

## PVCミキサーテスト 試験条件の再現性と影響

### 著者

Matthias Jährling

Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Germany

### PVC産業におけるミキサー試験

ラボミキサーは、PVC配合物の融着挙動、化合物の安定性、およびプロセス挙動をテストするための理想的な測定ツールです。ラボミキサーは、コンパウンドの配合によって引き起こされる変化や、樹脂、使用する添加剤、追加の充填剤などのドライブレンド成分の変化を非常に敏感に検知します。ラボミキサーは、誤った取り扱いによって引き起こされる変化にも敏感です。信頼性の高い試験結果を得るためには、ミキサーを再現性のある方法で取り扱うことが不可欠です。

このアプリケーションノートでは、再現性のあるミキサーテストの例を示し、テスト条件の変更が測定結果にどのように影響するかを例を示します。

この試験では、以下の機器構成を使用しました:

- Thermo Scientific™ HAAKE™ PolyLab™ OS RheoDrive™ 7 OS
- HAAKE PolyLab OS, 400 Nm用トルクセンサー
- PolySoft OS ミキサーテストおよびデータ評価ソフトウェア
- Thermo Scientific™ HAAKE™ Rheomix 600 OSミキサー
- ローラーローター
- 空圧式ラム
- サンプル材料—ドライブレンド硬質PVC (通常ウィンドウ プロファイルの製造に使用されるもの)

### 試験手順と測定結果

通常、PVCドライブレンドは、塩基性PVC樹脂、フィラー、加工助剤 (柔軟剤、安定剤、内側および外側の潤滑剤など)、およびその他の添加剤の混合物です。各成分は、化合物の処理挙動に影響を与えます。重要な要素の1つは溶融挙動です。溶融挙動の変化は、最終生成物のゲル化の程度に直接影響します。PVCウィンドウプロファイルの場合、これにより機械的特性が悪化したり、溶接挙動に問題が発生したりします。通常の熱可塑性ポリマーとは異なり、PVCは高温にさらされただけでは溶けません。PVCは、PVC粒子を凝集させ、均質な溶融物を形成するために、せん断力と圧縮力を必要とします。



図1. HAAKE PolyLab OSシステム  
RheoDrive 7 OSとRheomix 600 OSラボミキサー

ラボミキサーは、駆動トルクを測定し、このトルクを混合時間にわたって記録することで、この熔融挙動を調べられます。PolySoft OS ミキサーテストおよびデータ評価ソフトウェア(図2)は、このテストをガイドし、測定データを記録、事前に設定された専用の評価ルーチンを使用して、結果として得られる測定曲線の全てのポイント进行评估します。さらにこのソフトウェアは測定データベースとしても機能し、さらなる統計的研究を行います。

図3は、トルク曲線の評価を示しています。試験の開始時に、PVC粉末をミキサーに投入すると、トルクが瞬間的に増加します(L-ローディングピーク)。その後、粉末はミキサーチャンバー内に分散し、ミキサーの温度により、コンパウンドの一部(ワックスなど)が溶けます。どちらの効果もトルクの低下につながり、最初の最小値(V-バレー)につながります。温度の上昇とせん断エネルギーの導入により、PVCはより大きな凝集体に結合し始めます。これにより粘度が上昇し、トルクが増加します。このプロセスにより、2番目の最大トルク(F-Fusion Maximum)が得られます。PVCドライブレンドは均質な熔融を形成します。摩擦加

熱によるサンプルのさらなる温度上昇により、トルクは再び低下し、一定のトルクに達します。放散によって引き起こされる温度上昇と、チャンバーを通る熱伝導によって引き起こされる温度低下のバランスがとれます。ここで調整されているトルクは、サンプルの熔融粘度の相対値です。

