

ガラスビーズを充填したPS溶融体のLAOS挙動

山形大院理工 岩澤文也、菊地康司、杉本昌隆、谷口貴志、小山清人

LAOS behavior of PS melt filled with glass bead.

F. Iwasawa, K. Kikuchi, M. Sugimoto, T. Taniguchi and K. Koyama
Graduate School of Science and Engineering, Yamagata University.

ABSTRACT: We researched LAOS behavior of the molten polystyrene with glass beads. We used Fourier transform for LAOS behavior and got third mode peak that is non-linearity. We observed the third mode peak of the pure polystyrene (PS) and the glass bead filled polystyrene (PSGB). But there was no difference between PS and PSGB.

1. はじめに

一般的に行われている動的粘弾性測定は正弦的な微小ひずみを印加し、その際の応力応答からレオロジー特性を測定している。しかし高分子製品の製造過程において、高分子溶融体に印加されるひずみ、ひずみ速度共に大きい。従って高分子製品の製造過程を制御するためには、大ひずみが印加される際の非線形レオロジー特性を調べることが重要である。

非線形レオロジー特性を測定する方法の一つに、大変形のせん断を印加する大振幅振動せん断 (Large Amplitude Oscillatory Shear flow, 以下 LAOS) 測定がある。この測定はひずみ 100% ~ 1000% 程度の大きなひずみを印加し、その際の応力応答からレオロジー特性を評価する測定方法である。現在までの LAOS 測定の研究は高分子溶液系で多くの報告がなされている^[1]。しかし、高分子溶融体を対象とした報告は多くはない。

また、製品の製造過程において高分子溶融体に充填剤を加えることで物性の向上が図られている。その際、非線形レオロジー特性に変化を引き起こすことがある。例えば、伸長変形の非線形レ

オロジー特性を測定する一軸伸長粘度測定がある。伸長変形での非線形(レオロジー)特性であるひずみ硬化性はタルクなどを充填することで失われることが報告されている^[2]。このひずみ硬化性は、フィルムやブロー成形に有用であることが分かっている。しかし、これまでに大せん断を印加した際の非線形レオロジー特性は充填剤を加えた試料では詳細に調査されておらず、不明な点が多い。そのため、本研究では充填剤を充填し、高分子溶融体の LAOS 挙動に対してどのような影響を与えるか、調べることを目的とした。

2. 実験

実験に使用した試料はポリスチレン ($M_w=200,000\text{g/mol}$, $M_w/M_n=2.2$, PS ジャパン社製, 以下 PS) と、PS にガラスビーズ(ポッターズ・パロティーニ社製, 平均粒径=10 μm , 粒径範囲=2 ~ 20 μm) を 10 ~ 30wt% 混練した試料を用いた。混練は溶融混練法を用いた。充填量に応じて試料を PS、PSGB10、PSGB20、PSGB30 とした。

それぞれの試料に対して動的粘弾性測定装置 (ARES, TA Instrument 社製) を用いて動的粘弾性測定と LAOS 測定を行った。動的粘弾性測定は 140 ~ 240 で行った。LAOS 測定は温度 180、周波数 1rad/s、ひずみ振幅 10% ~ 1000% で行った。測定の際にデータロガーを用いて応力の電圧値を直接記録し、得られた応力の波形をフーリエ変換によって解析した。

3. 結果

Fig.1 にLAOS測定時の貯蔵弾性率を線形領域の貯蔵弾性率で規格化したものを示した。各試料とも印加したひずみが50%程度から貯蔵弾性率の減少が見られた。Fig.2 にLAOS測定の例として、PSGB30 のひずみが 158% ~ 1000%の応力応答波形を示す。ひずみの増加に伴い応力応答の波形が正弦波から”Forward”と呼ばれる波形に変化している事を確認できる。Forwardとは正弦波と比べ応力のピークが左に傾いている波形である。他のPS、PSGB10、PSGB20でも同様にForwardの波形となることが確認できた。しかし、波形のみでは各試料の差を定量的に判別できないため、LAOS測定で得られた応力応答の波形をフーリエ変換し、定量的な解析を行った。フーリエ変換は応力の周期波形を基底関数の和で表し、基底関数の係数である強度を求めることができる。第1モードの強度を I_1 、第3モードの強度を I_3 と表す。 I_3 は非線形性の強度を表し、 I_3/I_1 と規格して評価した。Fig.3 に I_3/I_1 をひずみに対してプロットした図を示す。Fig.3 から全ての試料において、非線形性の強度がひずみの増加に伴い上昇していることを確認した。しかし、ガラスビーズの充填量による有意差は確認することができなかった。

