

# 複屈折を用いた平面伸長粘度測定装置の開発

## Development of Planar Elongational Rheometer for Birefringence

(山形大工) (学) 山口真也、(正) 西岡昭博、(正) 杉本昌隆、(正) 谷口貴志、  
(正) 小山清人、(長岡技術大)(正) 高橋勉

It is useful for film processing to investigate planar elongational property because it is fundamental deformation for film processing. We report about development of new planar elongational rheometer. In this rheometer, planar elongational viscosity can be measured by stagnation flow and we can obtain planar elongational viscosity by birefringence under stagnation flow. Measurement technique has already reported by Nishioka et al. But this method is difficult to measure in case of low viscosity. New planar elongational rheometer is possible to measure planar elongational viscosity even for low viscosity material.

We compare planar elongational viscosity between lubricated squeezing rheometer and new planar elongational rheometer.

Keywords: Rheology, Planar elongation, Birefringence, Stagnation flow,

### 1. 緒言

フィルム成形やブロー成形などに支配的な変形様式として平面伸長がある。フィルム成形においては、延伸中のフィルムの端部が一軸伸長、中央部が平面伸長をしているということが分かっている。ブロー成形においては、パリソンの膨張などがある。材料の成形性評価の方法としては、一軸伸長特性から得ることが多く、研究報告もされている。しかし、平面伸長は、測定の困難さから、測定方法が、確立しておらず、報告例もほとんどない。以前、西岡ら<sup>(1)</sup>が、高粘度材料において測定可能な平面伸長測定装置を開発した。様々な材料における成形性を評価するには、低粘度でも測定可能な装置の開発が望まれる。今回、長岡技術科学大学、高橋勉助教授との共同研究により開発した低粘度材料でも測定可能な平面伸長粘度測定装置について報告する。

Shinya YAMAGUCHI\*, Akihiro NISHIOKA,  
Masataka SUGIMOTO, Takashi TANIGUCHI,  
Kiyohito KOYAMA and Tsutomu TAKAHASHI\*\*

Department of Polymer Science and Engineering,  
Yamagata University, \*3-4-16, Jonan, Yonezawa,  
Yamagata, JAPAN, 992-8510

TEL: 0238-26-3058, FAX: 0238-26-3411

Email:yamaguchi@ckpss.yz.yamagata-u.ac.jp

\*\*Nagaoka University of Technology, 1603-1  
Kamitomiokamachi, Nagaoka, Niigata, JAPAN,  
940-2188

TEL: 0258-47-9728, FAX: 0258-47-9770

Email:ttaka@vos.nagaokaut.ac.jp

### 2. 実験

#### 2.1 試料

試料として低密度ポリエチレン(以下 LDPE) [MFR=0.5(g/10min) Mw=111,000 Mw/Mn=4.8]を用いて測定を行った。

#### 2.2 測定

##### 2.2.1 潤滑圧縮法による平面伸長粘度測定

本報告における実験装置は、アイエス技研製 BE-100 を使用し、面積一定法を用いて潤滑圧縮測定を行った。ジグとサンプルの間のせん断を防ぐために、潤滑材として信越化学製シリコンオイルを用いた。様々な粘度で試験実験を行った結果、100(Pa·s)を採用した。均一に伸長しているかを確認するために、伸長方向に対して垂直なマーキングをすることにより、測定後のサンプルが均一変形しているか確認した。

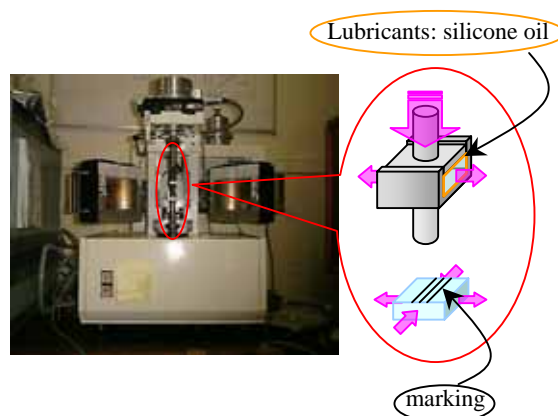


Fig.1 Schematic diagram of planar elongational rheometer

### 2.2.2 複屈折法による平面伸長粘度測定

本装置は、光学的手法による測定方法を用いた。潤滑圧縮法による平面伸長粘度測定装置のような伸長変形中の応力から流動特性を調べる方法は、機械的手法と呼ばれている。これに対し、流動に伴って生ずる光の変調を用いて流体の流動特性を明らかにする手法をオプティカル・レオメトリーと呼ぶ。この方法は複雑流体(高分子流体, 懸濁液, 液晶, 界面活性剤など)の微構造と流動特性の関連を調べるための手法として機械的手法とともに重要である。