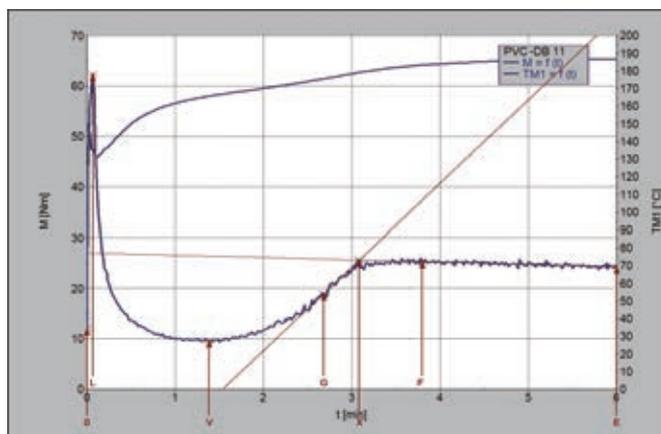


図3. ミキサー曲線の評価

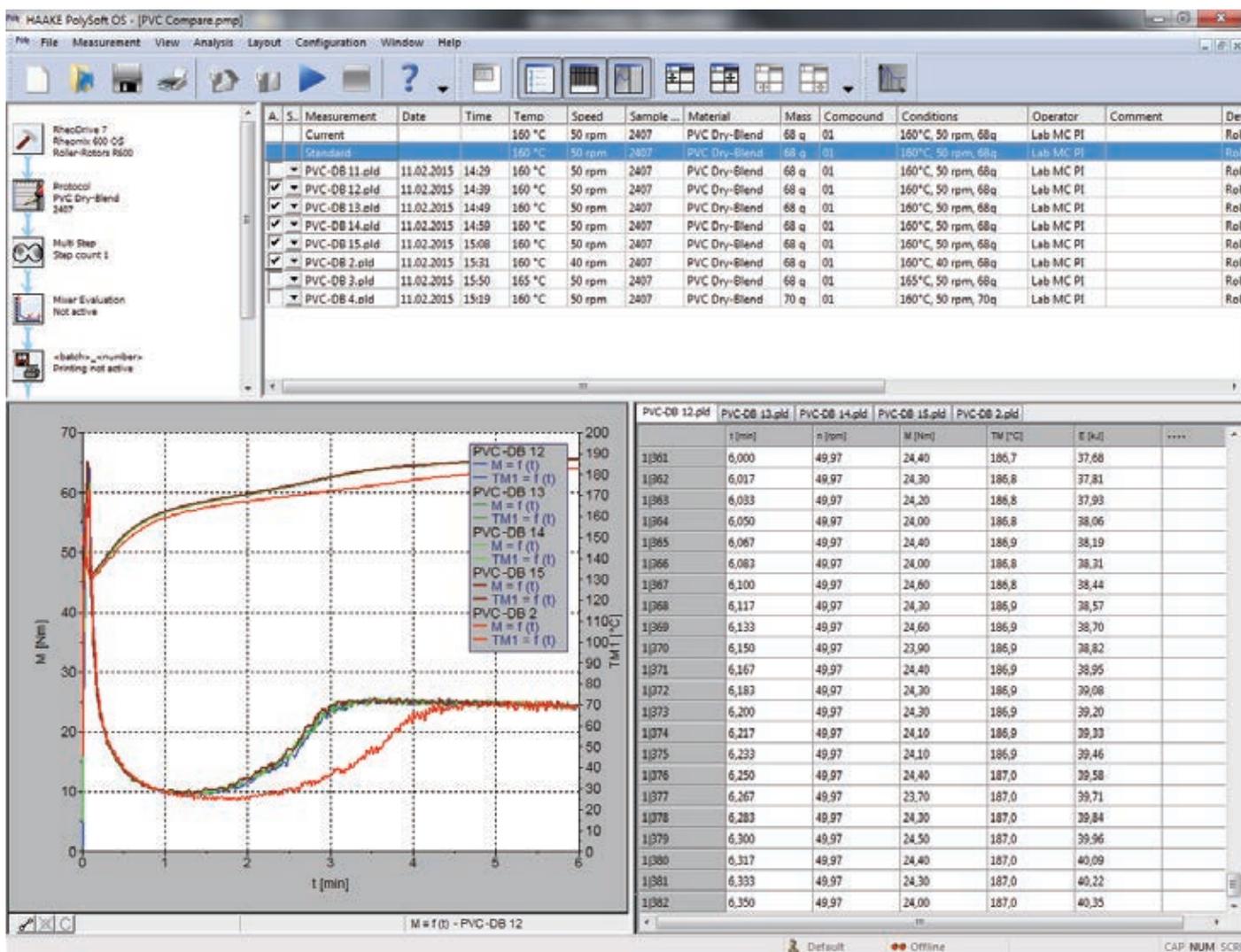


図2. 画面キャプチャー  
PolySoft OS ミキサーテストおよびデータ評価ソフトウェア

さらに、図3は、変曲点 (G) の勾配と溶融点 (F) の周りの勾配によって生成される直線の交点 (X) を示しています。Xは融融最大値 (F) よりも再現しやすいため、Xはサンプルの異なる融融挙動を比較するためによく使用されます。ソフトウェアは、全ての結果を文書化した測定レポートを自動生成します (図4)。

### ミキサーテストの再現性

ミキサー試験の再現性を確認するために、同じPVCドライブレンドを使用して、同じ条件下で5つの試験を行いました。

試験条件	
ミキサー温度	160 °C
ローター速度	50 rpm
サンプル重量	68 g
試験時間	6 分間

図5は、これら5つのミキサーテストの融合曲線を1つのグラフにまとめたものです。明らかに、これら5つの試験のトルク曲線はほぼ同じであり、試験方法の再現性が良好であることがわかります。

良好な再現性を実現するには、ユーザーが常に同じ方法でミキサーを使用することが重要です。取り扱い条件や混合条件の変更は、試験結果に直ちに影響します。ミキサーの設定や試験条件のわずかな変化が測定結果にどのように影響するかを示すために、以下の試験は、同じPVCドライブレンドで、混合条件を変更した状態で行われました。

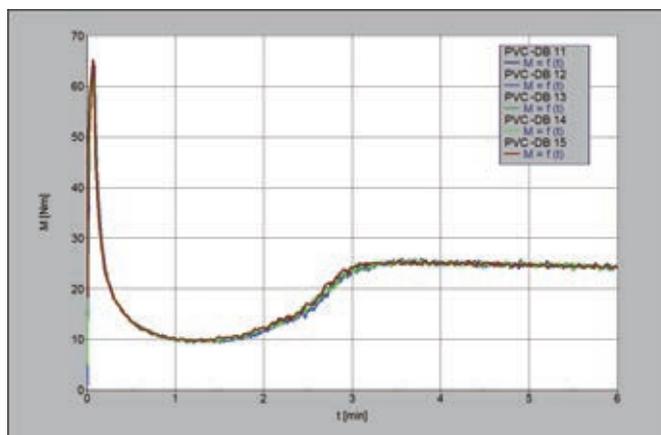


図5. 5回のミキサーテストの再現性

### ミキシング速度の影響

試験条件	
ミキサー温度	160 °C
ローター速度	40 rpm, 50 rpm
サンプル重量	68 g
試験時間	6分間

図6は、測定結果に対するミキサー速度の影響を示しています。ローター速度を下げると、溶融時間ははるかに長くなります。これは、ローター速度の低下により、サンプルに導入されるせん断エネルギーが少なくなったためです。

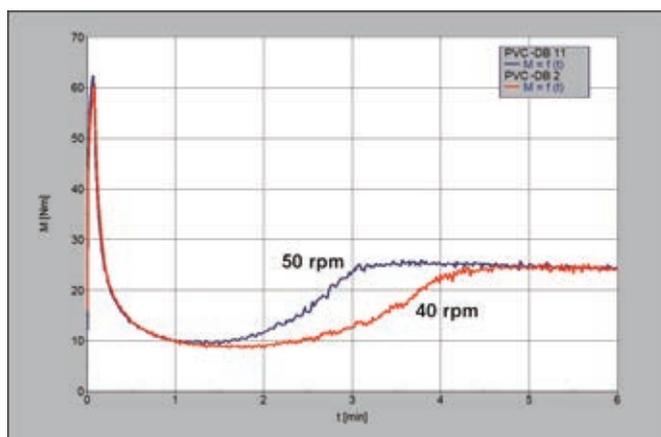


図6. 異なるローター速度の比較

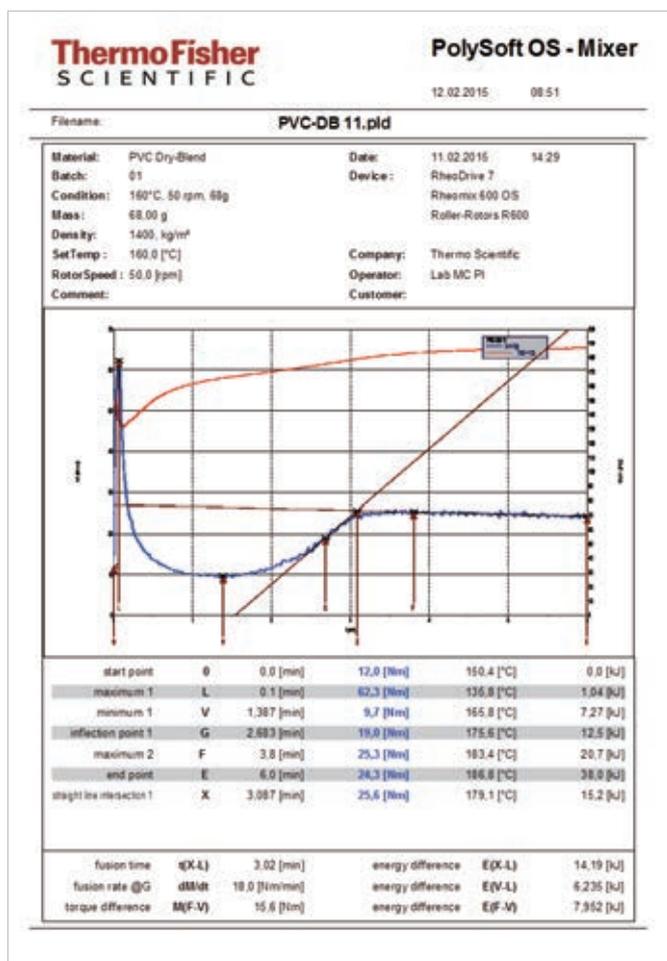


図4. 測定レポート—PVCドライブレンドの溶融試験

## サンプル投入量の影響

### 試験条件

ミキサー温度	160 °C
ローター速度	50 rpm
サンプル重量	68 g, 70 g
試験時間	6 分間

サンプル重量が 2 g 増えると、熔融時間が大幅に短縮されました (図7)。これは、サンプル量の増加に伴いせん断が多くなったためです。サンプルの計量中に犯した小さな間違いが、測定に大きな影響を与えてしまうことに注意が必要です。

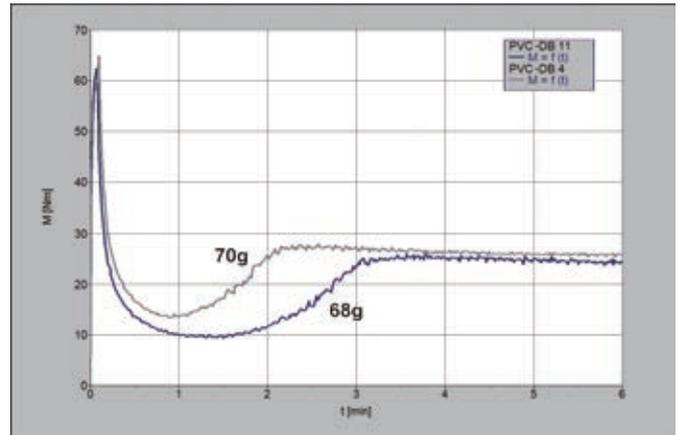


図7. 異なるサンプル投入量の比較

## ミキサー温度の影響

### 試験条件

ミキサー温度	160 °C, 165 °C
ローター速度	50 rpm
サンプル重量	68 g
試験時間	6 分間

わずか5 °Cの上昇で、サンプルの熔融がはるかに速くなりました (図8)。ユーザーは、サンプルが同じ温度で供給されていることを確認する必要があります。これを確実にするために、ユーザーは洗浄手順と洗浄時間が再現可能であることに特別な注意を払う必要があります。

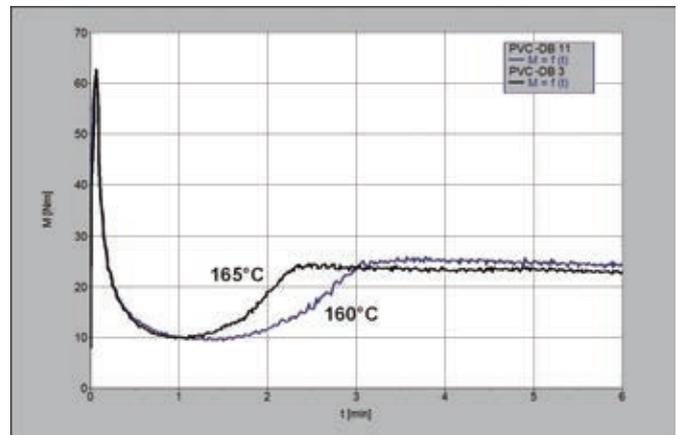


図8. 異なるミキサー温度の比較

## まとめ

これらの結果は、ラボミキサーによる試験は再現性があり、化合物の配合の変化に非常に敏感であると同時に、取り扱いおよび測定条件の変化にも非常に敏感であることを示しています。HAAKE PolyLab システムとラボミキサーとの組み合わせは、再現性のある試験条件で取り扱うことで、PVCドライブレンドのプロセス挙動の特徴を確認するための信頼できるツールとなります。

詳細はこちらをご覧ください [thermofisher.com/polylab](https://thermofisher.com/polylab)

研究用のみ使用できます。診断用には使用いただけません。

© 2024 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries unless otherwise specified.

実際の価格は、弊社販売代理店までお問い合わせください。

価格、製品の仕様、外観、記載内容は予告なしに変更する場合がありますのであらかじめご了承ください。

標準販売条件はこちらをご覧ください。 [thermofisher.com/jp-tc](https://thermofisher.com/jp-tc) MC069-A24030B

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL : 0120-753-670 FAX : 0120-753-671

Analyze.jp@thermofisher.com

[thermofisher.com](https://thermofisher.com)