

## 二軸延伸評価機の開発とポリプロピレンの二軸延伸性評価への応用

### Development of Biaxial Stretching test machine and evaluation of stretchability of polypropylene films

(エトー(株))○(正)江越頭太郎、(KT Polymer)(正)金井俊孝、  
(出光興産(株))(正)武部智明、(協)藤井望、(金沢大)(正)田村和弘、(正)多田薫

The evaluation method for a biaxially oriented film using in-situ measurement during the stretching process was developed. It can obtain basic data such as stress-strain curve, birefringence, light scattering, three-dimensional refractive indexes and birefringence distribution. This machine was applied to various polypropylene blend samples.

As a result of the measurement, the stretching stress of stress-strain increased with increasing the pre-heating time. It means that most optimum pre-heating time existed for good biaxial oriented film. Furthermore, various low tacticity polypropylene were blended to the stretching polypropylene grade. It was found that the blend which has a low MD stress-strain and a high TD stress-strain buildup value has the potential of the small standard deviation of the retardation which means good film thickness uniformity. From the experimental results, various polypropylene blends were evaluated during the stretching process under the optimum preheating time, and it is found that the stretchability could be evaluated with small amount of sample in a short time.

Key words: stretching process, in-situ measuring, preheating time, birefringence, stretchability

### 1. 緒言

近年、二軸延伸フィルムは用途の多様化、軽量化、高機能化に伴い成形性や品質の要求も厳しく、延伸中の破断、偏肉精度の低下、配向の不均一など様々課題がある。従来、延伸性評価、新規延伸グレードの開発には大量の材料と時間を要し、連続の延伸機で検討してきた。然し、このよう方法は多大な設備、時間、コストが必要である。In-Situ の一軸延伸性評価については数多く研究されている<sup>1,2)</sup>が In-Situ の二軸延伸性評価はあまり行なわれていない<sup>3)</sup>。本研究は二軸延伸性評価の基礎となる延伸応力-延伸倍率曲線、複屈折-延伸倍率曲線、延伸中に3次元の配向を同時に計測した。さらに延伸中に球晶構造変化の観察及び延伸後に偏肉精度との関係がある複屈折位相差分布と配向軸分布の標準偏差を測定でき、且つ実験室レベルで様々な設定延伸条件に対応可能な二軸延伸評価機を開発した。この評価機で、結晶性ポリプロピレンフィルムの延伸性と予熱時間の関係及び異なる樹脂性状の低立体規則性(LMPP)とブレンドすることにより、二軸延伸性の改善効果を検討し、その結果を報告する。

### 2. システム構築

本研究で開発した二軸延伸評価機は少量サンプルで、In-Situ 二軸延伸性を評価できる二軸延伸機とダブル光弾性変調法の複屈折位相差測定及び光散乱観察機能

の一体化したシステムを Fig.1 に示す。

二軸延伸機は恒温槽と両延伸軸にロードセルを有するセンターストレッチ方式により延伸中フィルムの中央部が不変、様々な延伸設定条件に於ける延伸応力(Stress)-倍率(Strain)曲線を測定できる。

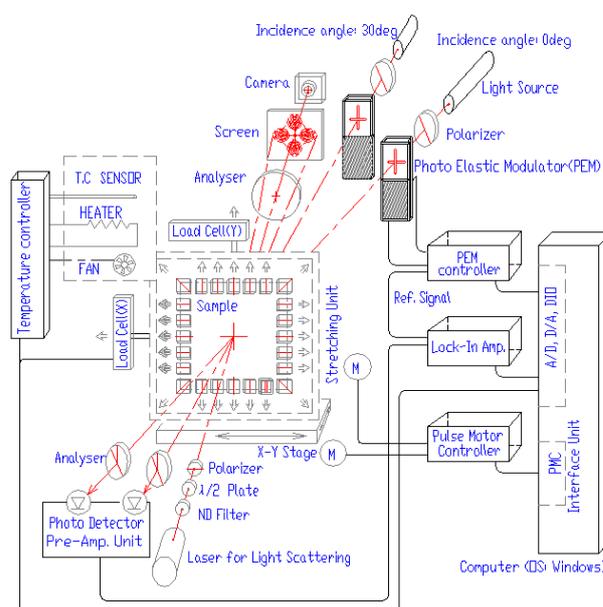


Fig. 1 System Construction

ダブル光弾性変調法(PEM)の複屈折位相差測定は延伸フィルム中央部に入射角が $0^\circ$ と $30^\circ$ の光学測定系:波長が632.8nmのヘリウム・ネオンレーザー光源(LS)、偏光子(P)、光弾性変調素子(PEM)、二軸延伸フィルム(S)、検光子(A)、受光器(D)の光学配置により延伸中に複屈折位相差(R)-延伸倍率曲線を高速度で計測

Kentaro EGOSHI\*: Eto co.,Ltd.  
Toshitaka KANAI: KT Polymer  
Tomoaki TAKEBE and Nozomu FUJII: Idemitsu Kosan  
Kazuhiro TAMURA and Kaoru TADA: Kanazawa University  
\* 3403-1 Shake Ebina city, Kanagawa, 243-0424  
Tel: 046-236-6382 Fax: 046-232-9059  
Email: k.egoshi@eto.co.jp

できる。入射角 0 度の複屈折位相差(R0)、入射角 30 度の複屈折位相差(R $\phi$ )と平均屈折率(n)、フィルム厚み(d)を入力することにより延伸中の 3 軸配向(n<sub>x</sub>,n<sub>y</sub>,n<sub>z</sub>)を算出できる。

