

二軸スクリューエクストルーダーによるナノ粒子を包埋した高機能ポリマー複合材料の作製

著者

Matthias Jährling, Dirk Hauch and Fabian Meyer Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Germany

キーワード

コンパウンディング、カーボンナノチューブ、複合材料、二軸スクリュー混練押出

イントロダクション

カーボンナノチューブ (CNT) は、直径わずか数ナノメートル、長さがセンチメートルまでの継ぎ目のないチューブに丸められたグラファイトシートです。ナノチューブは、そのユニークな機械的、電気的、熱的特性により、多くの注目を集めています。CNTには、特に高分子化合物の分野で、機械的および電気的特性の改善に使用されるなどの多くの潜在的な用途があります。ポリマーナノ複合材料は、自動車産業や航空産業、風車の羽根の建材に使用されています。

ポリマーナノコンポジットのユニークな特性を引き出す鍵は、CNTをポリマーマトリックス中に完全に分散させることです。CNT粒子がポリマー内に均一に分散し、より大きなクラスターの形成が回避される場合にのみ、望ましい特性改善を達成できます。最終化合物の機械的特性の改善は、回転式レオメーターなどで行う動的粘弾性分析 (DMTA) によってテストできます[1]。

ポリマーマトリックス内へCNT粒子を均一に分布させる方法の一つは、混練押出プロセスにCNT懸濁液を使用することです。このために、CNTは最初に (アミノ化によって) 官能基化され、その後、高せん断混合または超音波処理によってエタノールのようなキャリア液体に分散されます。CNTは懸濁液の状態で混練押出プロセスに供給しますが、懸濁液を使用することで実験室環境でのCNTダストの発生を防げます。

この報告の目的は、CNT懸濁液が二軸スクリューエクストルーダーによりポリマーナノコンポジットを作製できることを実証することです。この手順により、ポリマーマトリックス中のCNTの均一な分布を実現し、ポリマーナノコンポジットの特性改善ができます。

マテリアルとメソッド

試験材料

- ベースポリマー: ポリプロピレン Metocene HM562S (LyondellBasell社)
- 機能性の異なる2種類のCNT-エタノール懸濁液 (Rescoll社/France)

試験装置

- トルクレオメーターシステム
Thermo Scientific™ HAAKE™ PolyLab OS System
- 同方向回転二軸スクリューエクストルーダー
Thermo Scientific™ HAAKE™ Rheomex PTW16 OS System (L/D = 40)
- ペレット供給用ロトチューブフィーダー
- 懸濁液用送液ポンプ
- 真空ポンプ
- ペレタイザー

試験条件

- スクリュー速度: 250 rpm
- 温度プロファイル: 20/230/250/250/230/220/220/200/200/200/200 °C
- ポリプロピレン供給速度: 0.919 kg/h
- CNT懸濁液供給速度: 0.114 kg/h (PP中のCNT濃度0.5%相当)

試験手順

エクストルーダーのバレルとスクリューの構成を図1に示します。Main Feed (Zone 1) では、ポリプロピレンをエクストルーダーに供給し、Melting (Zone 2) で溶融します。CNT懸濁液は、送液ポンプによってLiquid Feed (Zone 3) からポリプロピレン溶融物に注入します。懸濁液中のエタノールは、Zone 4のAtmospheric VentingポートおよびZone 9のVacuum Ventingを使用して除去します。CNTとポリプロピレンを十分に混合し、Zone 5、6とZone 8の2つのMixingセクションでせん断をかけました。

