得。评价 6 的结果示于表 5。

[0191] [表 5]

[0192]

半径 (mm)	最小剪切应力历史值 (kPas)
3.0	25.8
3.5	28.6
4.0	32.5
4.5	36.9
5.0	39.9

[0193] 还在由圆形成圆弧的情况中证实最小剪切应力历史值随半径增加而增加。另外, 从评价 4 至 6 的比较中, 证实通过由圆形成弧形比由椭圆形成弧形最小剪切应力历史值增加更多。

[0194] < 实施例 1 >

[0195] 将以下材料用于实施例。

[0196] 热塑性树脂: 聚对苯二甲酸丁二醇酯树脂 (PBT) (熔融指数 (MI)=70g/10min)

[0197] 碳母料

[0198] 玻璃纤维束: 直径为 $13\ \mu\text{m}$ 的 2, 200 根单丝集束的长 3mm 的短切原丝

[0199] 另外, 组成如下。

[0200] 67.5 质量 %PBT、2.5 质量 % 碳母料、30 质量 % 玻璃纤维束

[0201] 挤出机: 同方向完全啮合双螺杆挤出机 TEX44 α II (The Japan Steel Works, Ltd.); 螺杆构件的螺杆孔径 D : 0.047m

[0202] 缸体温度 ($^{\circ}\text{C}$) 设为 220°C , 并将挤出条件记于下表 6。

[0203] [表 6]

[0204]

	①	②	③	④	⑤	⑥	⑦	⑧
--	---	---	---	---	---	---	---	---

Q	100	100	100	300	300	300	650	650
Ns	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/N	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8

[0205] 用于实施例的具体螺杆模式示于图 5。应当注意的是,在混炼盘中,其中各盘沿供给方向具有 45° 相移的混炼盘定义为 FK,并将在螺纹中含槽口的逆送单螺纹螺杆构件定义为 BMS。

[0206] 此处使用的单螺纹逆送体积中槽口的半径 r 为 $0.064D$,每 1 个圆周的槽口数 n 为 $n=11$ 。槽口中心在螺纹外周上。

[0207] 接下来,将说明通过实验导出未解纤的颗粒数。

[0208] 在将 PBT 供给至双螺杆挤出机后,供给玻璃的短切原丝,然后在上述表 6 所示的挤出条件下混炼混合,并将树脂组合物从模具挤出。将挤出的树脂组合物从模具中取出以制成线料,在水槽中冷却线料以固化,并用切割器将线料切断成 3mm 长度,从而产生颗粒。收集 10 千克颗粒,目视搜寻黑色颗粒中的未解纤的玻璃(银聚集体),并计数包含未解纤的玻璃的颗粒数。表 7 为使用图 5(a) 的挤出机的结果,表 8 为使用图 5(b) 的挤出机的结果,表 9 为使用图 5(c) 的挤出机的结果,表 10 为使用图 5(d) 的挤出机的结果,表 11 为使用图 5(e) 的挤出机的结果。

[0209] [表 7]

[0210]

轴向 L/D	1	1	1	1	1	1	1	1
盘厚度(L/D)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
盘数	10	10	10	10	10	10	10	10
排出量 Q(kg/hr)	100	100	100	300	300	300	650	650
螺杆转速 Ns(rpm)	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/Ns	1	0.8	0.5	1	0.8	0.5	1	0.8
排出树脂温度[°C]	251	257	266	260	268	286	283	290
包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数 [个/10kg]	105	45	0	390	90	1	520	285

[0211] [表 8]

[0212]

轴向 L/D	2	2	2	2	2	2	2	2
盘厚度 (L/D)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
盘数	20	20	20	20	20	20	20	20
排出量 Q(kg/hr)	100	100	100	300	300	300	650	650
螺杆转速 Ns(rpm)	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/Ns	1	0.8	0.5	1	0.8	0.5	1	0.8
排出树脂温度 [°C]	252	257	268	265	270	289	284	294
包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数 [个/10kg]	18	12	0	150	40	0	180	95

[0213] [表 9]

[0214]

轴向 L/D	1	1	1	1	1	1	1	1
单螺纹逆送螺纹导程长度 (L/D)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
排出量 Q(kg/hr)	100	100	100	300	300	300	650	650
螺杆转速 Ns(rpm)	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/Ns	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8
排出树脂温度 [°C]	254	260	271	267	274	282	289	302
包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数 [个/10kg]	0	0	0	20	6	0	75	5

[0215] [表 10]

[0216]

轴向 L/D	2	2	2	2	2	2	2	2
单螺纹逆送螺纹导程长度 (L/D)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
排出量 Q(kg/hr)	100	100	100	300	300	300	650	650
螺杆转速 Ns(rpm)	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/Ns	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8	0.5	1.0	0.8
排出树脂温度 [°C]	258	260	270	270	278	291	290	304
包含未解纤的玻璃纤维束的颗粒数 [个/10kg]	0	0	0	7	0	0	24	0

[0217] [表 11]

[0218]

混炼部轴向L/D	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5	2.5
单螺纹逆送螺纹导程长度 (L/D)	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25	0.25
排出量Q(kg/hr)	100	100	100	300	300	300	650	650
螺杆转速Ns(rpm)	100	125	200	300	375	600	650	807
Q/Ns	1	0.8	0.5	1	0.8	0.5	1	0.8
排出树脂温度[℃]	255	263	271	269	281	294	292	306
包含未解纤的玻璃纤维束 的颗粒数 [个/10kg]	0	0	0	0	0	0	0	0

