

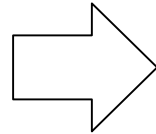
# 非晶性樹脂発泡体の内部構造に 及ぼす界面活性剤の効果

山形大学・院 ○川守田祥介、杉本昌隆、谷口貴志、小山清人

# 背景1

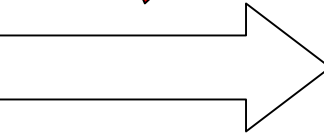
## 発泡製品

- ・衝撃性・断熱性・防音性
- ・防湿性・浮揚性・衛生性



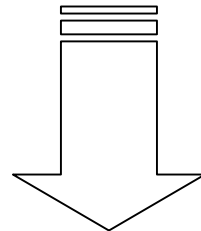
様々な分野で使用されてる

- ・緩衝材・保冷材・建材・食品容器



気泡を導入

機械的強度の低下



そこで……

マイクロセルラープラスチック

## 背景2

マイクロセルラープラスチックとは……

気泡径  $0.1 \sim 10\mu\text{m}$  気泡密度  $10^9 \sim 10^{15} \text{ cells/cm}^3$

- 機械強度の低下を抑える
  - 電気特性
  - 光特性
  - 熱特性
- etc

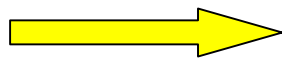
気泡を微細にすることで新規特性が期待できる

添加剤を入れる

ガラスビーズ

フィラー

モンモリロナイト etc



気泡径が低下  
気泡密度が向上

# 背景3

## 発泡剤としての超臨界CO<sub>2</sub>の特徴

- 樹脂にすばやく溶解、拡散
- 優れた可塑化能力
- 気泡の微細化
- 発泡製品中に残留しない
- 不燃、無臭、クリーン
- 低コスト

二酸化炭素の含浸量  $\rightarrow$  PEとカルボニル基を持つPLAでは  
PLAの方が5倍近く多い

二酸化炭素とカルボニル基の相互作用により  
含浸量が**増加**する

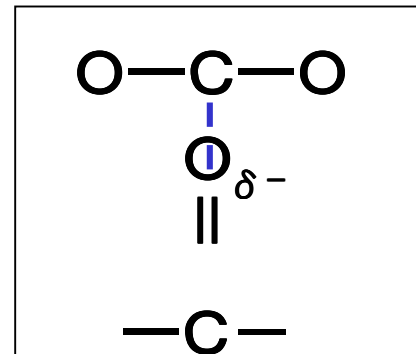


Fig.1 Scheme of soaking condition

## 背景3

ミセルを導入することで内部構造に影響について  
近年検討されている

ガラスビーズやタルクなどよりも  
小さい気泡核剤として期待

カルボニル基を持ち、ミセルを作る可能性のある

非イオン系界面活性剤に注目

# 目的

添加剤として界面活性剤を取り上げて、  
添加することで内部構造へ与える影響  
について検討する

# 試料

## 樹脂

- ・PMMA

(旭化成ケミカルズ(株) デルペットN60  
MFR 8.0g/10min [200°C 49N])

## 添加剤

- ・ステアリン酸グリセル

(日本エマルジョン(株) E-GMS-50)

- ・ステアリン酸 (関東化成(株))

# 試料の作成方法

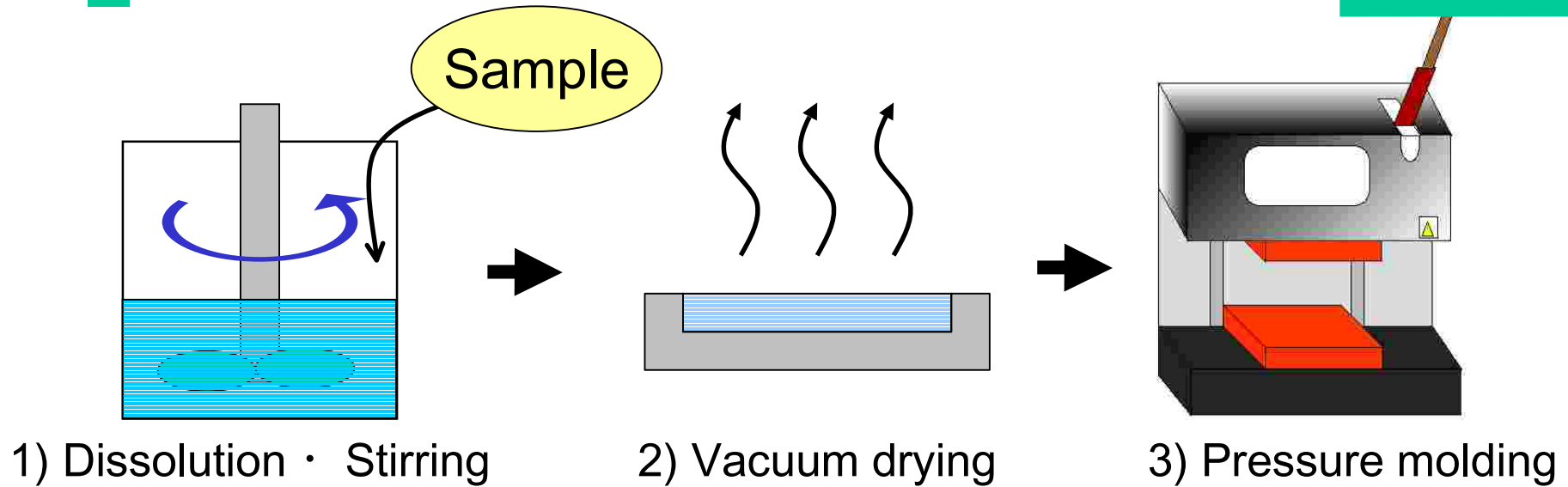


Fig.2 Creation procedure

Table.1 Creation condition

Stirring time (h)	6
Stirring temperature (°C)	80
Vacuum drying time (day)	7
Vacuum drying temperature (°C)	110