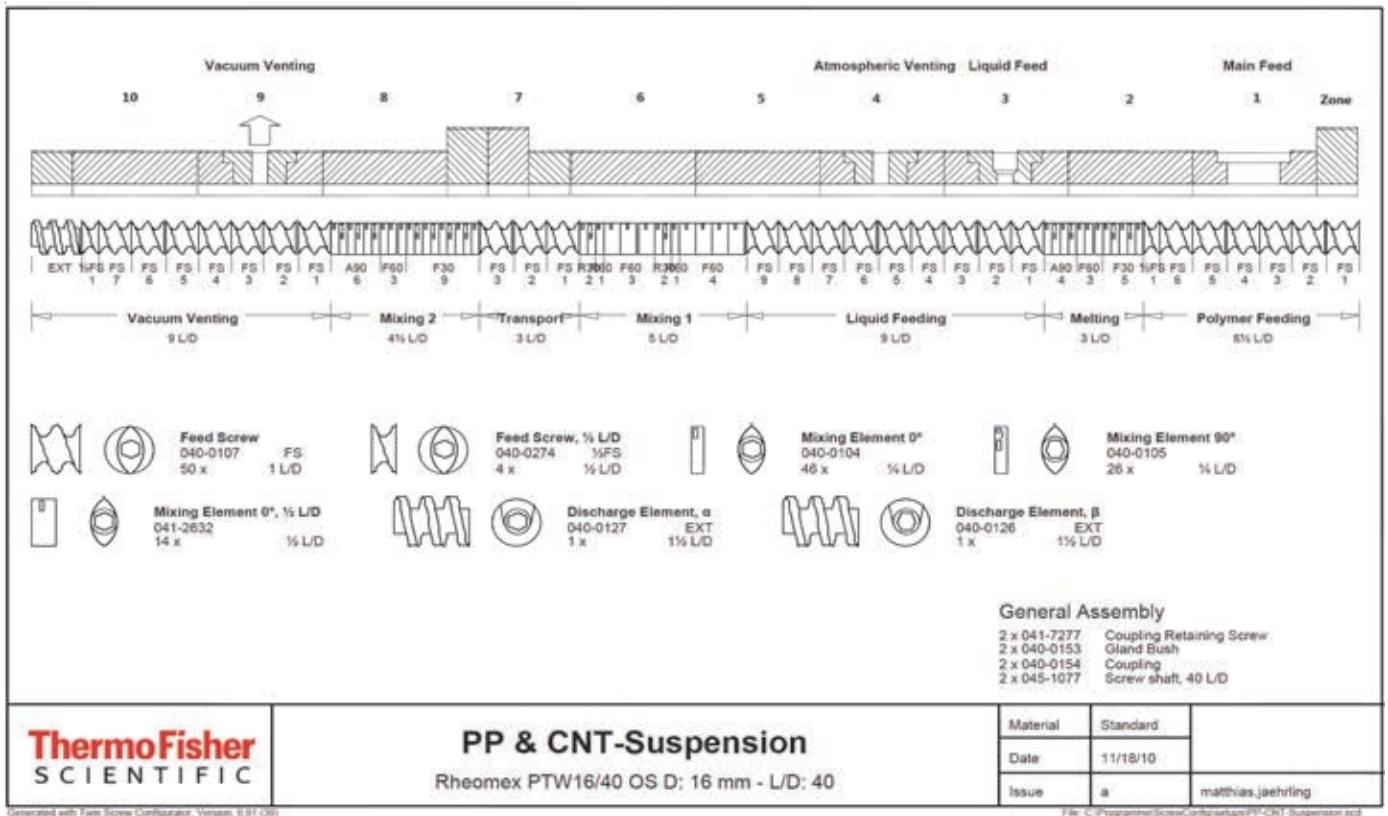


図1. エクストルーダーのバレルとスクリーウの構成

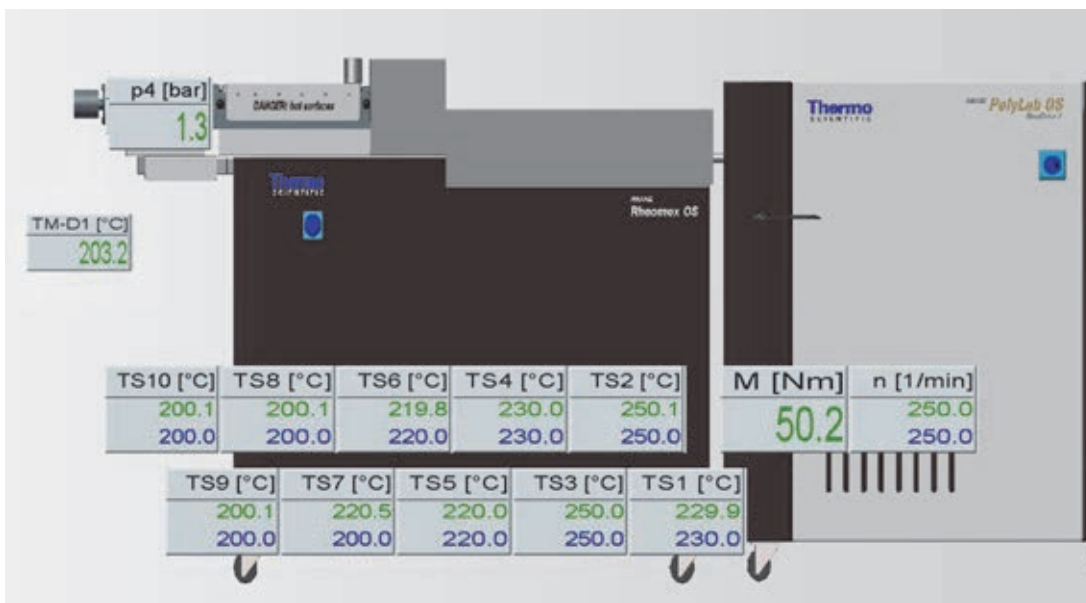


図2. 混練押出の条件

結果

試験では、ダイにおける熔融圧力を測定しました。図3は、3つの異なる試験結果を重ね合わせて示しています。それぞれ純粋なポリプロピレン、CNT懸濁液「1」の添加、CNT懸濁液「2」の添加の結果です。

CNT懸濁液を添加すると圧力が上昇したことがはっきりとわかります。2つの異なる懸濁液の圧力に大きな差は見られませんでした。サンプルはストランド状に押し出し、ウォーターバスで冷却後、ペレタイザーでペレットに切断しました。

