PBS/ナノクレイコンポジットの機械的特性評価

○日大生産工(院)小林 雅彦 日大生産工 邉 吾一

1. 緒言

一般的なプラスチックは半永久的に分解されずに残るため、埋立地の不足や自然環境中に残された廃材が動植物の生態に影響を及ぼしている.近年、地中等で分解性を有する生分解性樹脂が開発され注目を集めている.しかし、機械的特性が通常の樹脂より劣ることが問題となっている.この問題に対し、樹脂とナノ微粒子をコンパウンドさせたナノコンポジットが機械的特性を改善させる方法¹⁾として注目を集めている.

本研究では 2軸押出機を用いて各種条件で PBSとナノクレイをコンパウンドしてナノクレイコンポジットを作製し、コンパウンド条件がナノコンポジットの機械的特性に与える影響について報告する.

2. 実験

2.1 構成材料

母材にPBSペレット(昭和高分子, ビオノーレ #1020, 融点115℃, 密度1.26g/cm³, 粒径約 3mm)(Fig. 1-a)を用いた. ナノクレイには有機変 性モンモリロナイト(Southern Clay Products, Cloisite 10A, 密度1.90g/cm³)(Fig. 1-b)を用いた.





(a) PBS pellets

(b) nanoclay

Fig. 1 Biodegradable resin and nanoclay

2.2 溶融混練

コンパウンドには2軸押出機(テクノベル, KZW15TW-45MG, スクリュー径 φ 15mm, L/D=45)(Fig. 2)を用いて、PBSとナノクレイの溶融混練を行った. 作製したサンプル及びコンパウンド条件をTable 1に示す.

また、各工程の前にはペレットの予備乾燥を 真空乾燥機(ヤマト科学、ADP300) を用いて70°C、-0.1MPa、3h以上の条件で行った.



Fig. 2 Twin screw extruder

Evaluation of Mechanical Properties of PBS/Nanoclay Composites

Masahiko KOBAYASHI and Goichi BEN

Table 1 Condition of compounding

	temp.	screw rev.	number of
	(°C)	(rpm)	mixing time
sample A	150	100	1
sample B	150	200	1
sample C	150	300	1
sample D	130	300	1
sample E	200	300	1
sample F	130	300	2
sample G	130	300	3

2.3 物性評価試料の作成

2.2項で得られた各ペレットを予備乾燥の後, 射出成形機(住友重機械, SE75DUZ-C250、スクリュー径φ36mm) (Fig. 3)を用いて射出成形により厚さ4mmのダンベル型試験片(JIS K7162 1A形)を得た.金型形状をFig. 4に示す.成形条件はノズル温度150℃,射出圧120MPaである.



Fig. 3 Injection machine

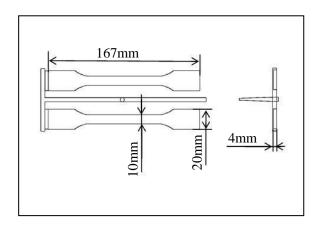


Fig. 4 Shape of cavity

2.3 X線顕微検査

ナノクレイのPBS中の分散をX線顕微検査装置(東研, TUX-3200)を用いて観察した. 試験 条件は管電圧40kV,管電流200μAで行った.

2.4 X線回折試験

ナノクレイのPBS中の層剥離をJIS K0131, X 線回折分析通則に準じて, X線回折試験にて測定した. 試験機はX線回折装置(リガク, RINT2100)を用いた. 試料には粉体状のナノクレイ及び2.3項で作成した試料を適当な大きさに切り出して用いた. 試験条件は管電圧40kV, 管電流20mA, 対陰極にCu-K α (λ =0.154056nm), 走査ステップ0.004°, 走査速度1°/min, 走査範囲20=2 \sim 10°で行った. 得られた測定波形は解析ソフト(JADE ver5.0)でスムージングを施した. 層間距離dを測定された回折強度極大の回折角 θ を用いて式(1)により求めた.

$$2d \cdot \sin \theta = \lambda \tag{1}$$

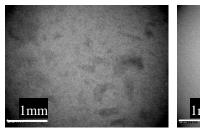
2.5 引張試験

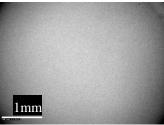
JIS K7161プラスチック-引張特性の試験方法に準拠して、室温にて引張試験を行った. 試験機はオートグラフ(島津製作所、AG-1)を用いた. ひずみの測定には伸び計を使用した. 試験条件は試験速度2mm/min、試験片は2.3項で得られたダンベル型試験片を使用し、引張強さ及び弾性率の測定用にそれぞれ5本用意した.

3. 結果と考察

3.1 X線顕微検査結果

Fig. 5にPBS/ナノクレイコンポジットのX線像を示す. Fig. 5-(a)は分散が悪い例を一例として示す. Fig. 5-(b)はサンプルGである. サンプルA~GでいずれもFig. 5-(b)と同様なX線像が観察され,良好なナノクレイの分散が確認された.





