

ポリエチレンとカーボンブラックの混練後の導電性の測定

著者

Bernd Jakob

Thermo Fisher Scientific, Karlsruhe, Germany

要約

導電性のカーボンブラックはプラスチックやエラストマー、塗料などに帯電性や除電、導電性を付与するためにさまざまな種類のポリマーに使用されます。カーボンブラックは導電性と熱伝導性に大きな影響を与えます。また、プラスチックやエラストマーの電磁特性や着色性にも効果を発揮します。カーボンブラックは主に異形押し出しやパイプ材、シートや射出成型品、インフレーションフィルムやキャストフィルム等で使われています。

カーボンブラックにはさまざまな種類があり、用途に合わせて異なった導電性を持ちます。またバッチプロセスで生産されるので、そのバッチ間で性質が異なることがあります。そのため、異なる種類、そして異なる製造バッチごとにカーボンブラックの導電性を定量評価することは、信頼性のある特性評価のための重要なメソッドとなります。

試験装置

高密度ポリエチレン (HDPE) はラボ用のミキサーで熔融され、連続試験により3種類の異なったカーボンブラックと混ぜられます。3種類のHDPEとカーボンブラックから成るサンプルはミキサーの中で熔融し、いくつかの装置で構成されるシステムにより異なったカーボンブラック (CB) と混合されます。このシステムはThermo Scientific™ HAAKE™ PolyLab™ OS モジュラートルクレオメーターと空圧式ラム (材料を押し込む装置)、ローラーローター、オプションの導電性測定機能付きThermo Scientific HAAKE Rheomix ラボミキサー (600 OS 仕様) で構成されます。温度と導電性を測定しているセンサー (図1) は測定サンプルに接していますが、ミキサーのチャンバーには触れていません。このシステムは導電性センサーとミキシングチャンバー間の抵抗力からジューメンス ($S=1/\Omega$) の値を計測します。ジューメンスの導電率が高いほど混練されたものがよりよい導電性を得られていることを示します。

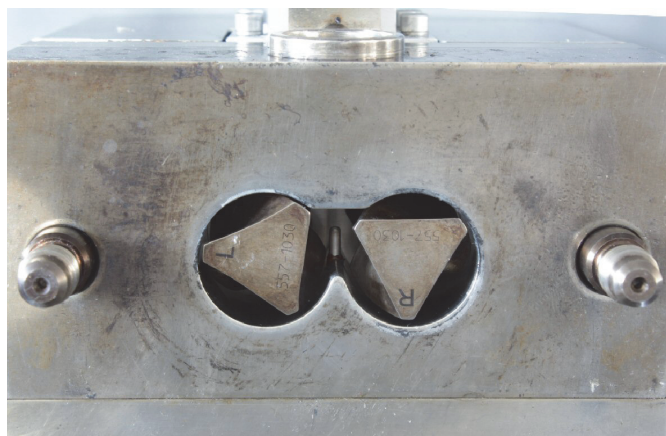


図1. Rheomix ラボミキサー (600 OS 仕様) の熔融温度と導電率を測定するセンサーの付いたチャンバー

試験条件

33 gのHDPEをミキサーのチャンバーに投入し、回転100 rpm、チャンバー温度150°Cで5分間混練します。この間、ミキサーのトルクとポリマーの導電性はレオグラム (グラフ1、2、3) に表示されます。ポリマーが完全に熔融してから空圧式ラムが上昇し、4 gのカーボンブラックを加えました。空圧式ラムはミキシングチャンバー近くの下点にセットされています。その後、混練と測定を10分間続けました。

材料と結果

同じグレードのHDPEと三つのタイプのカーボンブラック (CB1、CB2、CB3) を使用して三つの異なったサンプルについて実験を行いました。CB1はバッチ間による違いを確認するため、二つの製造バッチからのものを用います。

