

汎用樹脂の流動性評価

小池 夏実

ユーザーベネフィット

- ◆ 昇温法により、樹脂の温度に対する流動特性を簡単に評価することが可能です。
- ◆ シリンダ冷却ファン（オプション）の利用により低騒音で短時間の冷却ができ、試験におけるサイクルタイムの短縮が可能です。

■はじめに

熱可塑性樹脂は加熱すると軟化し、常温に戻ると硬化しますが、再度加熱すると軟化するため、繰り返し利用できる性質を持ちます。熱可塑性樹脂は、ペットボトルなどに使用されるポリエチレンテレフタレート（PET）や台所用品などに使用されるポリプロピレン（PP）など様々な種類があり、高温・軟化時における流動特性はそれぞれ異なります。そのため、材料となる樹脂がどのくらいの温度でどのような流動特性を示すかを評価することは、良質な成形品を製造するために必要です。このような評価にはフローテスタが有効であり、樹脂の温度に対する流動特性を簡易的に測定できる方法として、昇温法試験が可能です。本稿では、代表的な汎用樹脂を昇温法試験した例を示します。

■ 試料および試験条件

試料は、ポリエチレン（PE）、ポリプロピレン（PP）、ポリ塩化ビニル（PVC）、ポリカーボネート（PC）の4種の材料を用いました。測定には、フローテスタCFT-500EX形（図1）を使用しています。この装置は、溶融物が細管を通過するときの粘性抵抗を測定する細管式レオメータです。実際の成形条件またはそれに近い試験条件で測定でき、実用性の高いデータを得ることができます。



図1 CFT-500EX

それぞれの試料は、ペレット形状のものを使い、1.2 g測り取り、昇温法試験にて測定を実施しました。詳細な条件は表1の通りです。

表1 試験条件

試験方法	: 昇温法試験
ダイ（穴径×穴長）	: 1 mm×1 mm
開始温度/終了温度	: 100 °C / 300 °C
昇温速度	: 5 °C/min
試験圧力	: 0.98 MPa
余熱時間	: 300 秒
試料量	: 1.2 g

昇温法試験の測定は、低温から開始して高温で終了します。そのため、次の測定を行うためにはシリンダなどを冷却する必要があり、早く冷却するためのオプション品をラインナップしています。シリンダ冷却ピストンは、圧縮空気が噴き出るピストン形状の部品を、シリンダに差し込んで冷却を行います。シリンダ冷却ファン（図2参照）は、加熱炉下部にワンタッチで取り付けることができ、ファンの風により冷却を行います。どちらも温度を下げる時間を大幅に短縮することができますが、シリンダ冷却ファンの方が低騒音でより速く冷却を行うことが可能です。



図2 シリンダ冷却ファン

■結果

昇温法試験は、試験時間の経過と共に一定の割合で昇温しながら試験する方法です。この試験では試料が固体域から遷移域、ゴム状弾性域を経て流動域に至るまでの過程を連続的に測定することができ、固体域から遷移域に移る際の軟化温度 T_s 、試料が流れ出す流出開始温度 T_{fb} を測定することができます。昇温法における流動曲線は、図3のような挙動を示します。昇温法で得られる温度や曲線は表2のとおりです。