光散乱観察測定系は Hv 光散乱観察用に偏光子(P)と検光子(A)の偏光方向を直交設置し、延伸フィルムの光学異方性によって散乱する。球晶は四葉のグローバ一状の散乱像として得られる。二軸延伸中に球晶構造及び球晶径の変化の観察が可能である。

小型二軸延伸機を位置駆動制御により、光散乱観察および延伸フィルムの複屈折位相差分布を測定し短時間でフィルム偏肉精度の評価可能である。

### 3.実験と結果考察

実験サンプルの樹脂性状は Table1 に示す。A は一般的なアイソタクチックポリプロピレン (iPP) の基準サンプルである。B,C は低立体規則性 (LMPP) であり、B は LMPP の基準サンプル、C は B よりもさらに立体規則性が低く、融点が低いサンプルである。

基準サンプル A に B,C をそれぞれ 5wt%ずつブレンドし、AB、AC のサンプル名とする。基準サンプル A に樹脂性状の違う LMPP をブレンドした効果及び予熱条件の観点から検討した。

Table 1 Characteristics of resins

Sample	MFR g/10min	Mw × 10 <sup>5</sup> g/mol	Mw/Mn [-]	Tm °C
A	3	3.6	5.0	160
B	50	1.3	2.0	80
C	50	1.3	2.0	45

#### 3-1 予熱条件と二軸延伸挙動の変化

本研究は各サンプルを 85mm 角サイズに切断、温度 161°C、速度 50mm/sec、逐次二軸延伸の条件、予熱時間を 90,120,150,180sec で変化させ、その時の Sample A の延伸挙動を Fig.2 に示す。予熱時間が長くなるに従い、延伸力の増加傾向が見られた。予熱時間が長くなると結晶化度の増加により延伸力が高くなると考える。

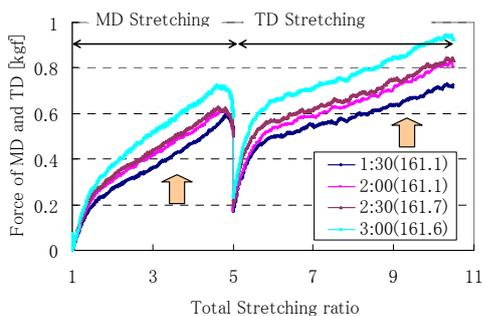


Fig. 2 Dependence of preheating time with force

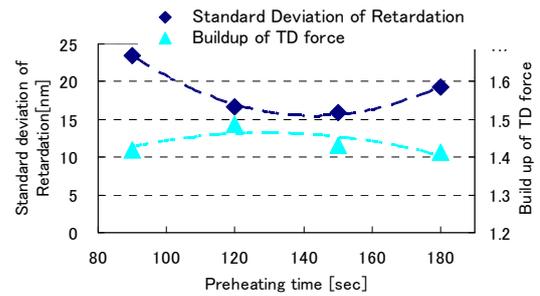


Fig. 3 Relationship between preheating time with Standard Deviation of retardation and TD force buildup

延伸後フィルムの複屈折位相差分布の標準偏差、TD 延伸力の立上り度と予熱時間の関係 (Fig.3) から最適の予熱時間は 120sec である事が分った。

#### 3-2 ブレンドによる二軸延伸性の効果

各サンプルの延伸挙動は Fig.4 に示し、低立体規則性 LMPP のブレンドの効果で結晶化速度が遅くなり、低い降伏値と高い立上り度 (最大応力 F<sub>max</sub>/降伏応力 F<sub>yeild</sub>) が見られ、その結果を Table 2 に示す。

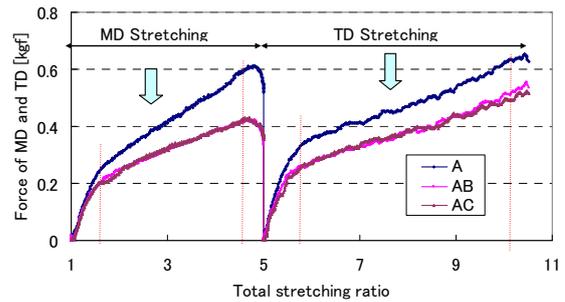


Fig. 4 Comparison of Force and stretching ratio

Table 2 Buildup of MD and TD stretching force

	MD buildup				TD buildup			
	1:30	2:00	2:30	3:00	1:30	2:00	2:30	3:00
A	2.31	2.17	2.20	2.21	1.42	1.49	1.43	1.41
AB	1.83	1.86	1.82	1.87	1.54	1.60	1.53	1.55
AC	1.73	2.00	1.84	1.83	1.55	1.57	1.43	1.43

### 4. 結言

評価機を用いて少量サンプルで延伸過程中的の挙動を測定することにより延伸性を迅速に評価できる事が分った。延伸性評価の結果、良好な二軸延伸性を得るにはサンプルの結晶化速度の低減が重要である。

#### 参考文献

- 1) K. Egoshi; Y. Mochida, Proc. SPIE 2873, Intern. Symposium on Polarization Analysis and Application to Device Technology (16 August 1996)
- 2) 山口秀明,松沢直樹,金井俊孝ら; プラスチック成形加工学会、成形加工シンポジア'07(2007)
- 3) 大野智是、金井俊孝ら;プラスチック成形加工学会 秋季シンポジア'13 (2013)