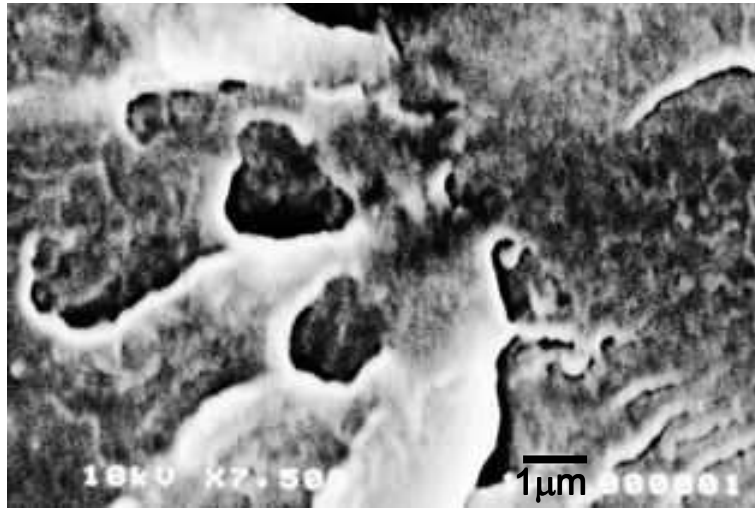
# 実験1 未発泡試料の観察

試料..... PMMA+ステアリン酸グリセリル  
(添加量：0, 0.5, 3wt%)  
PMMA+ステアリン酸  
(添加量：1wt%)

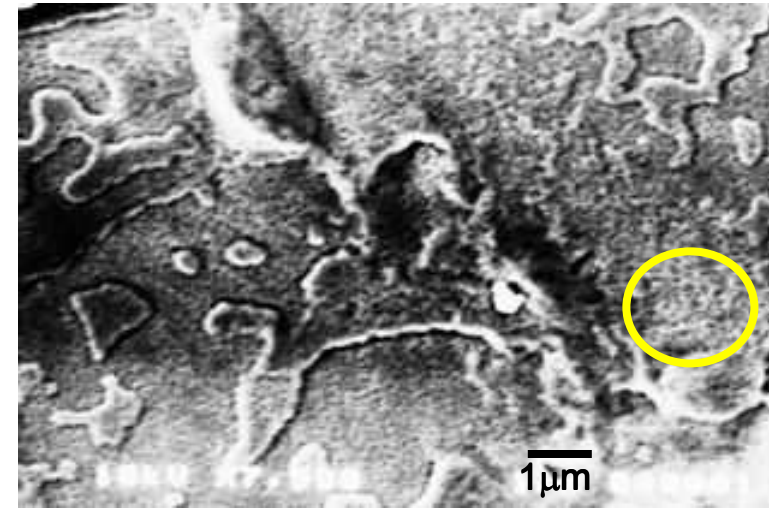
エッチング条件..... 水  
温度 80°C  
時間 2時間

## SEMによる構造の観察

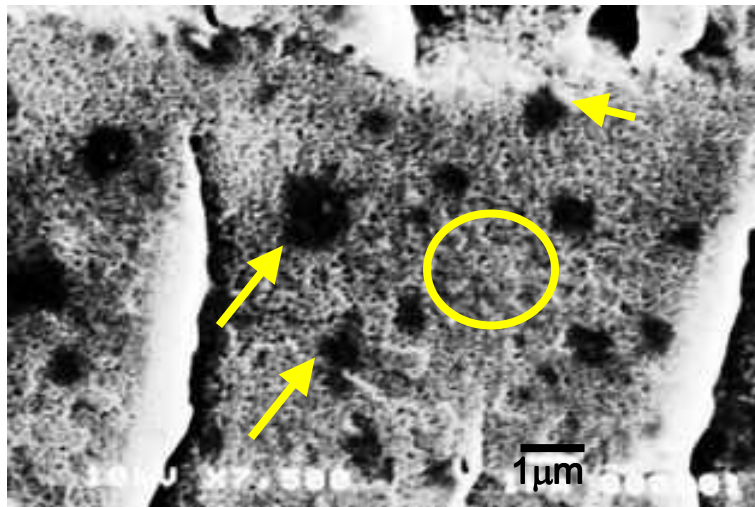
# 実験1 結果



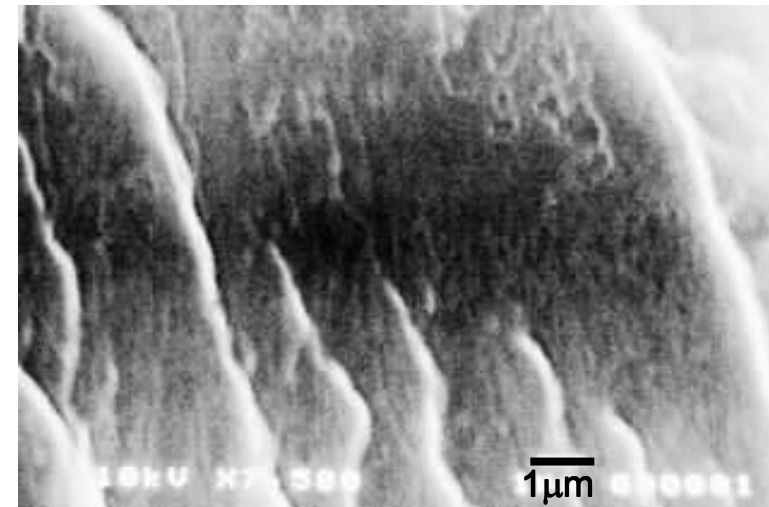
1) Glyceryl stearate 0wt%



2) Glyceryl stearate 0.5wt%



3) Glyceryl stearate 3wt%



4) Stearic acid 1wt%

Fig.3 SEM micrographs of unfoamed structure.