[0219] 图 10 提供示出排出量与包含未解纤的玻璃纤维的颗粒数之间的关系的图。图 10(a) 总结了 $Q/Ns=0.8$ 的实例,图 10(b) 总结为 $Q/Ns=1.0$ 。从图 10(a) 和 (b) 中,可证实,在混炼部使用 FK 的情况下,当 Q/Ns 设为 0.8 以上时未解纤的玻璃束大量残留于颗粒中。相反,当使用设置有 BMS 的螺杆时,证实在 $Q/Ns=0.8$ 以上和排出量为 600kg/hr 以上的区域内,即使利用孔径为 $\Phi=47\text{mm}$ 的双螺杆挤出机,也抑制了包含未解纤的玻璃纤维的颗粒(未解纤颗粒)的产生。

[0220] 另外,排出量与排出树脂温度(树脂组合物从模具中排出的温度)之间的关系概括于图 11。图 11(a) 为示出 Q/Ns 为 0.5 和 1.0 的情况的图,图 11(b) 为示出 Q/Ns 为 0.8 的情况的图。不认为用于本实施例的 PBT 树脂会在 300-310℃ 下劣化;然而,由于图 11(a) 中在 $Q/Ns=0.5$,排出量为 300kg/h 时排出树脂温度超过 310℃,因此排出量的阈值为 300kg/h。然而,排出树脂温度在 $Q/Ns=1.0$ 、多达 700kg/h 时低于 310℃,如果 Q/Ns 增加,则高品质颗粒的生产率迅速提高。

[0221] 如上述图 10 和 11 所证实,当使用设置有具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件的螺杆时,证实,在大的 Q 和 Q/Ns 的条件下,未解纤颗粒的产生受到抑制,并在树脂不劣化的温度以下挤出。相反,在常规使用的混炼盘(FK)下,当非小的 Q 和 Q/Ns 的条件时,未解纤颗粒的产生也不受到抑制。小的 Q/Ns 的条件表明排出量降低。

[0222] 此外,在上述实施例和比较例的各种条件下通过前述颗粒生产方法获得最小剪切应力历史值 $T_{\min}$ 。在常规使用的混炼盘(FK)和具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件(BMS)的各种情况中,其中未解纤的玻璃纤维束不在所产生的颗粒中残留的操作区域(最大排出量)示于图 12。图 12 为使用螺杆孔径为 $D=\Phi 47\text{mm}$ 的双螺杆挤出机的情况的数据,图 12(a) 为 $Q/Ns=1.0$ 的情况的结果,图 12(b) 为 $Q/Ns=0.8$ 的情况的结果,和图 12(c) 示出 $Q/Ns=0.5$ 的情况的结果。

[0223] 其中未解纤的玻璃纤维束不在颗粒中残留的排出量依赖于在混炼部中使用的混炼盘(FK)的长度(L/D),以及具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件(BMS)的长度(L/D);因此,该关系由直线示出。另一方面,当升温时树脂中的热解变得显著,因而存在处理达到阈值的固有临界温度。当颗粒生产期间的树脂温度达到该温度时,排出达到阈值。当用于双螺杆挤出机的长度(L/D)增加时,混炼盘(FK)和具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件(BMS)的树脂温度均增加。在图 12(a) 至 2(c) 中,示出该树脂温度的阈值,树脂温度的阈值与未解纤的玻璃纤维束未在颗粒中残留的阈值之间的交点为生产率的

阈值。

[0224] 图 12(a) 和 12(b) 示出使用具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件 (BMS) 的情况的生产率为使用混炼盘 (FK) 的情况的 2-4 倍。另一方面,图 12(c) 示出相同材料和相同挤出机下 Q/Ns 小的为 0.5 的情况的结果。图 12(c) 的条件示出,当使用具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件 (BMS) 时,树脂温度的升高大,生产率受到温度阈值的限制,与混炼盘 (FK) 相比,生产率没有显著差异。该事实显示出,为了通过增加 Q/Ns 来提高生产率,具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件是有效的,同时显示出,当 Q/Ns 小时,具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件也是有效的。

[0225] 图 12(a) 和 (b) 中的 Q/Ns 为 1.0 和 0.8。前述 Q/Ns 密度分别为 $0.014(\text{kg/h/rpm/cm}^3)$ 和 $0.018(\text{kg/h/rpm/cm}^3)$ 。在图 12(c) 中 Q/Ns 为 0.5 下,在该情况下的 Q/Ns 密度为 $0.009(\text{kg/h/rpm/cm}^3)$ 。当整理上述结果时,由于在 Q/Ns 密度为 $0.013(\text{kg/h/rpm/cm}^3)$ 以上的操作区域中几乎不使未解纤的玻璃纤维束残留在颗粒中,因此具有形成有槽口的螺纹部的单螺纹逆送螺杆构件可实现高生产率。

[0226] 附图标记说明

- [0227] 1 缸体
- [0228] 10 料斗
- [0229] 11 进料口
- [0230] 12 真空排气口
- [0231] 2 螺杆
- [0232] 20 供给部
- [0233] 21 塑化部
- [0234] 22 输送部
- [0235] 23 混炼部
- [0236] 3 模具
- [0237] 4 单螺纹逆送螺杆构件
- [0238] 40 螺纹部
- [0239] 41 槽口