当社の小型射出成形機であるThermo Scientific™ HAAKE™ MiniJetシステムを使用して、これらのペレットをディスクや

DMTAバーなどの試験片に射出成形し、さらに調査しました。

図4は、懸濁液「1」の0.5%CNTを含むPP化合物を作製した試料を顕微鏡撮影したものです。この写真では凝集は見られず、CNTはポリマーマトリックス中に均一に分布しているように見えます。

図5は、懸濁液「2」の0.5%CNTを含むPPコンパウンドの顕微鏡写真です。この写真は大量の凝集体を示しています。分散性は懸濁液「1」から得られた結果よりもはるかに悪いようです。

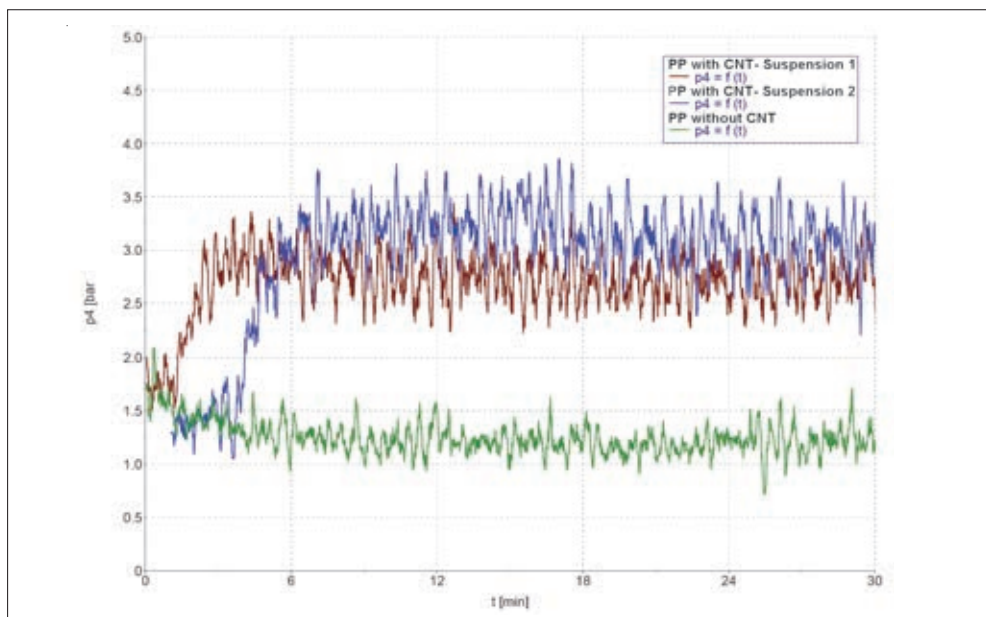


図3. ダイにおける圧力

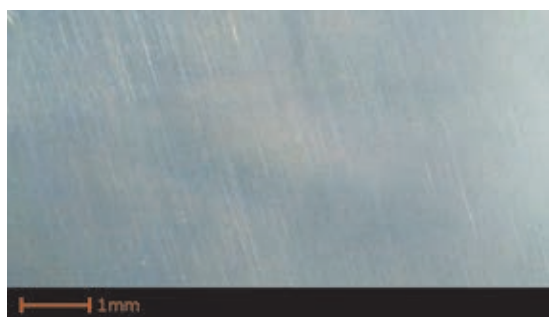


図4. CNT [1] を0.5%含むPP

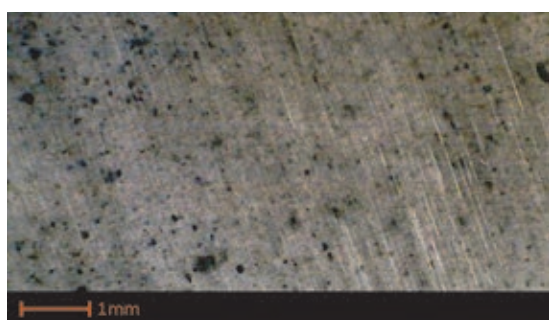


図5. CNT [2] を0.5%含むPP

結論

ラボスケールの二軸スクリューコンパウンダーであるRheomex PTW16を備えたPolyLabシステムは、CNT懸濁液を使用してポリマーとCNTから化合物を調製するために使用できることが示されました。

これらの試験の結果は、コンパウンディングが同条件であっても、異なる官能基化されたCNTで作られた化合物間に大きな違いがあることを示しました。

謝辞

ドイツのシュトゥットガルトにあるフラウンホーファー製造工学・自動化研究所IPAと、フランスのパサックにあるリサーチカンパニーRESCOLLの協力とCNT懸濁液の提供に感謝します。また、顕微鏡画像を提供いただいたドイツのカールスルーエ工科大学のVolker Röntzsch氏にも感謝します。

参考文献

- [1] Thermo Scientific Application note V241 “Dynamic mechanical thermal analysis (DMTA) on polymer nanocomposites” Fabian Meyer, Klaus Oldörp and Frits de Jong

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.
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 MC070-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