(a) case of bad dispersion(b) case of good dispersionFig. 5 X ray photos of PBS/nanoclay composites

3.2 X線回折試験(XRD)結果

Fig. 6にXRDパターンを、Table2にXRD測定結果をそれぞれ示す。いずれのナノコンポジットもXRDピークは低角度側へ移動し、ピーク強度も弱化した。これはナノクレイの層間にPBSポリマーが挿入したことによる層間距離の拡大を示す。このことより溶融混練法によって層間挿入型ナノコンポジットを得られたことが確認された。

コンパウンド条件の回転数による違い(サンプルA,B,C),温度による違い(サンプルC,D,E),コンパウンド回数による違い(サンプルD,F,G)いずれも層間距離の拡大に差は見られなかった.

Table 2 XRD results

	XRD peak position	Interlayer
	2θ(°)	space (nm)
nanoclay	4.48	1.97
PBS	-	-
sample A	4.06	2.17
sample B	4.04	2.19
sample C	4.04	2.19
sample D	4.06	2.17
sample E	4.04	2.19
sample F	4.12	2.14
sample G	4.04	2.19

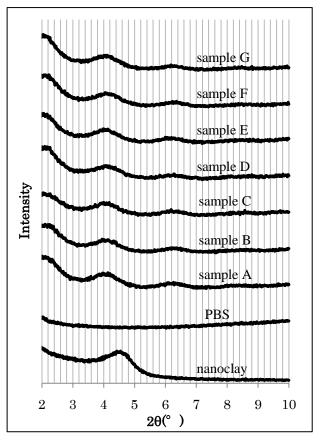


Fig. 6 XRD patterns

3.3 引張試験結果

回転数による違い(サンプルA,B,C) をFig. 7に示す。引張強さはPBSに対して4%低下の差で収まり、高回転で若干の引張強さ向上が見られた。

温度による違い (サンプルC,D,E) をFig. 8に示す。150[°]C以上で引張強さの低下が見られた。これは熱の影響で母材のPBSが劣化したためと思われる。

コンパウンド回数による違い (サンプルD,F,G) をFig. 9に示す. 回数が増えるにつれ引張強さが向上した. これは, よりナノクレイの分散が進んだためと思われる.

コンパウンド条件が特性に与える影響は大きくなかったものの、傾向としてコンパウンドの際、せん断力がかかる条件(低温・高回転)で引張強さが向上するとが分かった。また、いずれのケースでもナノコンポジット化により弾性率向上(約50%)および破断ひずみの減少(約85%)(Fig. 10)が見られた。

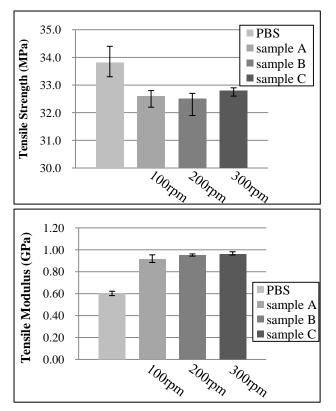
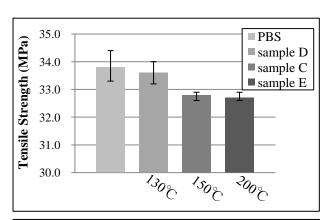


Fig. 7 Difference of tensile properties by screw revolution



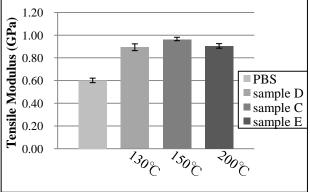
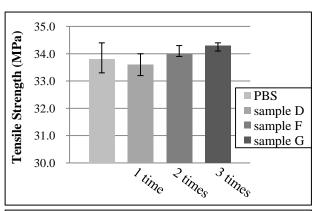


Fig. 8 Difference of tensile properties by compounding temperature



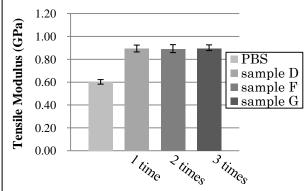


Fig. 9 Difference of tensile properties by number of mixing time

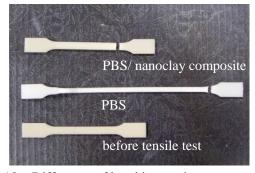


Fig. 10 Difference of breaking strain

4. 結言

溶融混練法により層間挿入型ナノコンポジットが得られた.ナノクレイの添加(3wt%)により高剛性化(50%増),破断ひずみの低下(85%減)が見られ,本研究のポリマーとクレイの組み合わせではコンパウンド条件の機械的特性に与える影響は少なかった.

「参考文献」

1) J. Li and G. Ben, "Fabrication of PBS/nanoclay composites", JCOM-37講演論文集, (2008), pp.158-161.