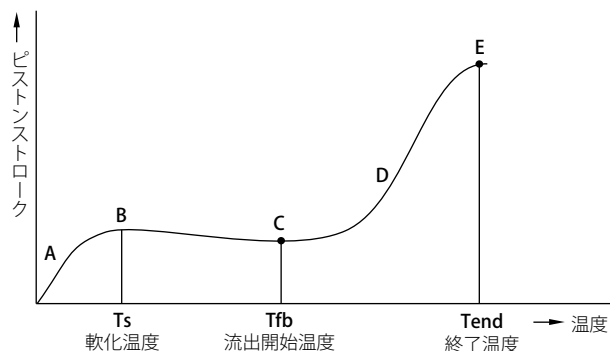


図3 ストローク-時間グラフ

表2 各値の呼称と定義

記号	呼称	定義
AB	軟化領域 (軟化曲線)	試料が圧縮試験力を受けて変形し、内部空隙が次第に減少していく段階。
TS	軟化温度	内部空隙が消失し、不均一な応力の分布を持ったまま外観は均一な1個の透明体あるいは相になる温度。
BC	停止領域 (停止曲線)	有限な時間内ではピストンの位置に明瞭な変化がなく、かつ試料のダイからの明らかな流出は認めがたい領域。
Tfb	流出開始温度	試料の熱膨張によるピストンのわずかな上昇が行われた後、再びピストンが明らかに降下し始める温度。
CDE	流出領域 (流出曲線)	試料が明らかにダイより流出する領域。

昇温法試験では、2種類の方法により特性値を得る点を決定しますが、ここでは1/2法について紹介します。図4に示すように、流動曲線の流出終了点 S_{max} と最低点 S_{min} の差の1/2を求め、 X と S_{min} を加えた点Aを特性値を得る点とします。この点における温度・粘度を1/2法温度、1/2法粘度と定義しています。

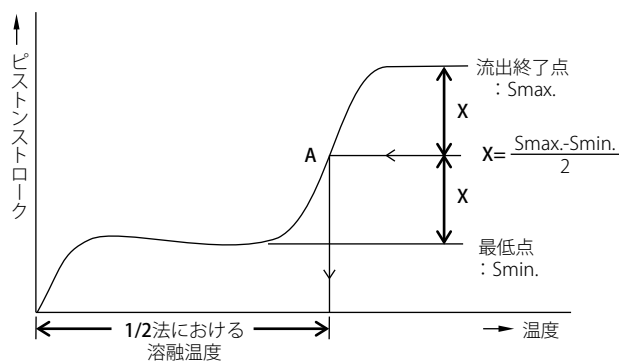


図4 1/2法における溶融温度の算出

図5に各樹脂の「ストローク-温度グラフ」の重ね書きを示します。青色で示されるPEと赤色で示されるPPを見ると、グラフの最後の点（試料の流れ終わり）の温度はいずれも約230℃となっていますが、流出開始する温度はPEの方が30℃ほど低い結果です。つまり、PEは流出開始後の曲線の傾きが小さくなっており、これは温度上昇に伴いゆっくりと粘度が低下することを示しています。このように、グラフの形状の違いによりそれぞれの試料の特性の違いがわかります。

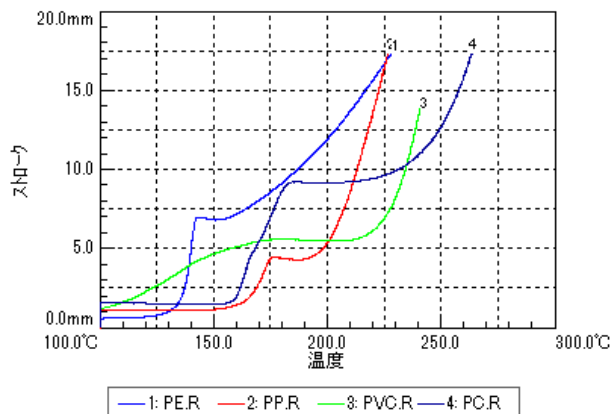


図5 ストローク-温度グラフ

昇温試験から得られる代表的な数値を表3に示します。いずれの温度、粘度も試料によって大きく異なることがわかります。

表3 試験結果

試料名	軟化温度 (°C)	流出開始温度 (°C)	1/2法温度 (°C)	1/2法粘度 (Pa.s)
PE	142.4	153.6	203.6	16,370
PP	175.6	187.2	215.6	5,716
PVC	175.3	208.2	234.4	6,138
PC	183.1	205.1	253.9	10,590

■まとめ

昇温法試験では、試料が軟化する温度や流出を開始する温度といった、試料の状態が変化する時の温度を測定することに加え、流出開始後はその温度における粘度を計算することができます。このように昇温法試験は、広い温度範囲における流動性の確認に非常に便利な測定です。一方、温度を上げながらの測定は、試料への熱伝導の遅れなどの影響があるため、正確な粘度を求める場合は定温法試験が適しています。