測定原理は、平行平板スクイズ流路間にサンプルをセットし二平板間隔を変化させることにより、スタグネーションフローを発生させる。流路中心のよどみ線上に平面伸長流動を発生する。この線上にレーザーを照射し、流路と流動複屈折解析装置、レーザー変位計を組み合わせることにより、ポリマー溶融状態の流動複屈折、配向角、平板の変位を同時に測定できる装置を設計、製作する。

応力光学則を用いて、平面伸長粘度の測定を試みる。ひずみ制御型平面伸長粘度測定装置で得られた LDPE の伸長粘度と比較することにより、本装置の有効性を知る。

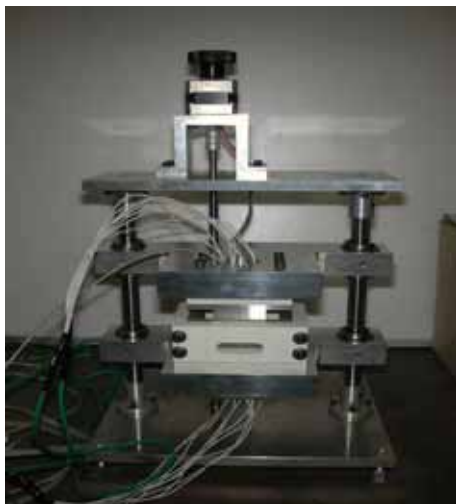


Fig.2 Planar elongational rheometer by birefringence method

### 3. 結果

Fig.3 にひずみ制御型平面伸長粘度装置を用いた測定後のサンプルの写真を示す。伸長後におけるサンプルのマーキングを確認した結果、ほぼ均一な平面伸長変形が得られていた。

Fig.4 にひずみ制御型平面伸長粘度測定装置を用いて測定された LDPE150 における伸長粘度を示す。せん断粘弾性測定により得られた複素粘度の 4 倍と平面伸長粘度の線形粘度が一致していることが確認された。Trouton 則に従うことがわかる。



Fig.3 Schematic photograph after planar elongation for LDPE

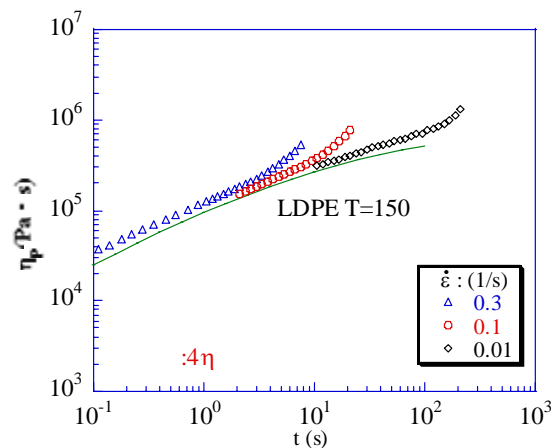


Fig.4 Planar elongational viscosity for LDPE

複屈折法による平面伸長粘度測定においては、二平板間を変化させたときよどみ線上に複屈折が測定された。互いの伸長粘度測定装置で得られたデータの比較については、当日報告する。

### 参考文献

- 1) A. Nishioka, Y. Masubuchi, J. Takimoto, K. Koyama, Measurement of Planar Elongational Viscosity and Stress Relaxation of Polymer Melts Using Lubricated Squeezing Method, Journal of Japan Society of Polymer Processing, 13(8), 563-570(2001)
- 2) Kato M, Takahashi T, Shirakashi M, Steady planar elongational viscosity of CTAB/NaSal aqueous solutions measured in a 4-roll mill flow cell, J SOC RHEOL JPN 30(5) 283-287(2002)