

トルクレオメーターによるPVCコンパウンドの特性評価

著者

Matthias Jährling

Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Germany

はじめに

ラボミキサーとラボ用エクストルーダー機能を備えたトルクレオメーターは、ラボ環境での生産プロセスのシミュレーションを可能にする、小型化された試作用装置です。

Thermo Scientific™ HAAKE™ PolyLab™ OSシステムは、モジュール式トルクレオメーターです (図1)。このシステムにより、生産条件に近い条件での材料のテストおよび比較ができます。トルクセンサー、温度センサー、圧力センサーなどの測定センサーやドライブユニットとコンピューター間の通信は、CANopenバスを介して行われます。

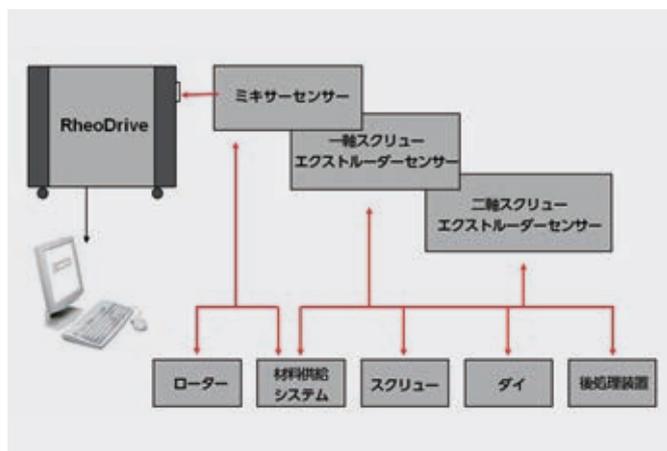


図1. HAAKE RheoDrive、ミキサー、エクストルーダーセンサーを含むHAAKE PolyLabシステム

ラボミキサー

ラボミキサーは、液体または電気加熱式の測定チャンバー、ミキサーローター、および材料供給装置で構成されています。ミキサー試験では、チャンバーを試験温度まで加熱します。ローターは一定の速度に設定されます (図2)。正確な量の試験材料が、ピストンによって空のミキサーチャンバーに押し込まれます。必要なトルクとサンプル温度が測定され、混合完了まで記録されます。

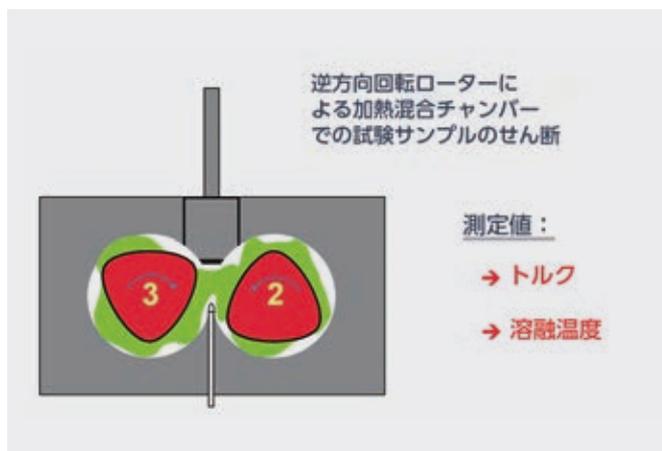


図2. ラボミキサー — 測定原理

測定値は、混合時間を横軸にしたミキサーレオグラムにプロットされます。ミキサーレオグラムは、サンプルの溶融、粘度、架橋、および分解挙動に関する情報を示します(図3)。グラフは、PVCドライブレンドの溶融挙動を示しています: 試験の開始時に、PVC粉末をミキサーに投入すると、瞬間的なトルク増加(ローディングピーク)が発生します。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の成分(ワックスなど)が溶融します。どちらの影響もトルクの低下につながります。

