

# 複屈折を用いた平面伸長粘度測定

## Measurement of Planar Elongational Viscosity by 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)(協) 高橋勉

It is useful for film processing to investigate planar elongational property because it is fundamental deformation for film processing. But it is difficult to measure planar elongational viscosity due to obtain uniform deformations. Measurement technique has already reported by Nishioka et al. But this method is difficult to measure in case of low viscosity materials. We developed new planar elongational rheometer. It is possible to measure planar elongational viscosity even for low viscosity material. We can obtain planar elongational viscosity by measuring birefringence under stagnation flow. In this study, planar elongational viscosity for Polystyrene is investigated.

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報告されている<sup>(1)</sup>。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>(2)</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

試料としてポリスチレン [  $M_w=423000$ ,  $M_w/M_n=2.36$  ] を用いて測定を行った。試料の形状は  $20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 7\text{mm}$  である。本研究では応力光学係数として  $C=-4.7 \times 10^{-9}(\text{Pa}^{-1})$  を用いた<sup>(4)</sup>。

#### 2.2 測定

##### 2.2.1 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。西岡らが開発した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。

##### 2.2.2 測定方法

$20\text{mm} \times 20\text{mm}$  の平行平板スクイーズ流路間にサンプルをセットし平板間隔を変化させることで、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 He-Ne レーザー (632.8nm) を照射し、流路と流動複屈折解析装置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製作した。その装置を Fig.1 に示す。

式(1)に示す応力光学則により得られた複屈折により平面伸長応力を算出する。

$$\sigma(t) = n(t)/C \quad (1)$$

{  $\sigma(t)$ : 応力,  $n(t)$ : 複屈折,  $C$ : 応力光学係数 }  
式(2)より平面伸長粘度を得る。

$$\eta_p^+ = G(t)/\dot{\epsilon} \quad (2)$$

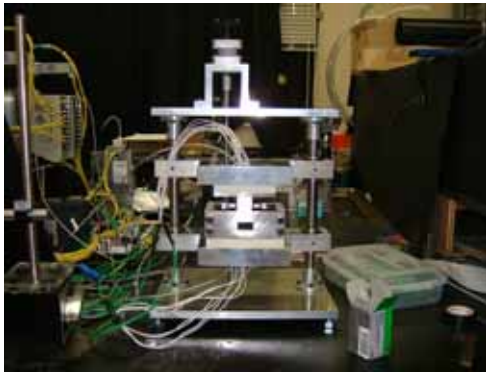


Fig.1 Planar elongational rheometer by birefringence method

### 3. 結果

Fig.2 に 200 におけるポリスチレンの流動複屈折を示す。

Fig.3 に Fig.2 の結果から応力光学則を用いて算出した平面伸長粘度を示す。4 と示した曲線はせん断粘弾性測定により得られた複素粘度を4倍したもので、これが平面伸長粘度と線形領域と等しくなると言われている(これを trouton 則と呼ぶ)。本研究より得られた結果と4 を比較すると小さな値となった。この原因として考えられるのは、応力光学係数の値の違いや、装置の光学測定における精度の問題があったのではないかと考えている。

応力光学係数は、同じ材料であっても、条件により様々な値が報告されている。今回用いた係数はトルートン比に最も近いものを採用した。それぞれの粘度曲線の傾きを確認したところ、ほぼ、良好に重なった。よって応力光学係数に関して、より検討する必要があると考えられる。

光学測定は、条件や設定に精度を要求される。その反面、機械的手法と比べると、非接触で測定できるため流動場に影響を与えない、瞬間的な変化も測定することが可能といった利点がある。よって、精度向上のために条件等をより検討をしていく必要がある。

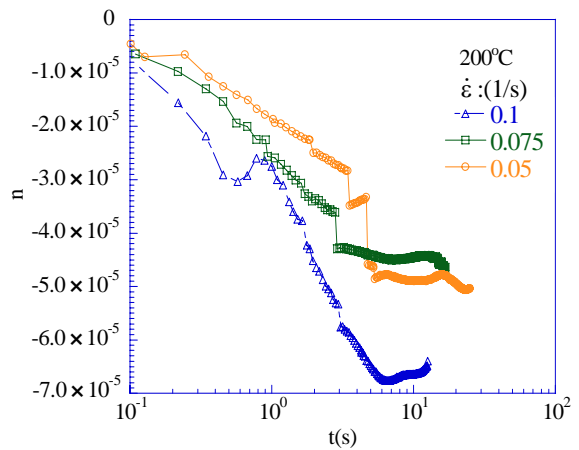


Fig.2 Birefringence of planar elongation for polystyrene at 200°C

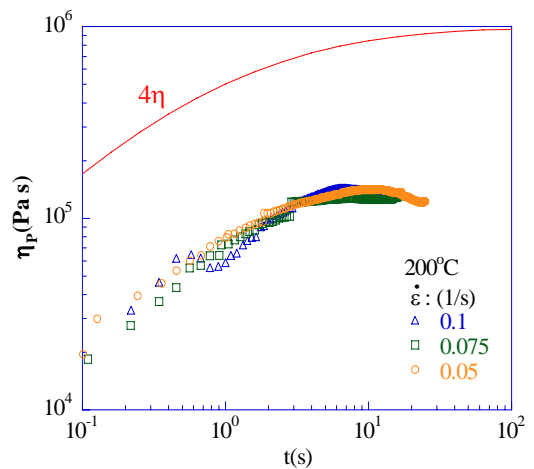


Fig.3 Planar elongational viscosity for polystyrene at 200°C

### 参考文献

- 1) H. Ito, M. Doi, T. Isaki, M. Takeo, Journal of the Society of Rheology Japan 31 (3): 157-163 2003
- 2) A. Nishioka, Y. Masubuchi, J. Takimoto, K. Koyama, Journal of Japan Society of Polymer Processing, 13(8), 563-570(2001)
- 3) Kato M, Takahashi T, Shirakashi M, Journal of the Society of Rheology Japan 30(5) 283-287(2002)
- 4) Inoue, Tadashi; Kuwada, Shozo; Ryu, Deug-Soo; Osaki, Kunihiro, Polymer Japan, 30, 11, 929-934(1998)