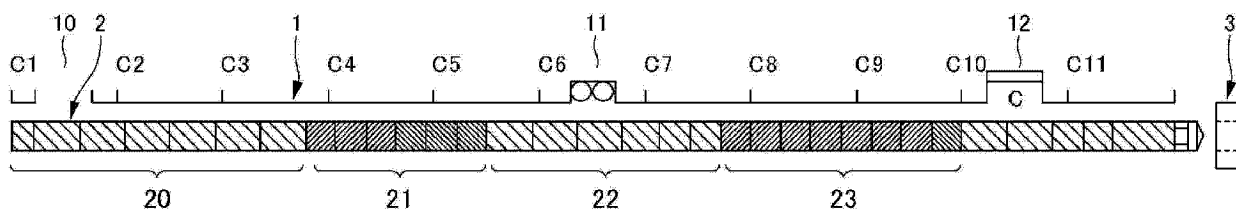


图 1

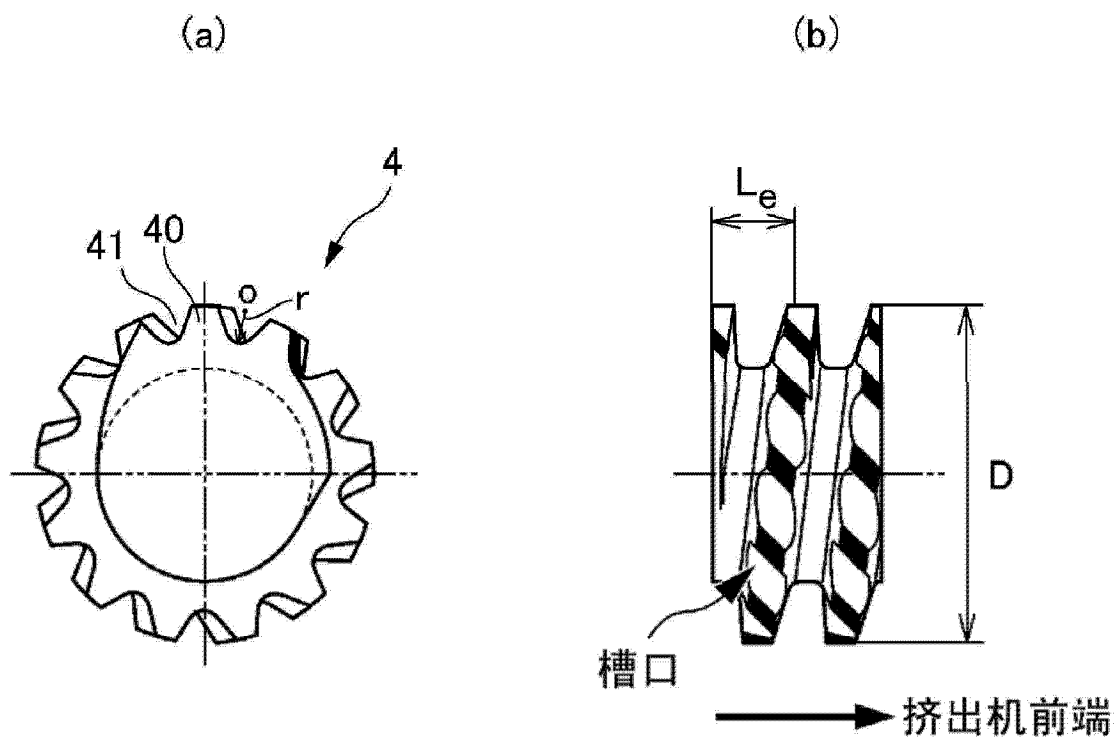


图 2

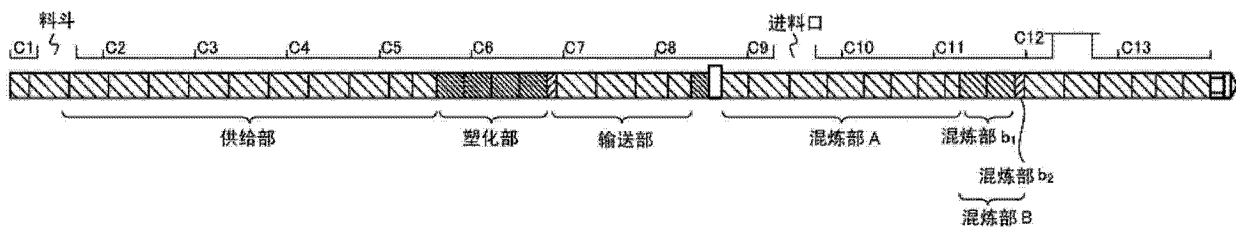