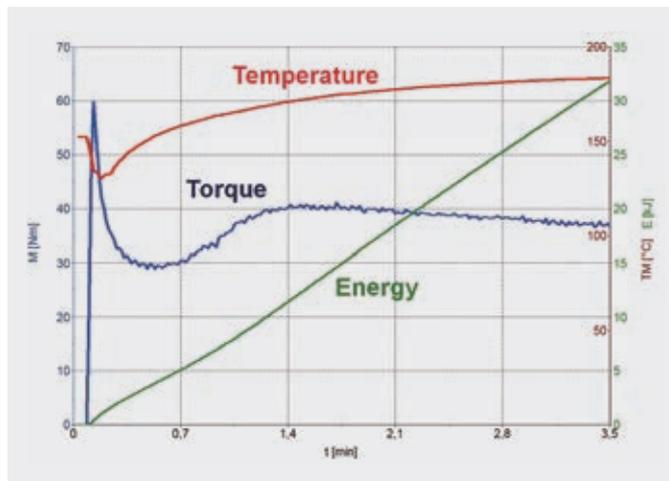


図3. ラボミキサーのレオグラム

温度の上昇とせん断エネルギーが与えられることにより、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番目のトルクピークが現れます。PVCドライブレンドは均質な溶融を形成します。この2回目のトルクピークの後、トルクは一定の値に達するまで再び低下します。散逸によって引き起こされる温度の上昇と、チャンバー壁を通る熱伝導によって引き起こされる温度の低下とのバランスが取れた状態に達します。ここで調整されているトルクは、サンプルの溶融粘度と相対的な値です。

異なるミキサーレオグラムを比較することで、生産と品質のばらつき、レシピの変更、添加剤が製品に及ぼす影響をテストできます。以下の例は、安定剤の添加比率の違いがPVCドライブレンドのレオロジー挙動に及ぼす影響を示しています(図4)。

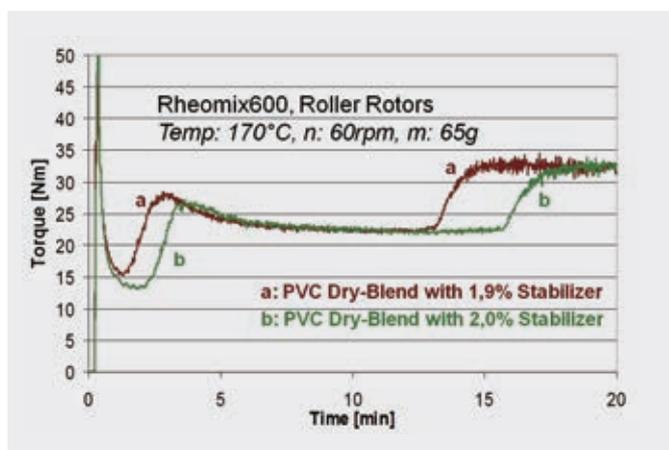


図4. 安定剤の異なる比率の効果を示すラボミキサーのレオグラム

2つの曲線を比較すると、安定剤含有量の高い化合物は、安定剤の割合が低い化合物よりも溶融に時間がかかることがわかります。その理由は、安定剤には潤滑剤としての特性もあるからです。したがって、より高い安定剤含有量のサンプルにはより少ないせん断エネルギーを導入することができます。両方のサンプルが完全に溶融した後、2つの曲線は長い期間同じような状態で推移します。これは、安定剤の違いが溶融粘度に影響を与えないことを意味します。試験の終盤では、安定剤比率が低いサンプルが先にトルクの増加を示します。このトルク増加は、PVCの劣化によって引き起こされるPVCサンプルの架橋反応に起因します。安定化剤比率が高いサンプルは、遅い時間でトルク増加を示すため、より安定していると言えます。

ラボエクストルーダー

PVCサンプルの試験は、ラボエクストルーダーでも行うことができます。

ラボエクストルーダーには、エクストルーダーのバレルに沿って圧力センサーを装備することができます。押出機に沿った圧力プロファイルと比較することで、サンプルの溶融が早い(高圧プロファイル)か遅い(低圧プロファイル)かを判断できます(図5)。