異なったサンプルと製造バッチのミキサーの結果を表1に示します。レオグラム (グラフ1、2、3) の縦軸にすべての試験のトルク (縦軸の左) と導電率 (縦軸の右) は同じスケールで示されます。

試験方法の再現性を示すために、カーボンブラックのタイプ1の製造バッチ2 (サンプル番号2と3) は試験を2回行いました (表1参照)。230 mSのベースライン (赤い曲線) で確認できるように、両方の試験結果は同様の導電性を示します。そしてトルクは

サンプルNo.	サンプルのCBタイプ	比抵抗 ($\Omega \cdot m$) [1]	電気伝導率 [$mS \cdot m^{-1}$] [1]s	導電率 [mS]
1	CB1-バッチ1	max. 8000	max. 0.125	1,890 @ 15 min
2	CB1-バッチ2	max. 8000	max. 0.125	620 @ 15 min
3	CB1-バッチ2 (再)	max. 8000	max. 0.125	550 @ 15 min
4	CB2	max. 2000	max. 0.5	12,200 @ 15 min
5	CB3	∞	0	240 @ 15 min

表1. HDPEとCBを用いたサンプル、電気抵抗と再現性、ヴァン・デル・パウ法 [1] によって得られる導電率

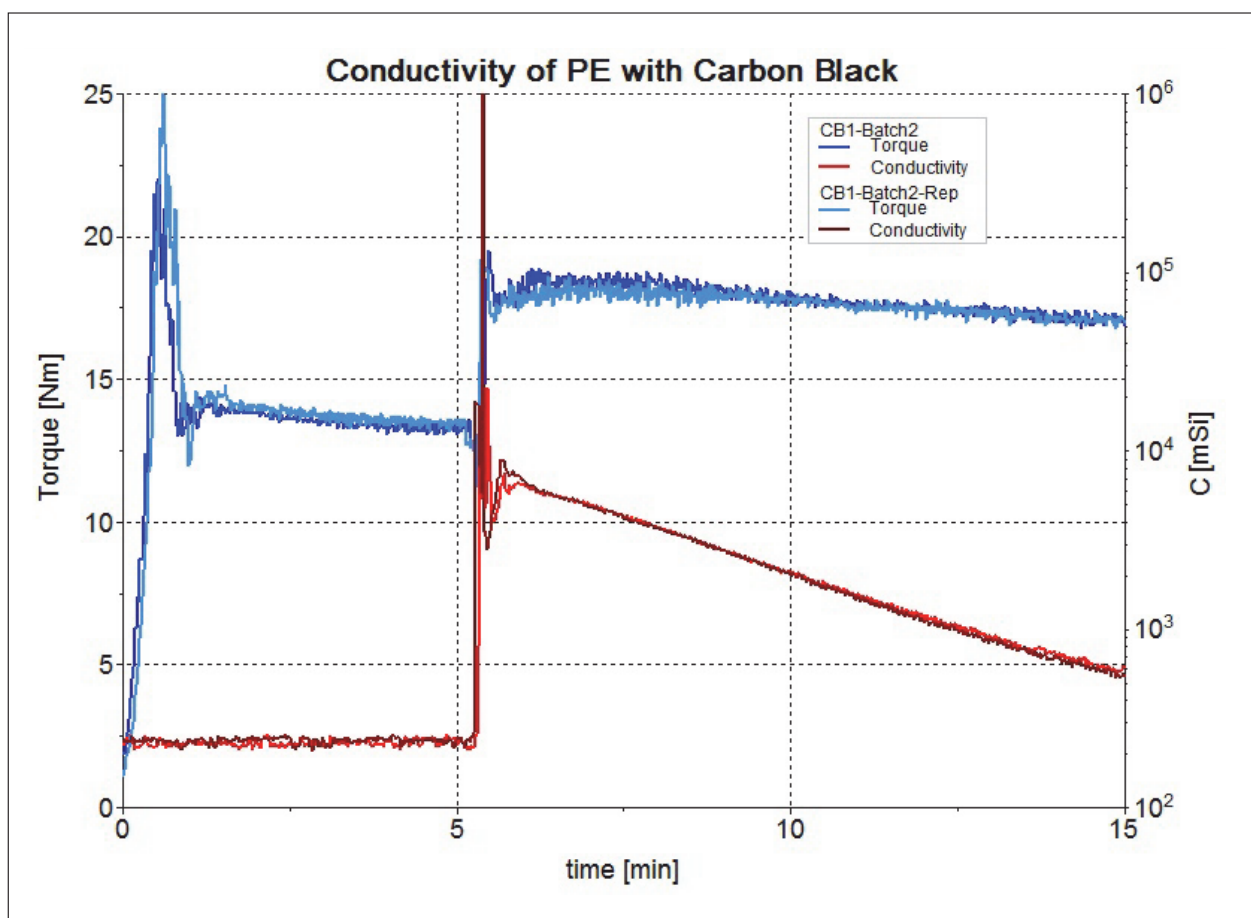
典型的な負荷ピークを示した後、HDPEが完全に溶解した際に13.4 Nm へと減少します。