图 3

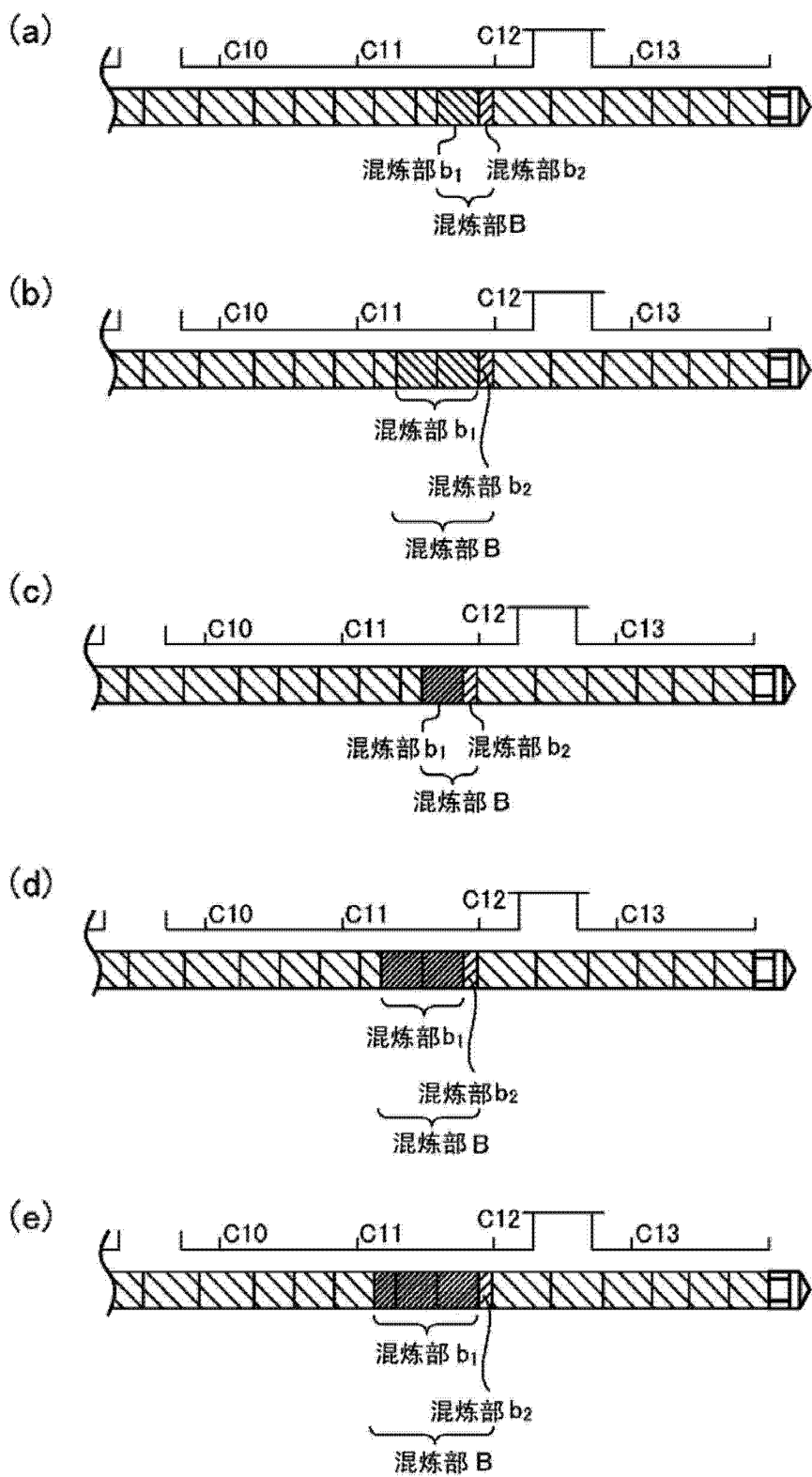


图 4

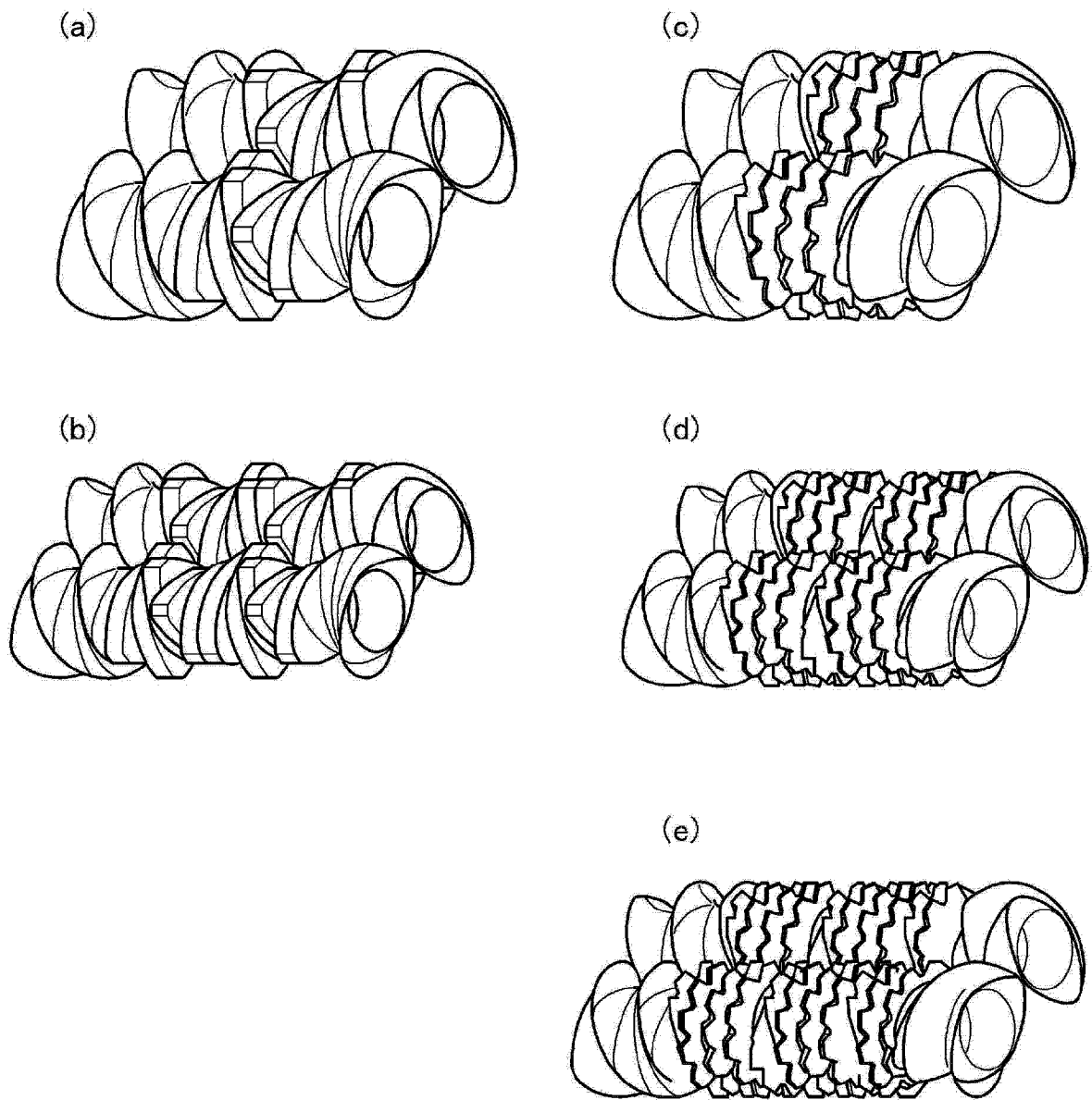