4. まとめ

PS単体とPSにガラスビーズを充填した全ての試料において印加するひずみを増加させることで非線形性が発現した。この非線形性をフーリエ変換によって解析した結果、ガラスビーズ充填による有意差を確認することは出来なかった。

5. 参考文献

- [1] T. Neidhöfer et al, *J. Rheol.* **47**(6), pp.1351-1371 (2003).
- [2] T. Takahashi et al, *SEN'I GAKKAISHI* **56**(10), pp.538-543 (1998)

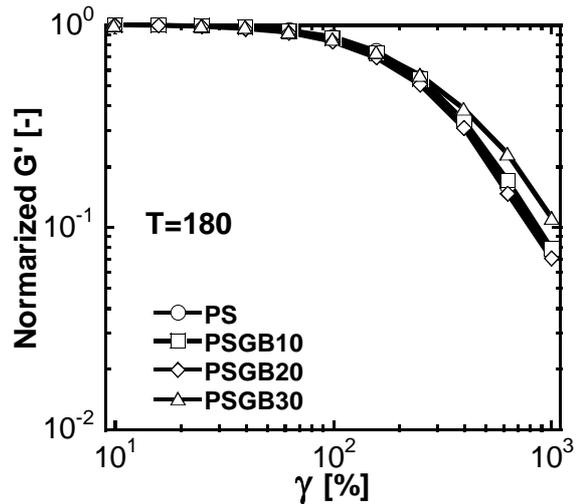


Fig.1 Strain sweep test for PS, PSGB10, PSGB20 and PSGB30 at the temperature 180 .

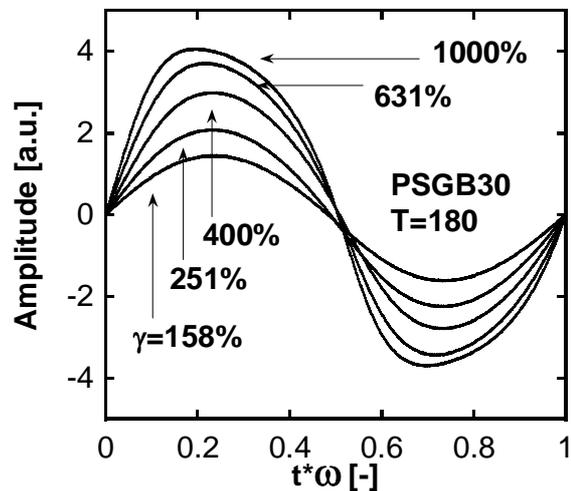


Fig.2 LAOS measurements for PSGB30 under oscillatory shears with various strains.

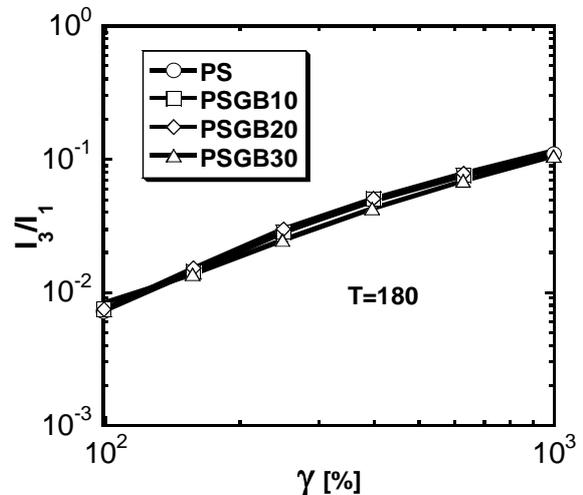


Fig.3 Ratios of intensities I_3/I_1 as a function of strain for PS, PSGB10, PSGB20 and PSGB30.