5分後にカーボンブラックを加えました。ミキサーチャンバーの導電性センサーの位置の関係から、導電性が増加していく様子がわかります。さらに混練を進めていくと、カーボンブラックはポリマー内に分散され導電性が低くなります。15分後、導電性の値はそれぞれ620 mS と550 mSでした。カーボンブラックを加えると熔融ポリマーが強化されることとなり、高いトルクを示す結果となりました(青い曲線)。混練の最終段階でトルクは17 Nm になり、安定しています。この結果により、この試験方法が良好な再現性を実現することがわかりました。

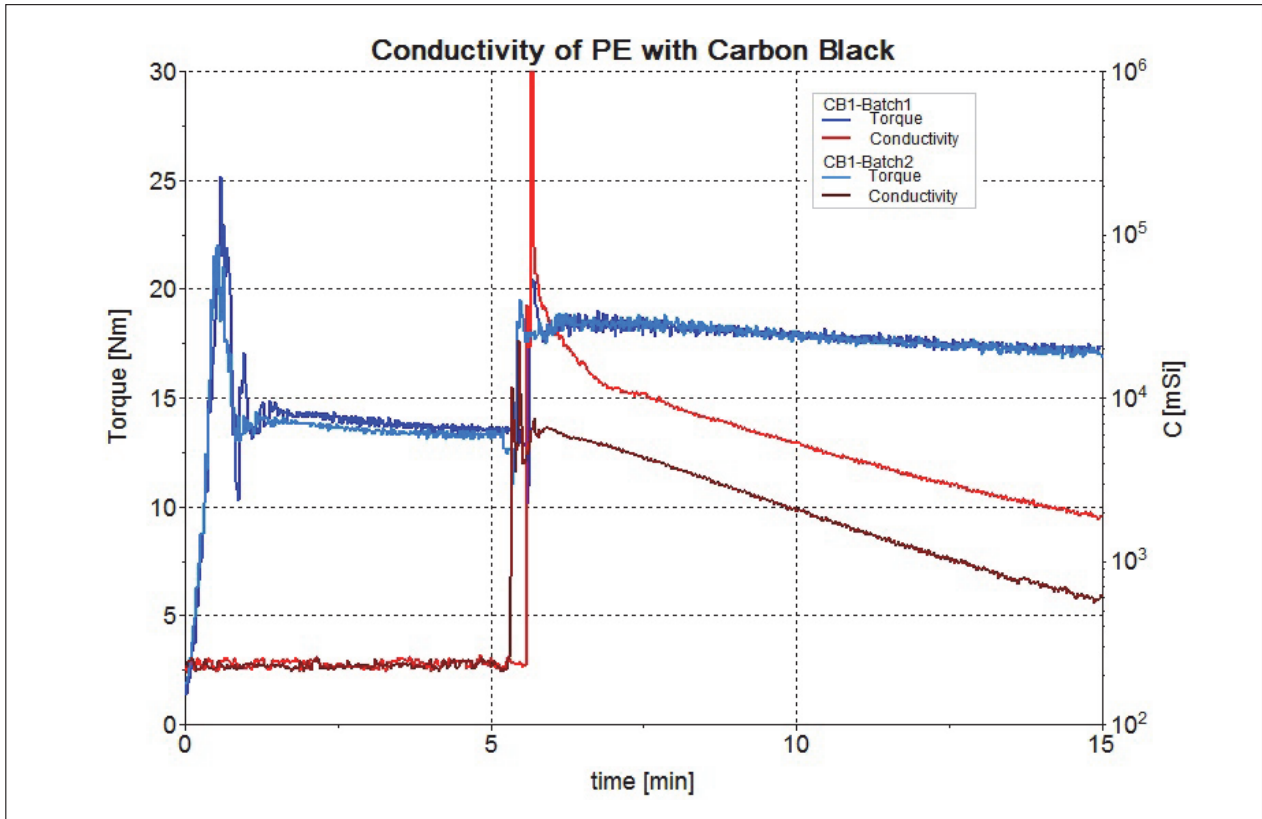
カーボンブラックタイプ1 (サンプル 1 と サンプル 2) の二つの製造バッチの違いをグラフ2に示します。