## 実験2 含浸量測定

試料..... PMMA+ステアリン酸グリセリル  
(添加量: 0, 0.5, 3 wt%)

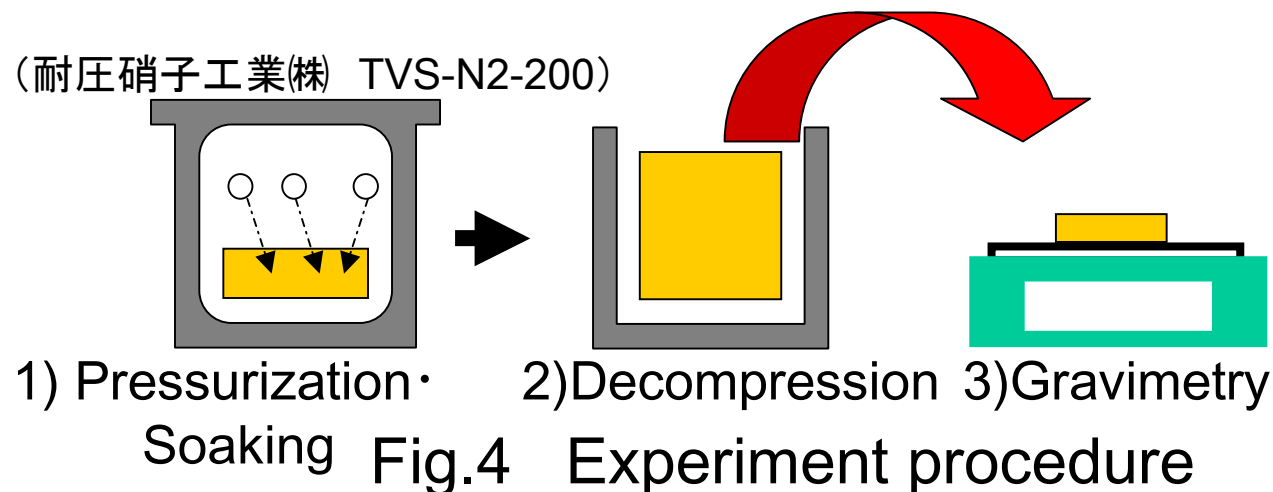
発泡剤..... 二酸化炭素

条件..... 圧力 8MP

温度 25°C

時間 8時間

形状  $\phi 20 \times 0.5$  ( mm )



# 実験2 結果

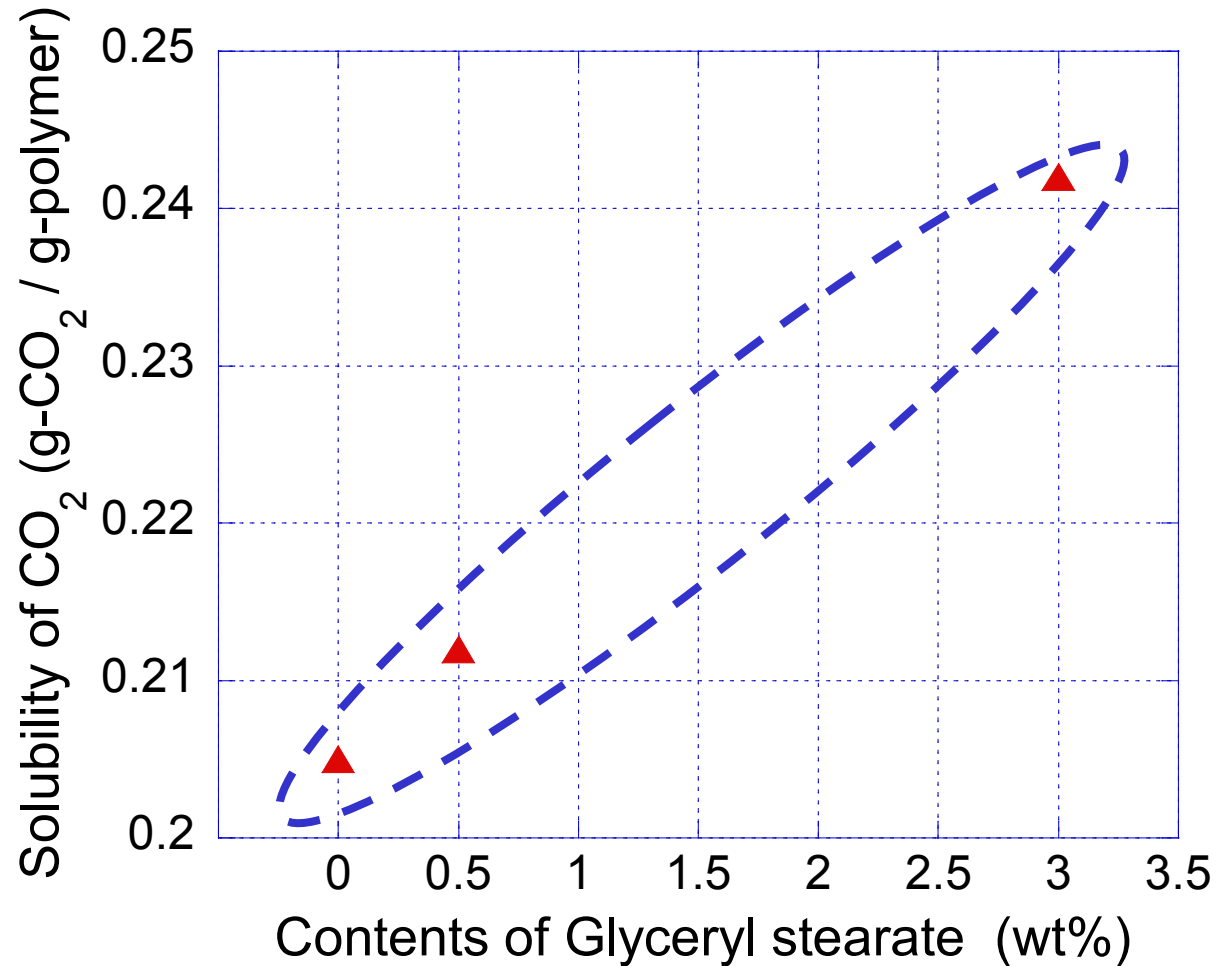


Fig.5 Effect of Contents on Solubility

含浸増加作用がある

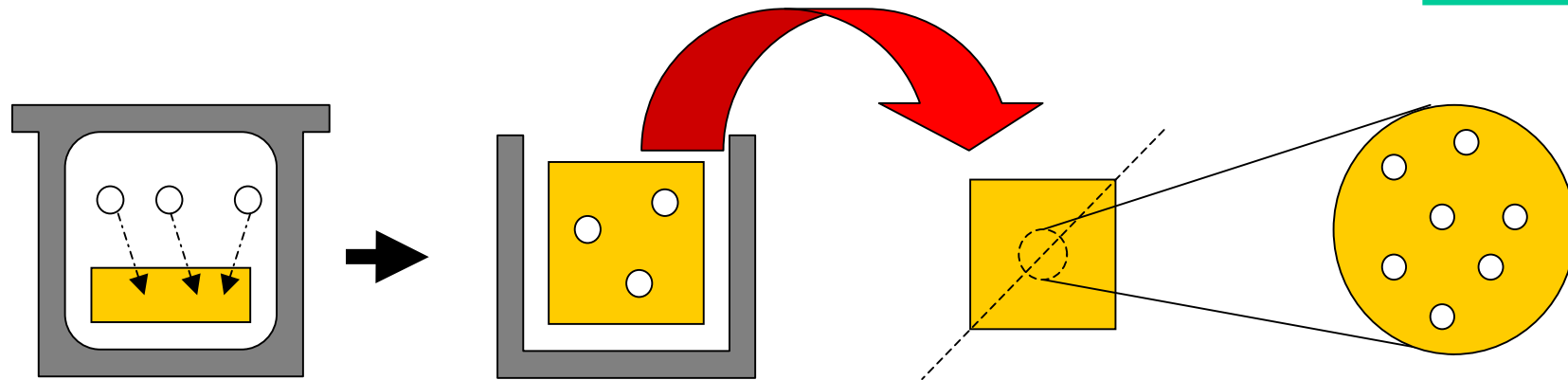
# 実験3 発泡実験

試料..... PMMA+ステアリン酸グリセリル  
(添加量：0, 0.1, 0.5, 1, 10wt%)

PMMA+ステアリン酸  
(添加量：1wt%)

発泡剤..... 二酸化炭素

# 実験3 実験方法



1) Pressurization · Soaking

2) Decompression · Foaming

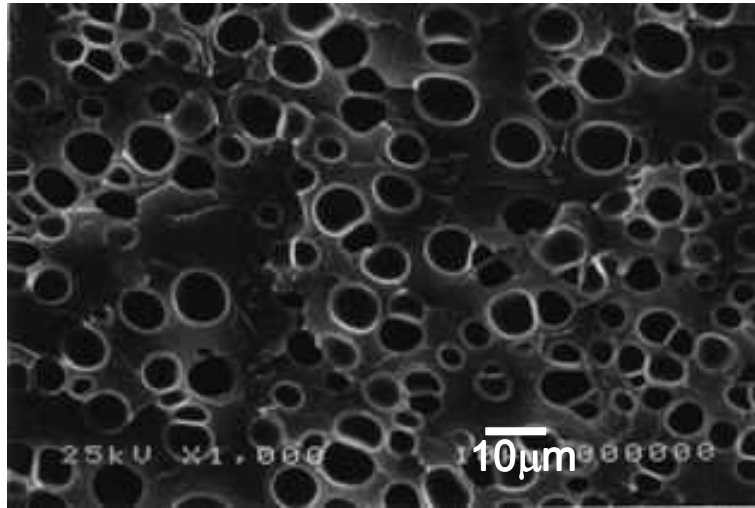
3) It observes a section in SEM after cooling.

Fig.6 Experiment procedure

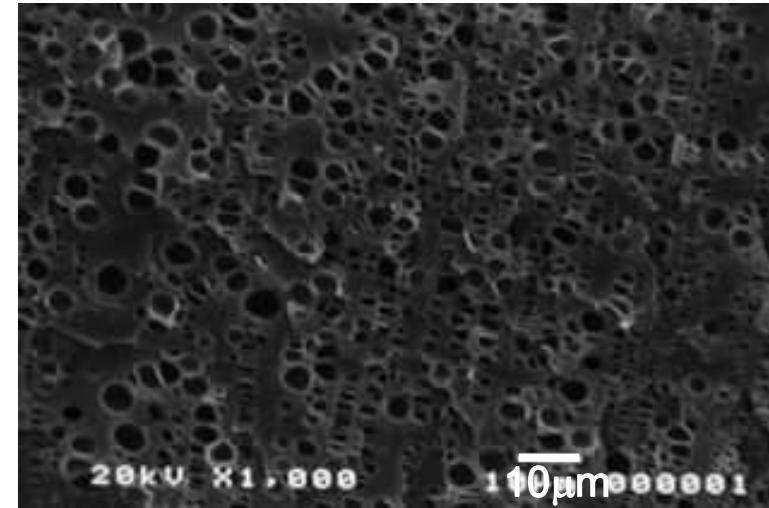
Table.2 Experimental condition

Soaking time ( h )	8
Soaking pressure ( MPa )	15
Foaming temperature ( °C )	50 , 65 , 80 , 95
Sample size ( mm )	$\phi 20 \times 0.5$

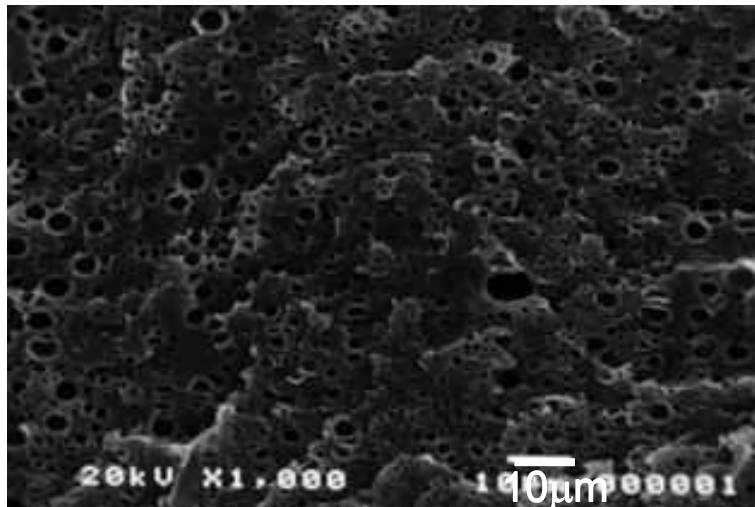
# 実験3 結果(1)発泡温度50°C



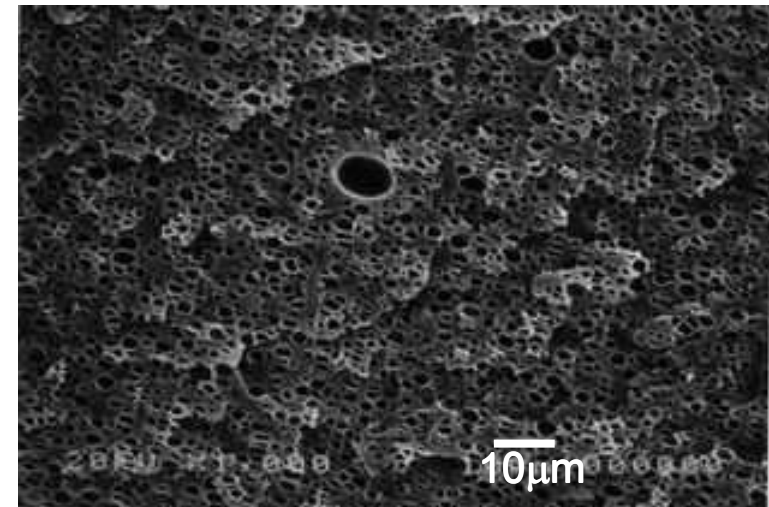
1) Glyceryl stearate 0wt%



2) Glyceryl stearate 0.1wt%



3) Glyceryl stearate 0.5wt%

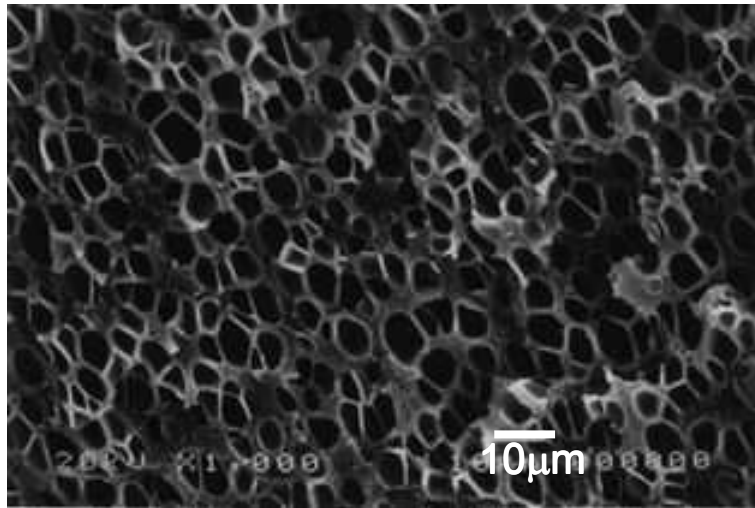


4) Glyceryl stearate 1wt%

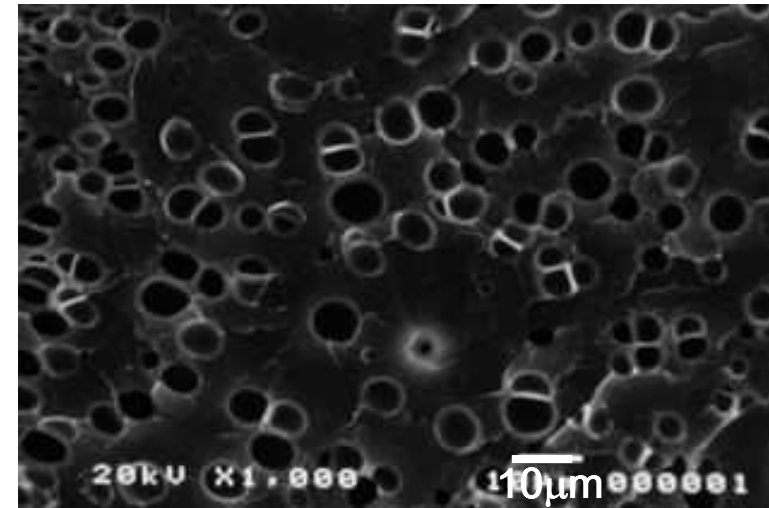
Fig.7 SEM micrographs of foamed structure.



# 実験3 結果(2)発泡温度50°C



5) Glycerol stearate 10wt%

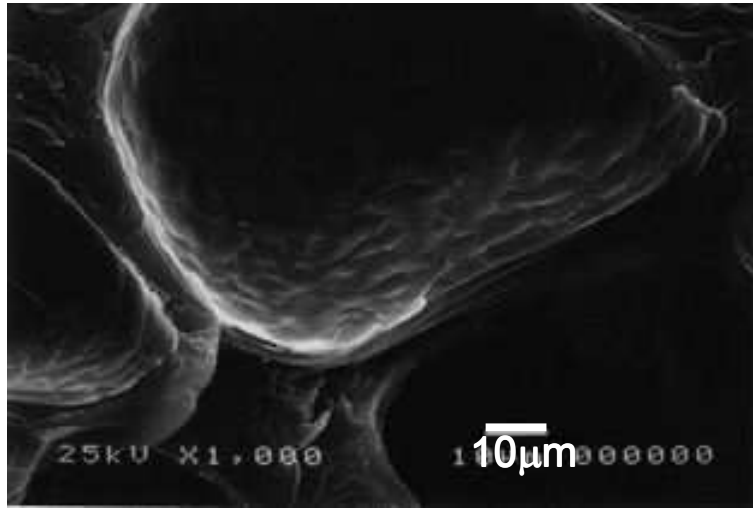


6) Stearic acid 1wt%

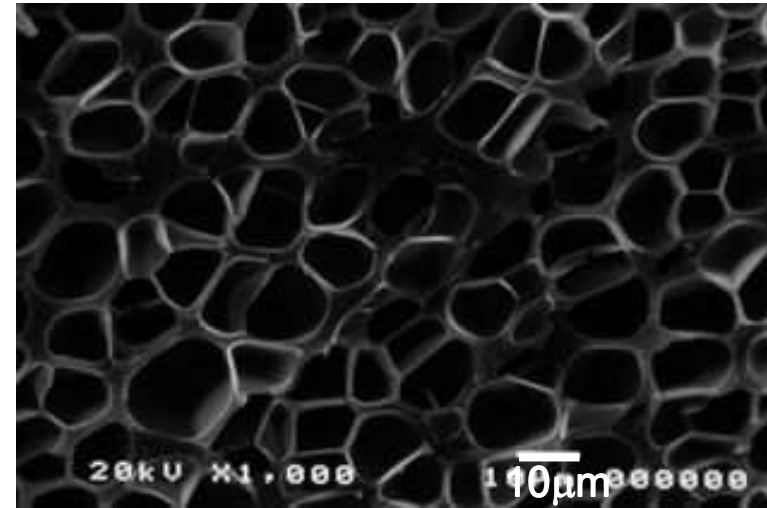
Fig.7 SEM micrographs of foamed structure.



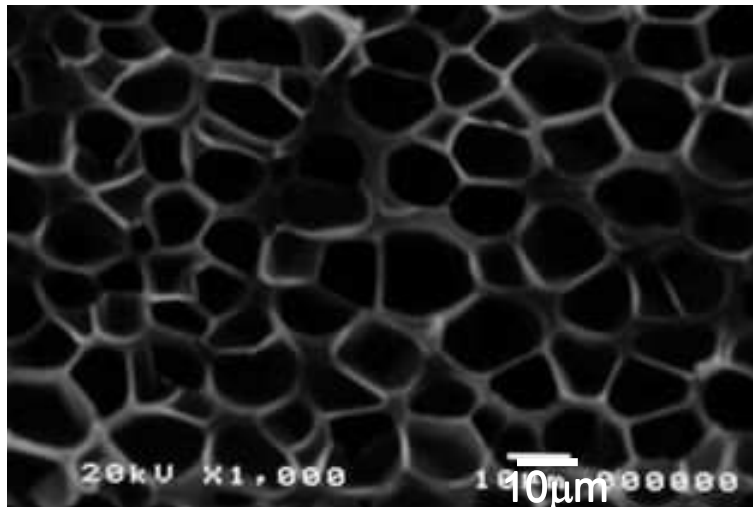
# 実験3 結果(3)発泡温度95°C



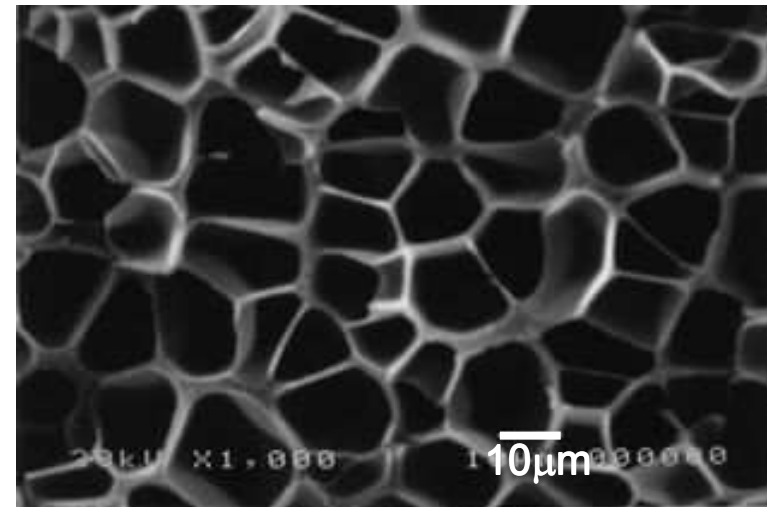
7) Glyceryl stearate 0wt%



8) Glyceryl stearate 0.1wt%



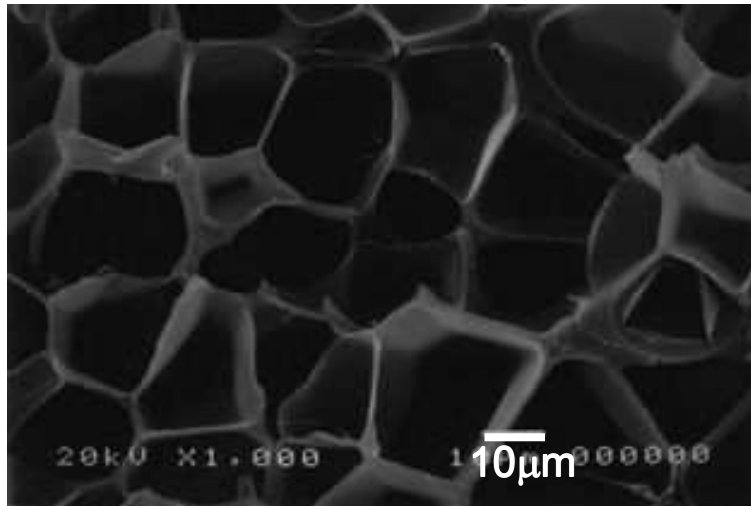
9) Glyceryl stearate 0.5wt%



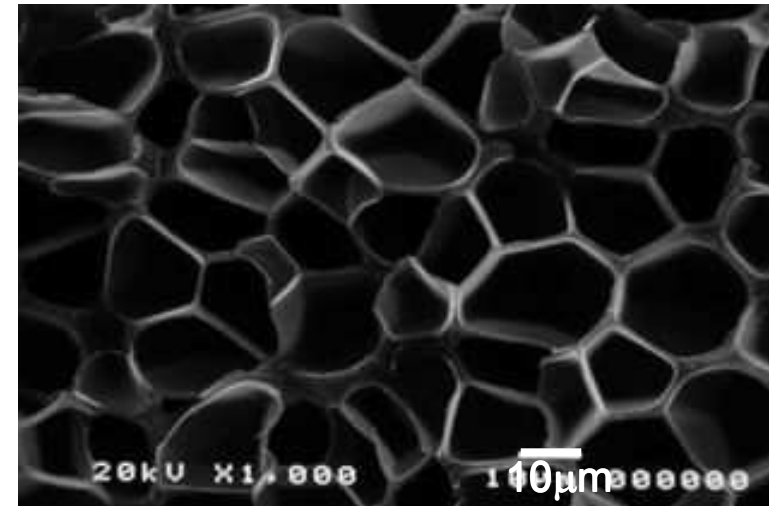
10) Glyceryl stearate 1wt%

Fig.7 SEM micrographs of foamed structure.

# 実験3 結果(6)発泡温度95°C



11) Glyceryl stearate 10wt%



12) Stearic acid 1wt%

Fig.7 SEM micrographs of foamed structure.

# 実験3 結果(7) 平均気泡径

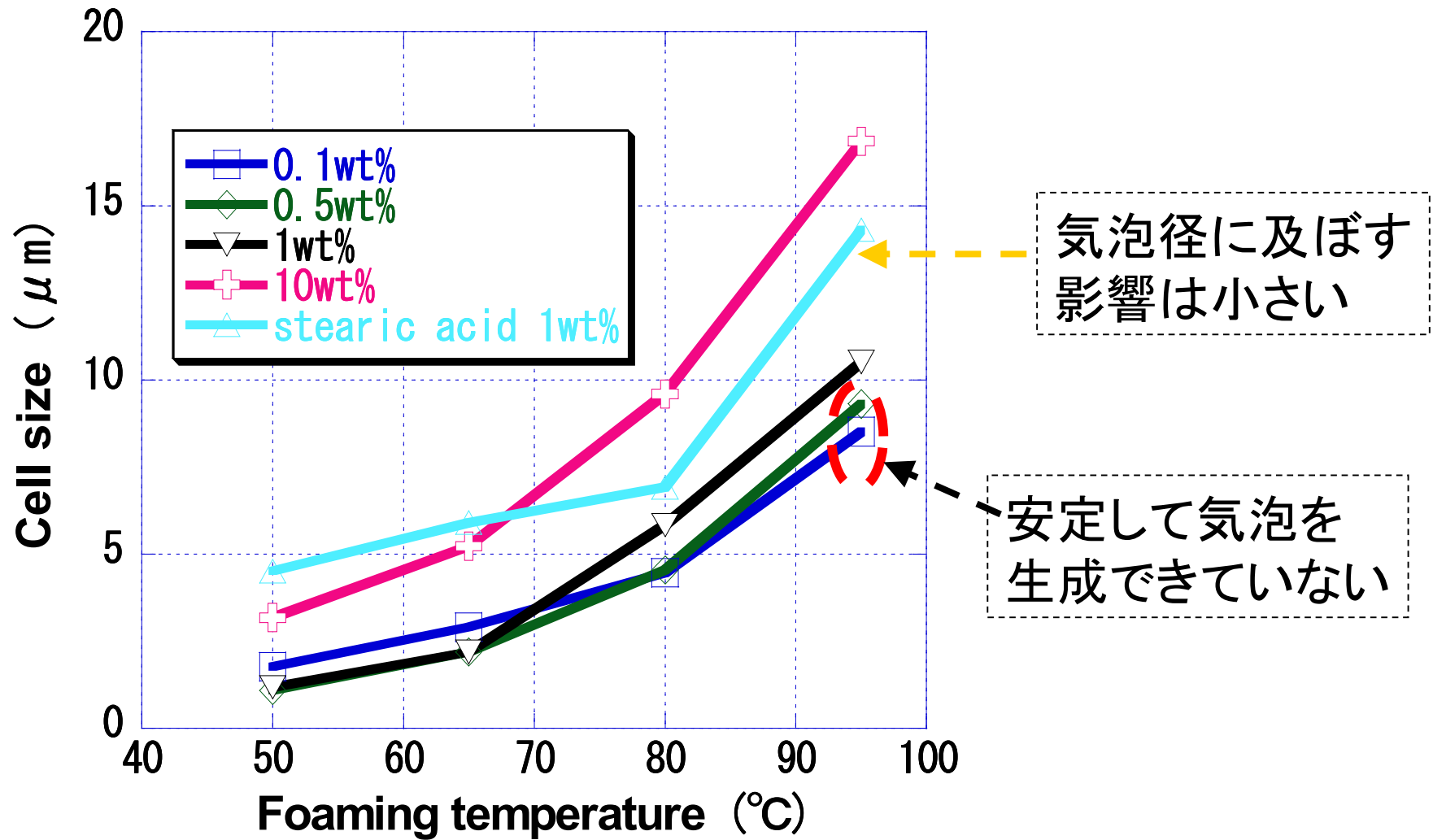


Fig.8 Effect of foaming temperature on cell size

# 実験3 結果(8)気泡密度

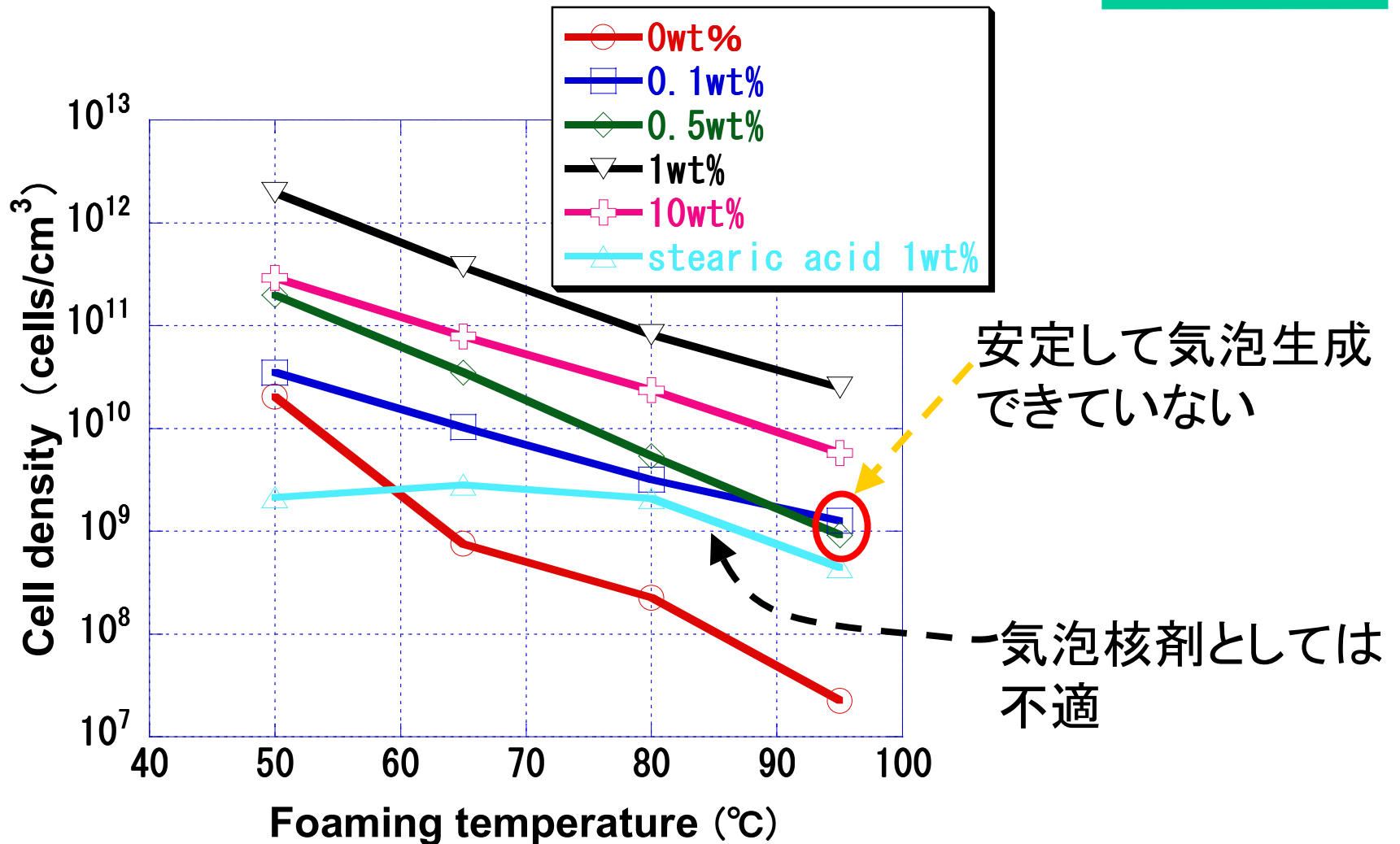


Fig.9 Effect of foaming temperature on cell density

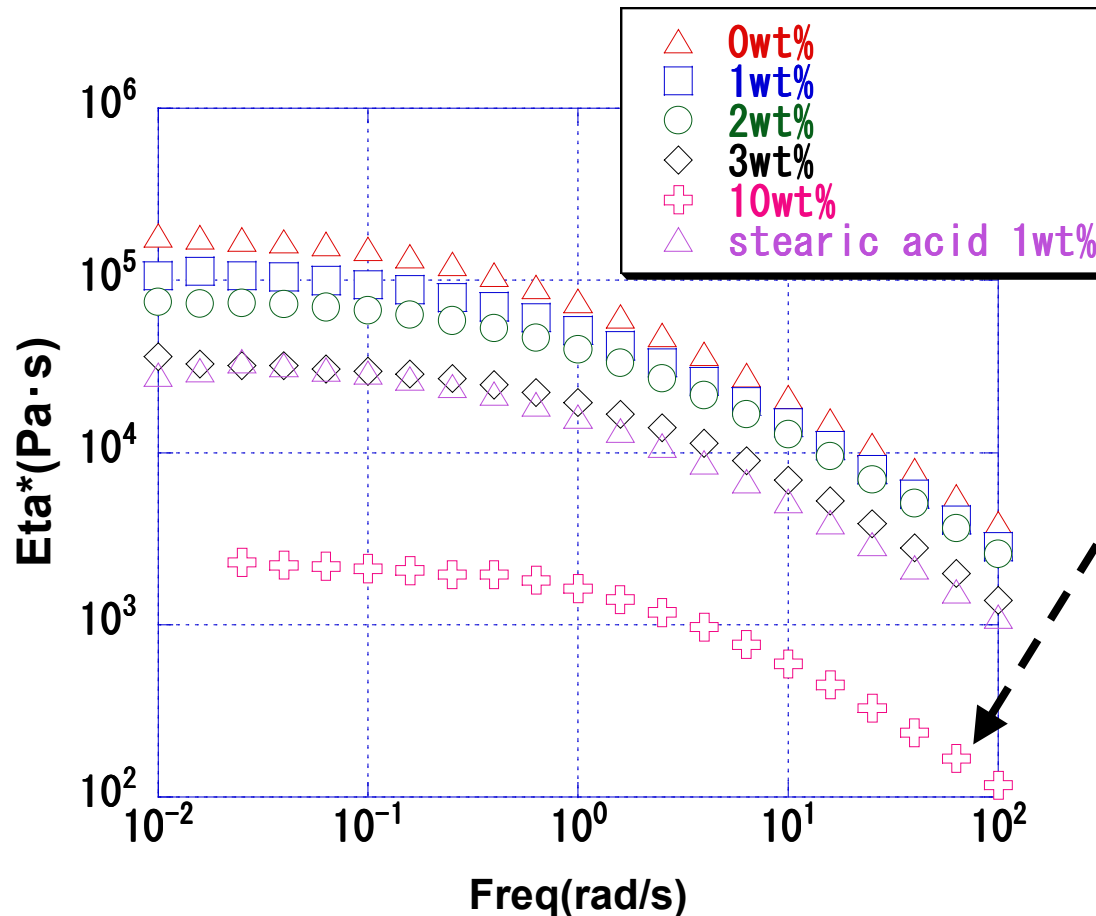
# 実験4 粘度測定

試料..... PMMA+ステアリン酸グリセリル  
(添加量：0, 1, 2, 3, 10wt%)  
PMMA+ステアリン酸  
(添加量：1wt%)

装置..... ARES (TA Instrument社製)

条件..... 温度 : 180°C  
周波数 : 0.01~100 rad/s

# 実験4 結果



低下している  
↓  
気泡の成長過程で  
合一が起き易く  
なっている

Fig.10 Effect of frequency on viscosity

# 結論・まとめ

1. ステアリン酸グリセリルは、添加することで内部にごく小さな凝集体をつくる。
2. ステアリン酸グリセリルを添加することで、 $\text{CO}_2$ の含浸量が増加する
3. ステアリン酸グリセリルを添加剤として用いた場合、平均気泡径は減少し、気泡密度は増加した。
4. 過剰に添加すると粘度が落ちすぎるため、気泡核剤としての効果が薄れる
5. ステアリン酸は気泡核剤としては有用ではない