图 5

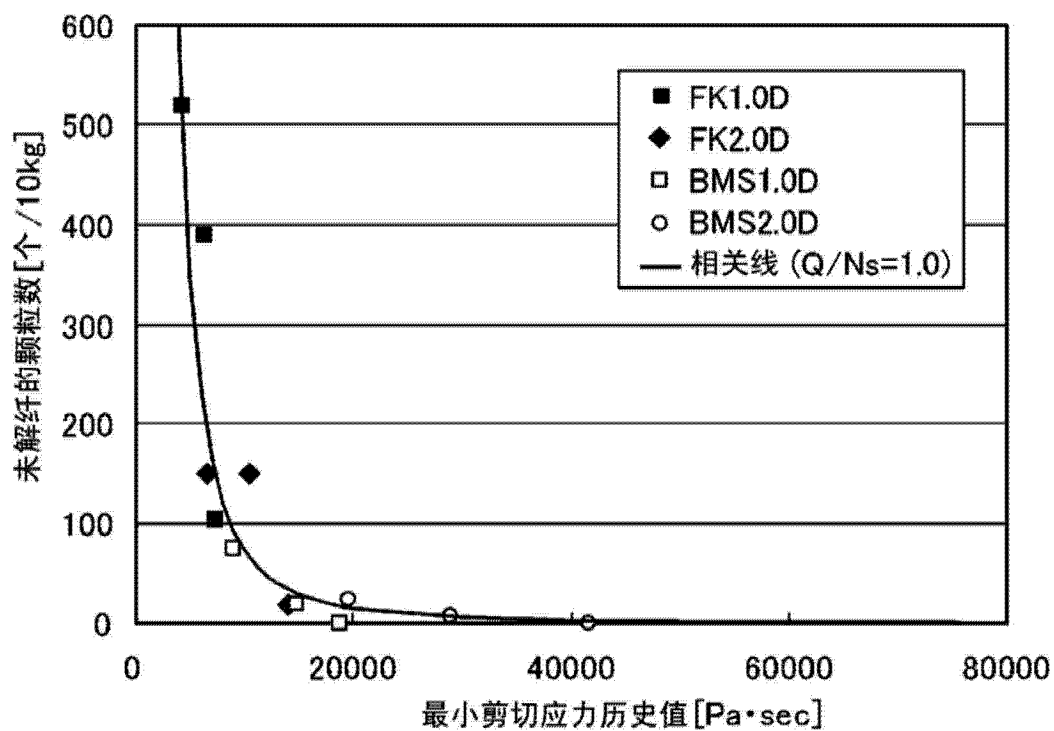


图 6

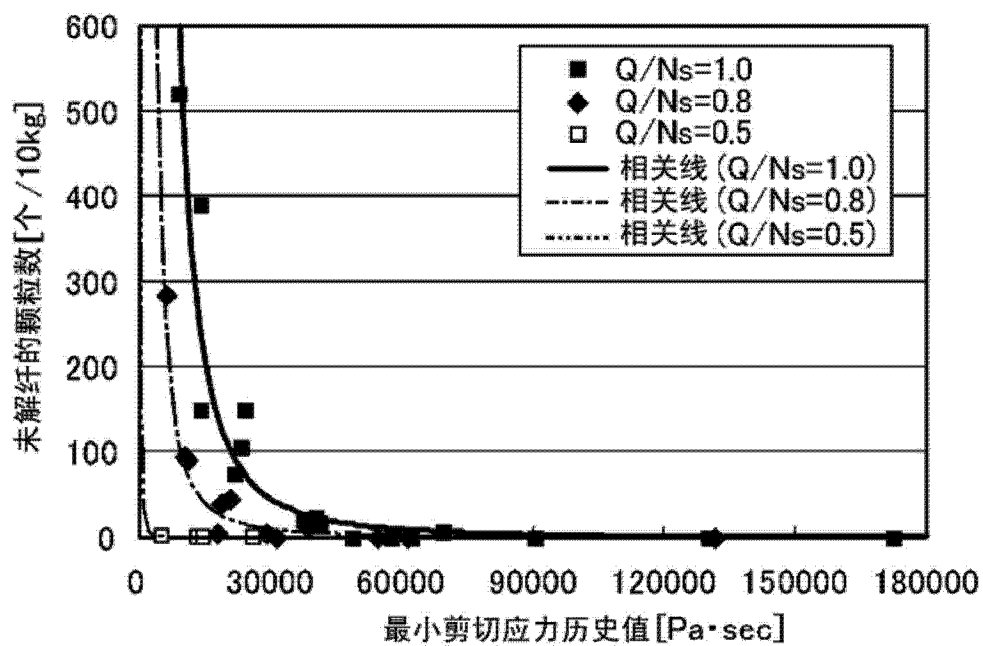


图 7

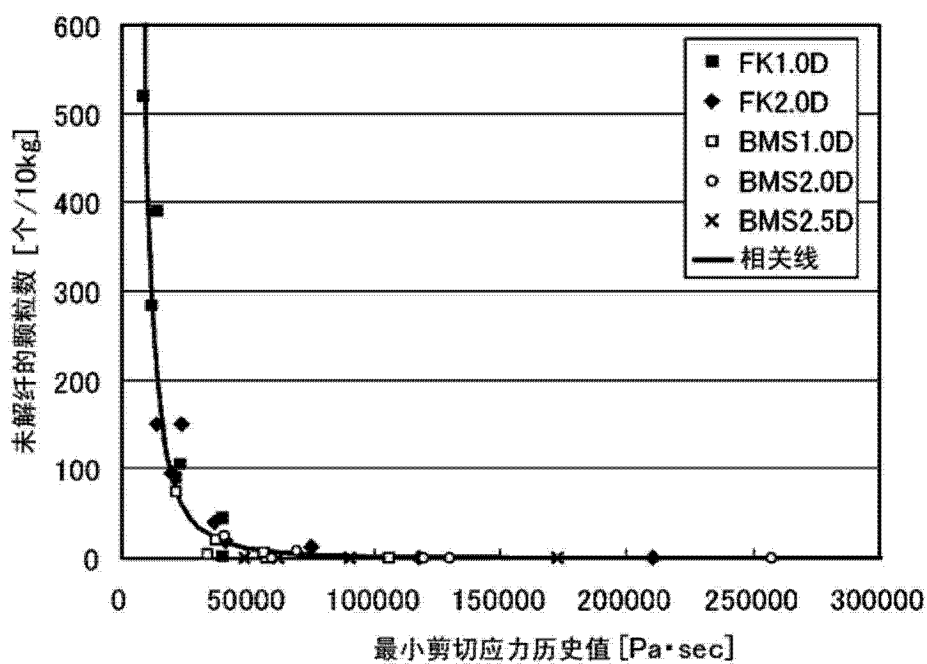


图 8

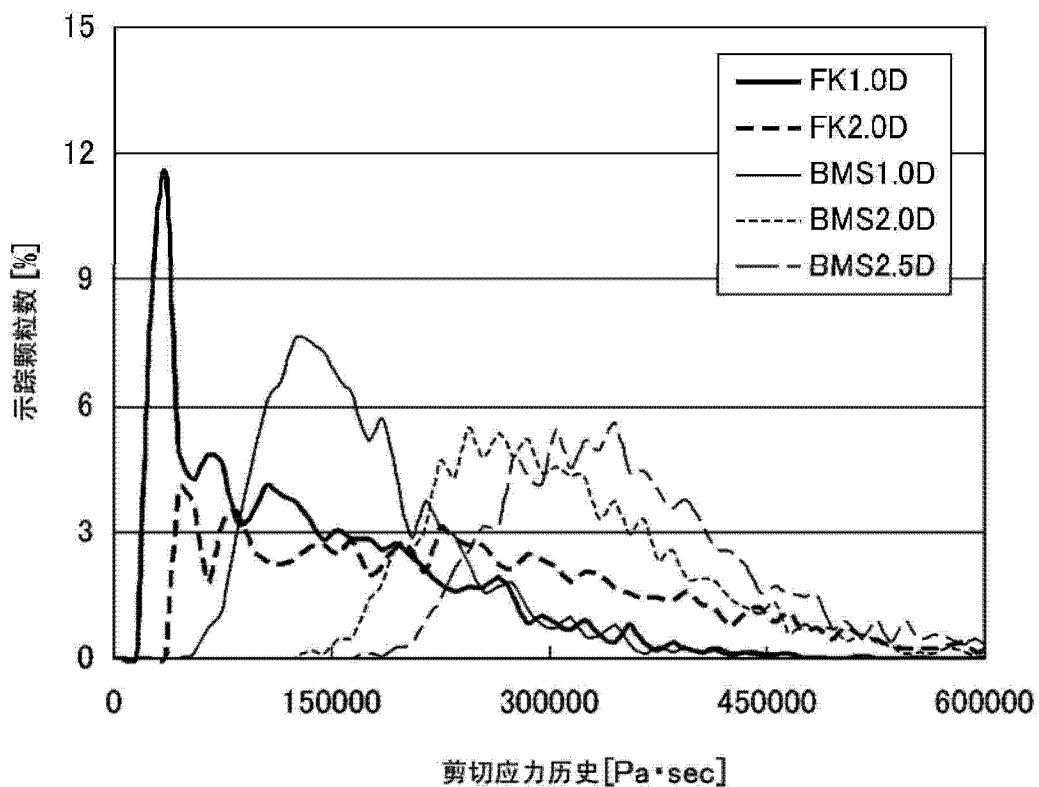
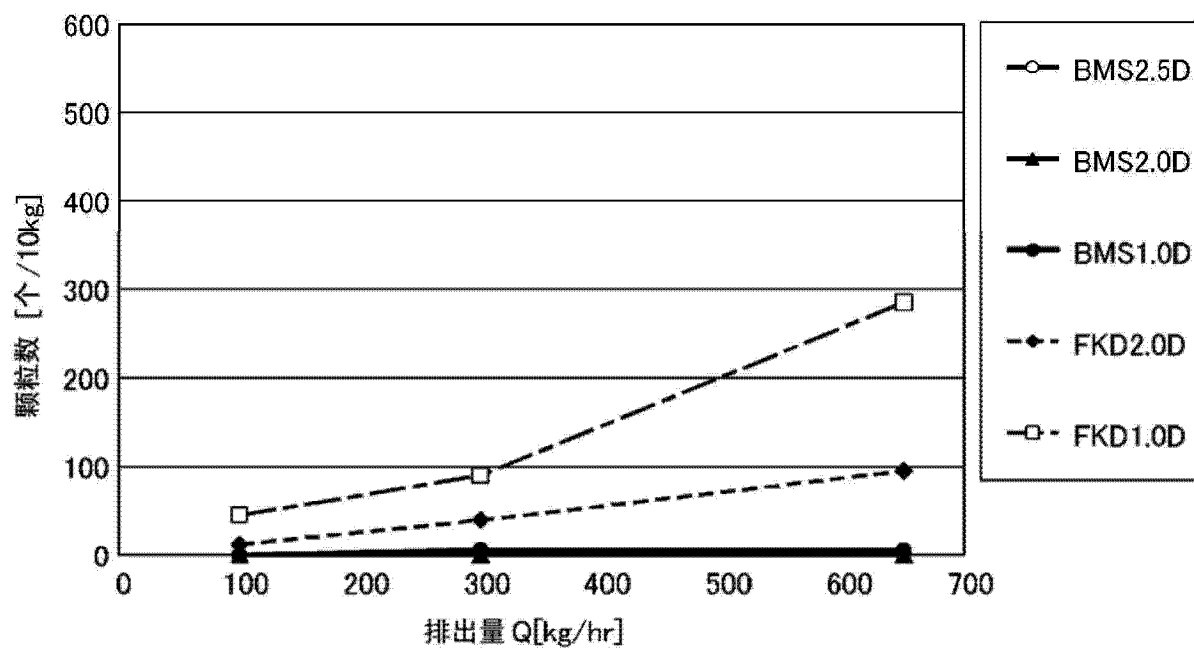


图 9

(a)



(b)

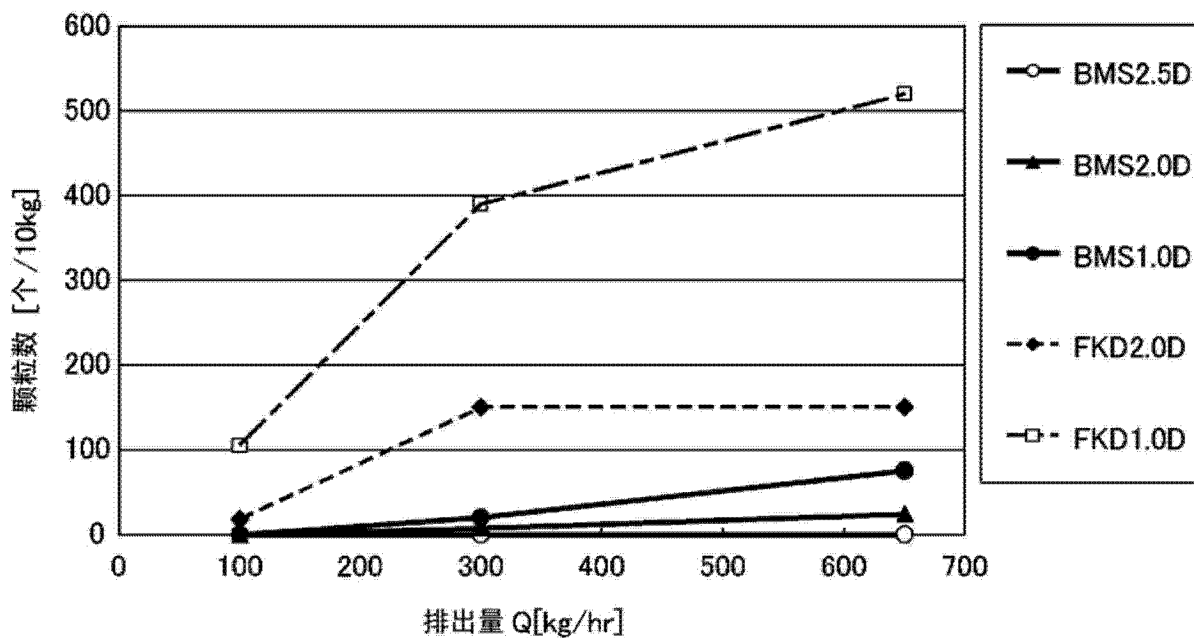
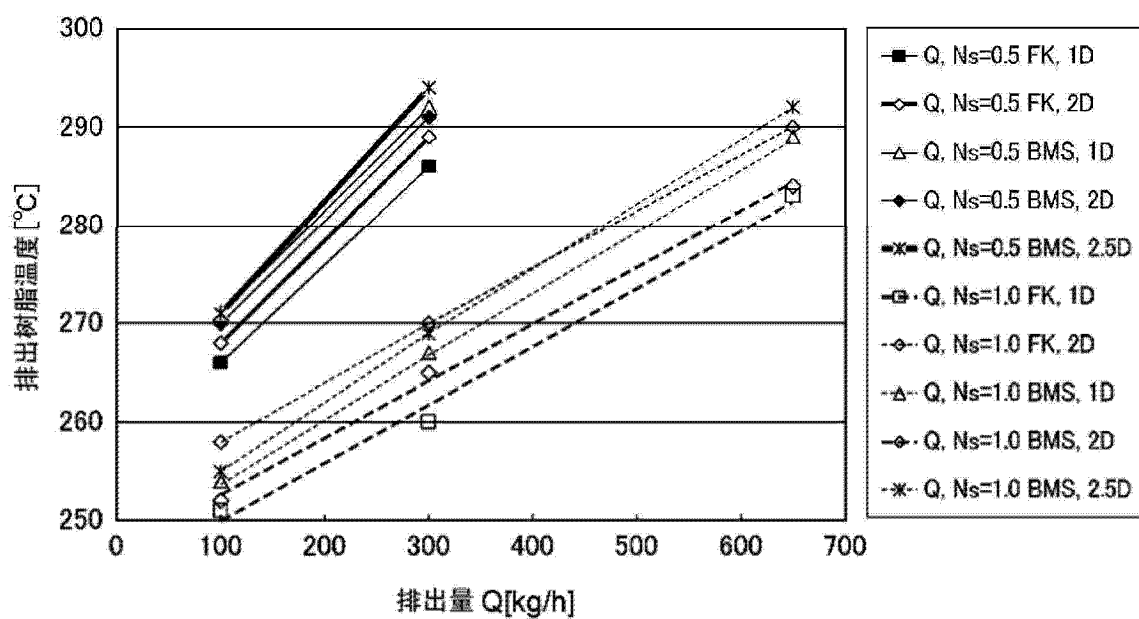


图 10

(a)



(b)

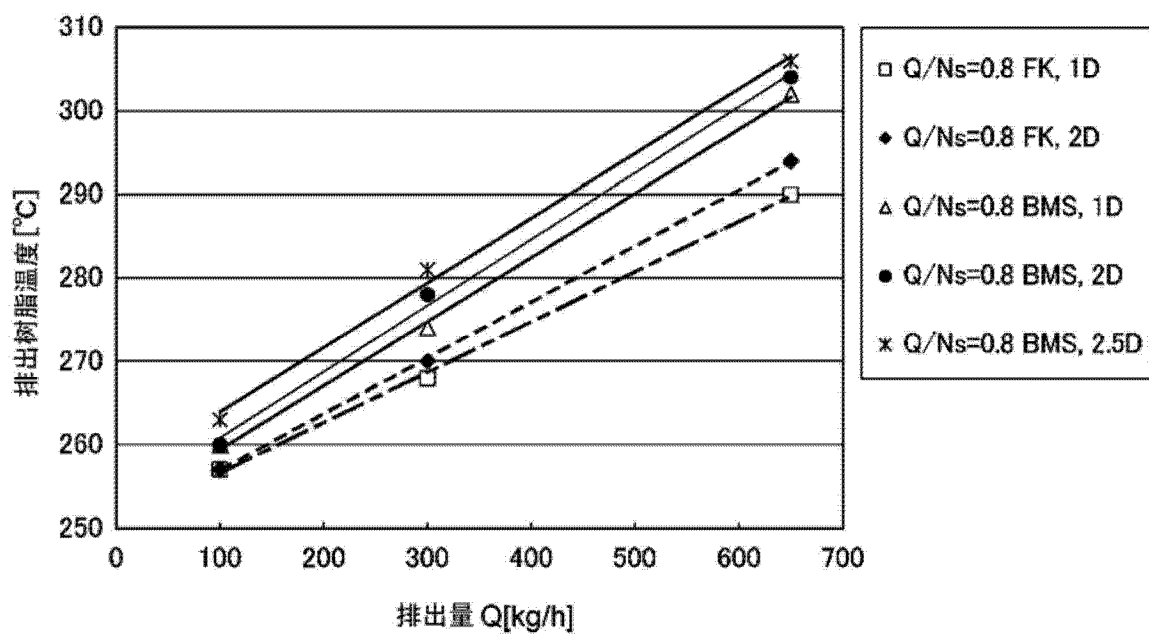


图 11

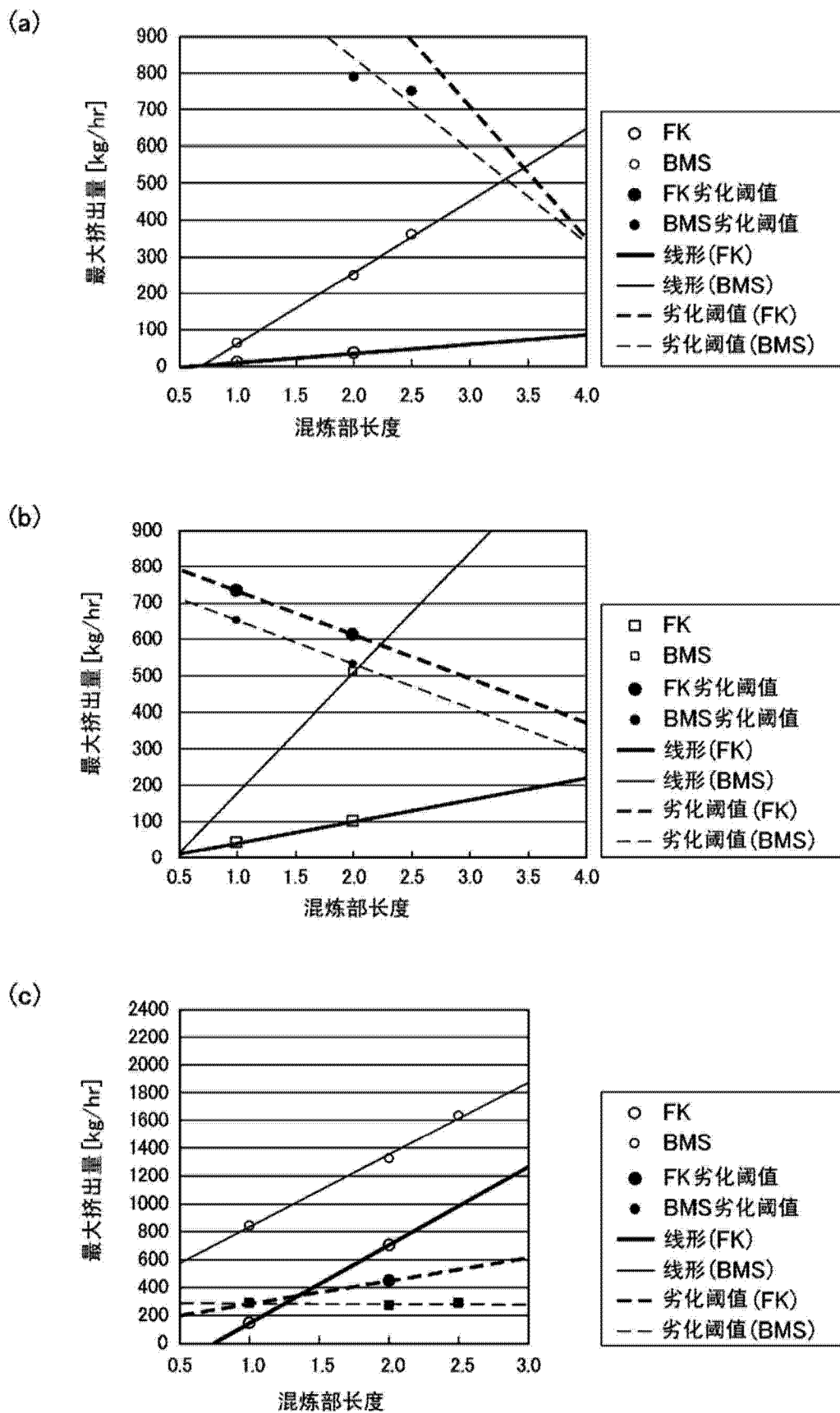


图 12