サンプルのトルク (青い曲線) が試験の最後の方で両方とも17 Nm となっている一方で、導電性のデータは明らかな違いを示しています。15分後には製造バッチ1のカーボンブラックタイプ1 (サンプル1) が1890 mS (薄い赤い線) の値を示すのに対し、製造バッチ2のタイプ1 (サンプル2) は620 mS (濃い赤い線) の値にしかなりません。

導電性試験の比較 (グラフ3参照) は、表1に示した基となるカーボンブラックの伝導性との相関性を示しています。



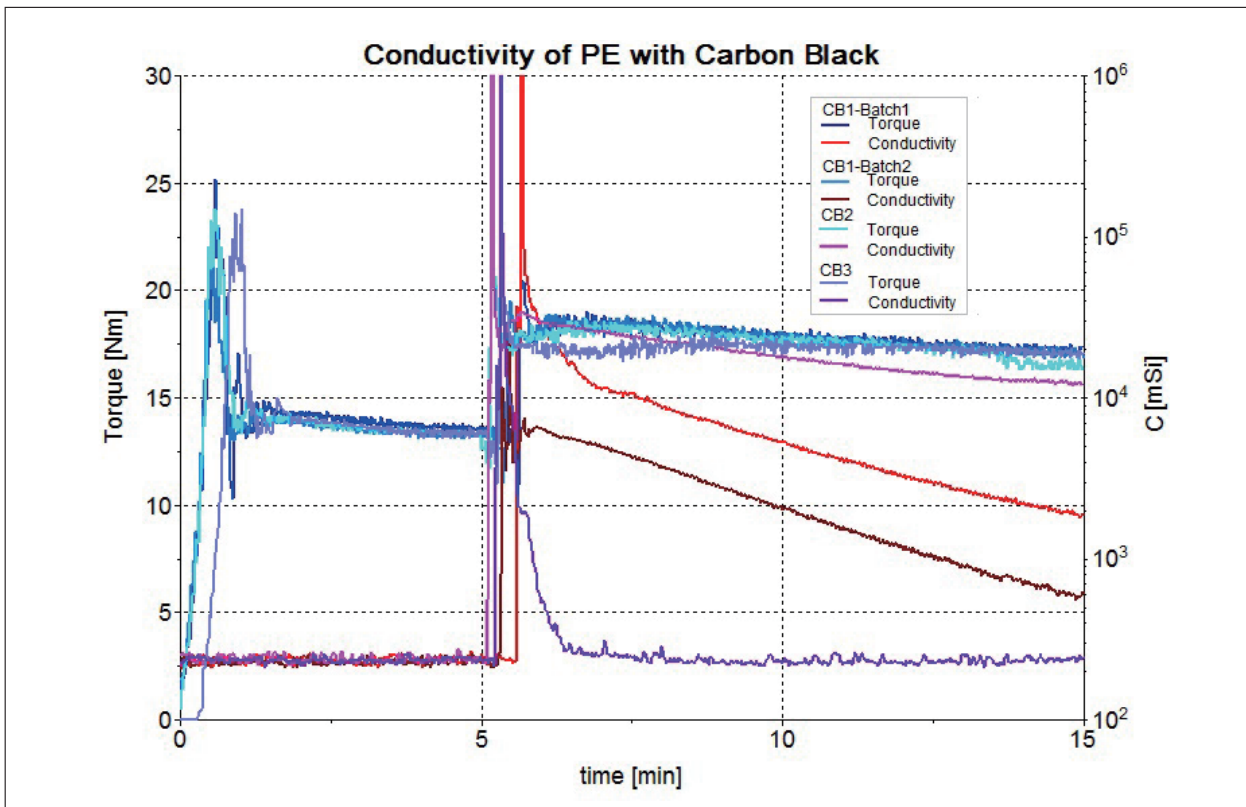
グラフ1. サンプル2 とサンプル3を使用した試験結果の再現性



グラフ2. 二つの製造バッチからのカーボンブラックタイプ1 (サンプル 1 と サンプル 2) の相違

カーボンブラックタイプ2 (ピンク色の線) は、ミキサーテストの最終段階で一番高い導電率である12,200 mSを示しています。ベースラインの値が245 mSのカーボンブラック3 (紫色の線) は、混練を15分行った後に導電性が認められません。すべての導

電性カーボンブラックは同様のトルク曲線を示します。非導電性のカーボンブラック3のトルク曲線は、熔融したポリマーにカーボンブラックを加えた後に少しかだけ変化が認められます。



グラフ3. 試験に使用したすべてのカーボンブラックのレオグラム

結論

HAAKE PolyLab OS システムのバッチミキサーを使用することで、最小限の労力で、数分間に再現性のある導電率のデータを得ることができます。このアプリケーションノートでは、HDPEと異なるカーボンブラックを使用してどのような評価ができるかの一例をご紹介します。異なる製造バッチのさまざまなカーボンブラックの性能について、このように信頼性の高い評価を行うことができます。測定結果を見ると、導電性 (表1参照) は ヴァン・デル・パウ法[1]によって得られる結果と相関性があります。導電性の評価は、材料研究者が理想的な製品特性を実現するための最適な材料の組み合わせを発見する上でとても重要です。この試験方法は、エラストマーのアプリケーションにも応用できます [2]。

参考文献

- [1] A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shape. - J. van der Pauw: Philips Res. Reports 13 (1), 1958, p. 1-9.
- [2] Macro- and microdispersion of carbon black in liquid silicone rubbers Le, H. H.; Ilisch, Sybill; Radusch, Hans-Joachim; Steinberger, H.; Plastics, rubber and composites. - London: IOM, Bd. 37.2008, 8, S. 367-375.

詳細はこちらをご覧ください thermofisher.com/extruders

© 2020 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転載を禁じます。 MC044_A2004OB
ここに記載の会社名、製品名は各社の商標または登録商標です。
また、記載されている製品は研究用機器であり、診断目的およびその手続き上での使用はできません。
記載の価格は 2020 年 4 月現在のメーカー希望小売価格です。消費税は含まれておりません。
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。
実際の販売価格は、当社販売代理店までお問い合わせください。

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

facebook.com/ThermoFisherJapan

@ThermoFisherJP

thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC