

Application News

No. i264

定試験力押出形 細管式レオメータ フローテスタ

セルロースナノファイバー強化樹脂の 粘度評価

セルロースは植物細胞の細胞壁及び綿花等の主成分で、地球上で最も多く存在する炭水化物であり、古くから紙や綿繊維等の原料として利用されてきました。近年、セルロースをナノレベルまで解繊することで、機能性を向上させたセルロースナノファイバー（以下、CNF）が注目されています。CNFは植物由来の材料であるため環境負荷が低く、低線膨張性、ガスバリア性、透明性などの機能を持っています。また、鉄鋼の1/5の軽さで5~8倍の強度と高い比強度を示します。そのため、CNFにより熱可塑性樹脂を強化することで、高強度かつ軽量の複合材料を開発する研究が進められています。

熱可塑性樹脂の特徴のひとつに生産性の良さがあげられます。また、大量生産される樹脂成形製品の多くは、射出成形、押出成形等の手法により樹脂を熔融して成形されます。例えば射出成形の場合、適切な温度や圧力は、樹脂の種類や金型形状などにより異なり、条件が悪いと充填不良・過充填・ひけ・ボイドなどの成形不良の原因になります。また、適正な条件で成形を行っていても、原料の樹脂の状態が変われば、成形の不具合につながります。そのため、CNFで強化した樹脂材料においても、最適な成形条件を求めることが重要になってきます。

今回は、熱可塑性樹脂のこれらの成形性を評価する手法の一つとして、フローテスタ CFT-EX を使用した流動性の評価を実施しました。測定装置を図1に示します。測定サンプルは、CNF強化樹脂、ガラス繊維強化樹脂、樹脂単体の3種類を用意しました。

F. Yano



図1 フローテスタ CFT-EX

測定システム

今回使用した CFT-EX のシリンダ部の構造を図2に示します。CFT-EX では、試料をシリンダに充填し、周囲から熱で熔融させ、上部からピストンによって一定の圧力を加えます。熔融した試料は細孔をもったダイを通して押し出されます。そのときのピストンの移動速度からフローレートを求め、試料の流動性すなわち熔融粘度を算出します。詳細は当社カタログ（CFT-EX Series）をご確認ください¹⁾。

1回の測定にはペレット状のサンプルを1.5g 使用しました。試験温度は170、190、210℃、試験圧力は0.49~9.8 MPa までの5水準で測定を行いました。表1にサンプル情報を、表2に測定条件を示します。

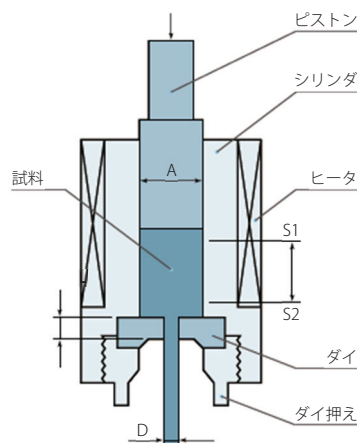


図2 シリンダ部の構造

表1 測定サンプル情報

測定サンプル	
①	CNF10%強化 HDPE (ペレット状)
②	GF10%強化 HDPE (ペレット状) *1
③	HDPE (ペレット状)

試料提供：地方独立行政法人 京都市産業技術研究所様

*1 ②は研究開発上、比較サンプルとして作製されたものです。

表2 測定条件

測定装置	: CFT-500EX
試験温度	: 170、190、210℃
試験圧力	: 0.49、0.98、1.96、4.9、9.8 MPa
予熱時間	: 360 sec
ダイ	: 直径 1 mm、長さ 1 mm

測定結果

図3(a)~(c)にそれぞれの材料ごとの測定結果を、(d)に全材料の測定結果を示します。図3は横軸にせん断速度、縦軸に粘度を示しています。図3(a)~(c)より、すべての材料で測定温度が高くなると粘度が低くなる傾向がありました。同様に、せん断速度が大きくなるにつれて粘度が低下していく様子が確認されました。図3(d)より、それぞれ材料の粘度を比較すると、HDPEが最も低く、次にGF強化HDPEが高く、CNF強化HDPEが最も高くなりました。つまり、強化材を加えることで粘度が高くなるのがわかります。CNF強化HDPEとGF強化HDPEを比較すると、せん断速度が $1.0 \times 10^5/s$ でCNF強化HDPEの粘度がGF強化HDPEの粘度 $50 Pa \cdot s$ 程度の値に近似されます。この現象は、CNF強化樹脂が高せん断速度下で粘度が低下するという特徴²⁾と一致しており、射出成形など実際の高速成形において、GFRP用の成形機金型を用いてもある程度成形可能であることも一致しています。粘度の計算は、JIS K 7210-1 (附属書 JA) に準じて、ピストンストローク3~7mmの範囲で行いました。

まとめ

今回、CNFまたはGFを含有させることで、熱可塑性樹脂単体とは異なった粘度-せん断速度曲線が得られました。それぞれの粘度評価を行うことは、最適な成形条件を求める上で重要な測定となります。今回使用したCFT-500EXは、CNF強化樹脂の流動性評価に適した装置です。

参考文献

- 1) 島津製作所カタログ CFT-EX Series C228-4592
- 2) 伊藤彰浩、ナノセルロースシンポジウム2018、第365回生存圏シンポジウム要旨集、47 (2018)

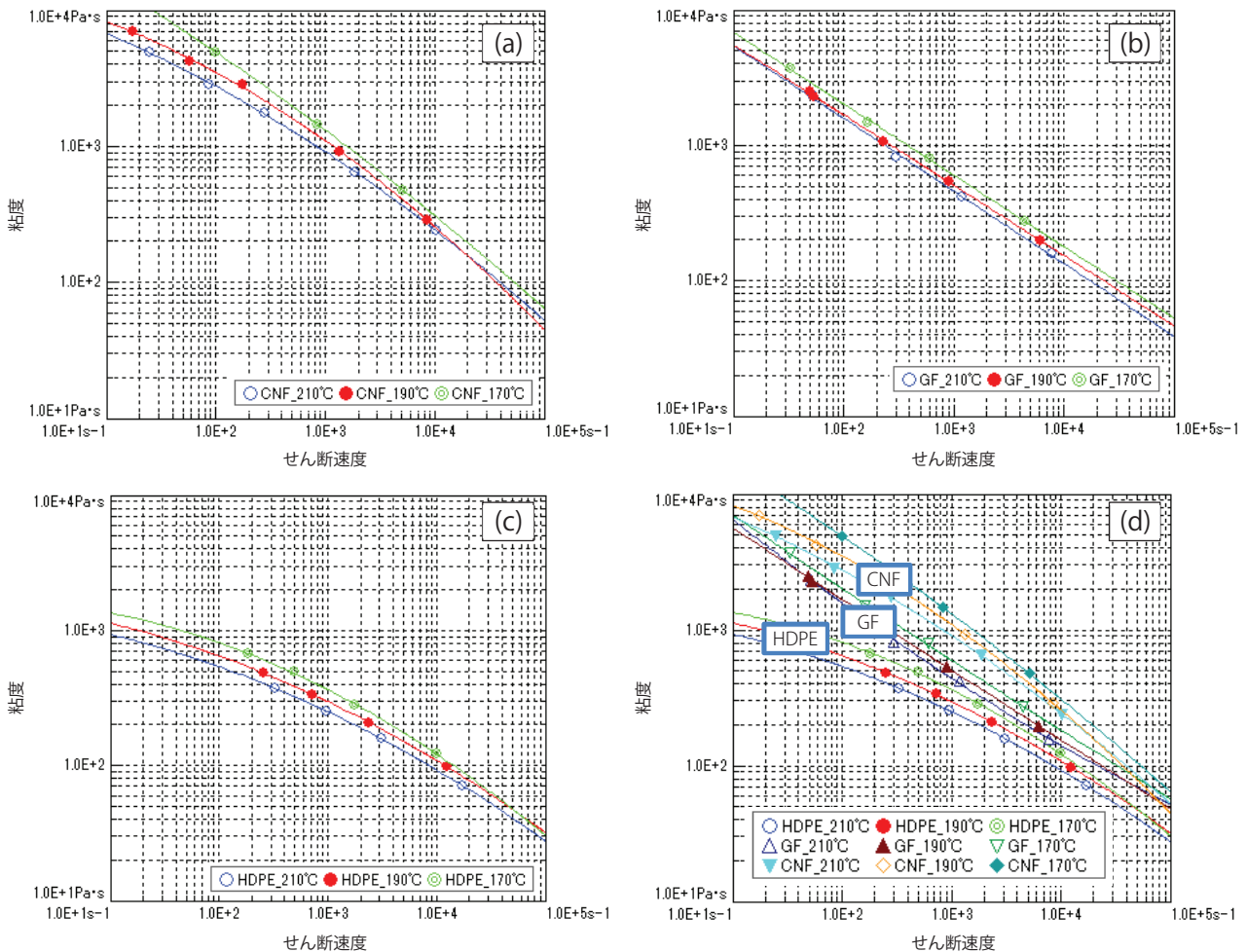


図3 測定結果
(a) CNF強化HDPE (b) GF強化HDPE (c) HDPE (d) 全測定結果

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行：2018年11月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。