このような測定ができるエクストルーダーの利点は、プロファイルダイと、チューブやテープ成形などの追加ユニットを装備することです。したがって、小規模で生産のシミュレーションができます。製造された押出成形品は、機械的試験、光学的調査、風化試験などの追加試験に使用できます。

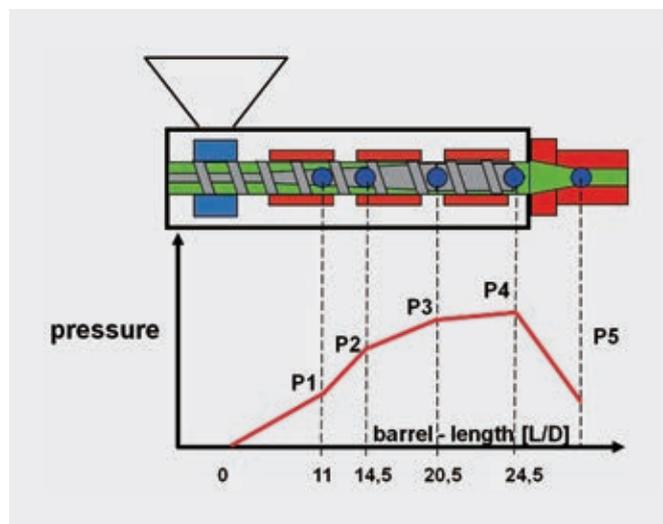


図5. シングルスクリューエクストルーダーの圧力構築

エクストルーダーキャピラリーレオロジー

エクストルーダーにスリットやロッドキャピラリーなどのレオロジー測定ダイと天秤が装備されている場合、サンプルの絶対粘度データを分析できます。これらの測定ダイには、圧力損失が測定される正確で幾何学的に設計された流路(ロッドまたはスリット形状)があります(図6)。この圧力損失と流路形状から、せん断応力を計算することができます(図7)。

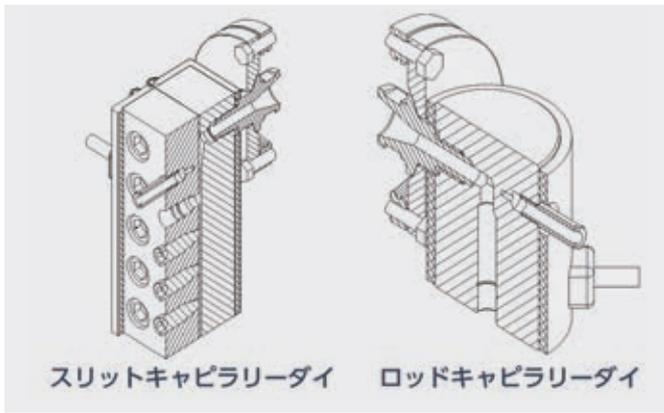


図6. キャピラリーダイ

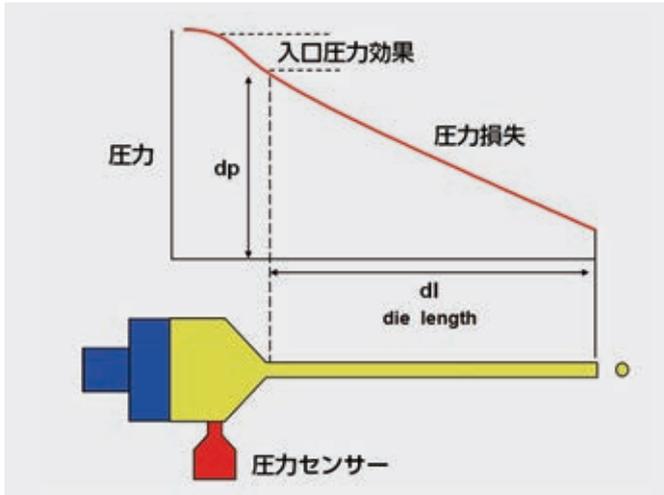


図7. ロッドキャピラリー原理

コンピューターに接続された天びんによって、押し出されたサンプル量が測定されます。その値からせん断速度が計算されます。次に、せん断速度とせん断応力から、溶融物の粘度が計算されます (図8)。

ニュートン流体の計算

圧力勾配: $p' = \frac{dp}{dl}$ せん断速度: $\dot{\gamma} = \frac{4 \cdot Q}{\pi \cdot r^2}$

体積流量: $Q = \frac{V}{t}$ 粘度: $\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$

せん断応力: $\tau = \frac{r}{2} \cdot p'$

図8. ロッドキャピラリーダイの計算

エクストルーダーのスクリー速度を段階的に上げることで、異なるせん断速度が設定できます。得られた粘度曲線は、さまざまな流動条件下でのサンプルの流動挙動を示しています (図9)。

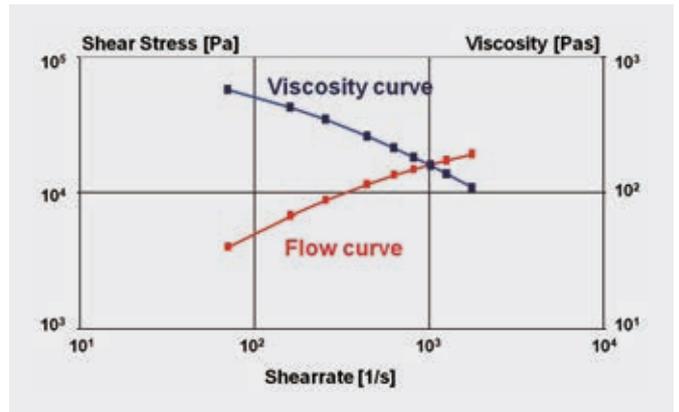


図9. キャピラリー試験の測定結果

PolySoftソフトウェアを使用して、曲線の経過を数学的に記述できます。OstwaldやCarreauなどのレオロジーモデルの因子は、回帰分析によって計算できます (図10)。このようなデータの知識は、流路や金型のモデリングなどに重要です。Moldflow™やCad moldなどのシミュレーションソフトウェアパッケージは、計算にCarreauモデルの回帰データを使用しています。

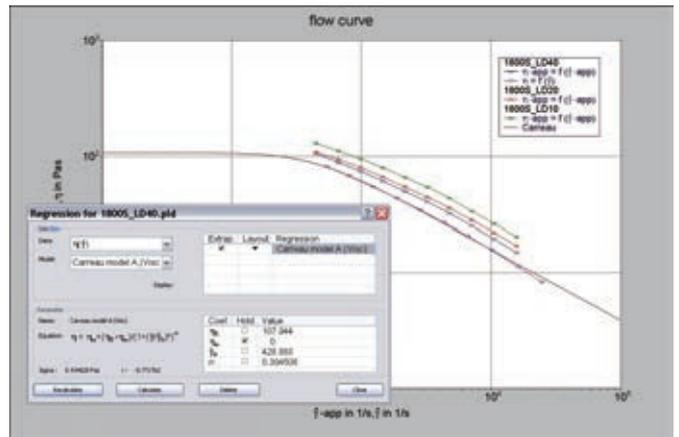


図10. PolySoft ソフトウェア キャピラリーレオメトリー回帰分析

まとめ

HAAKE PolyLab OS トルクレオメーターシステムは、PVC ドライブレンドの加工挙動を特徴付けるための高感度で正確なツールです。ラボエクストルーダーやレオロジー測定ダイと組み合わせることで、生産条件下でのPVC溶融物の流動挙動を測定することができます。

■ 詳細はこちらをご覧ください 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.
Moldflow is a trademark of Moldflow Corporation.
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 **MC072-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