

小型二軸延伸評価機による結晶性と非晶性材料の延伸性評価

The evaluation of Stretchability of Polypropylene and Polystyrene films by a Newly Developed Testing Machine for Biaxially Oriented 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 of the stretchability for a biaxially oriented film during the stretching process was newly developed using in-situ measurement test machine. Stress, retardation, three dimensional refractive indexes, light scattering image and birefringence distribution of films can be obtained in a short time. This stretching test machine was applied to both crystalline polymer such as polypropylene and non-crystalline polymer such as polystyrene.

As results of the measurements, the stress of crystalline polymer increased with increasing the preheating time. On the other hand, the stress of non-crystalline polymer did not increase with increasing the preheating time. It means that crystalline polymer is required to set up the optimum stretching condition such as preheating time for good biaxial oriented film. Furthermore, the birefringence distribution and the thickness uniformity of stretched film were measured. It was found that the stretchability could be evaluated with a small amount of sample using the biaxial stretching test machine.

Key words: biaxial stretching process, preheating time, birefringence distribution, stretchability, thickness uniformity

1. 緒言

二軸延伸フィルムは用途の多様化、薄膜化、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、厚み精度の低下、配向の不均一など様々な問題がある。しかし、大型連続生産ラインで最適延伸条件の探索及び新規延伸グレード開発には、多大な時間と大量の試験サンプルや人手を要するため、開発時間やコスト面で大きな課題がある。

市場のニーズと要求課題を解決するため、本研究は小型試験機を開発し、結晶性樹脂であるPPと非晶性樹脂としてPSを取り上げ、少量サンプル且つ実験レベルで迅速に二軸延伸性および延伸中の高次構造形成を評価し、結晶化が延伸に与える影響について報告する。

2. 小型二軸延伸評価機

本研究で開発した小型二軸延伸評価機は二軸延伸部とダブル複屈折位相差測定部及び光散乱観察部の一体化したシステムであり、概要をFig.1に示す。この装置では二軸延伸中に、応力、垂直と傾斜入射の複屈折位相差、球晶形状の光散乱画像観察、また延伸後フィルムの複屈折分布を測定し、短時間でフィルム厚み精度の評価を行うことができる。

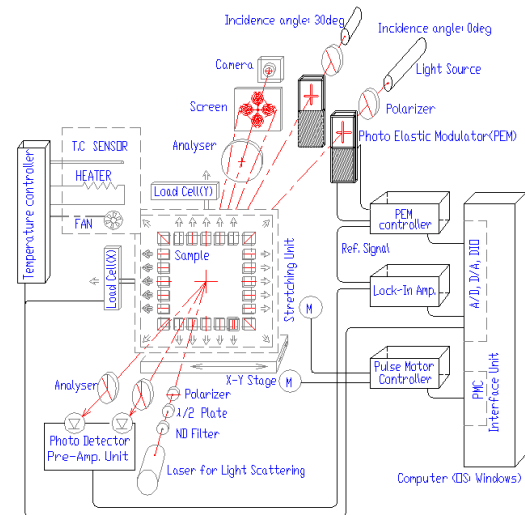


Fig. 1 System Construction

3. 実験結果と考察

実験サンプルの樹脂性状を 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 は非晶性の汎用の二軸延伸用ポリスチレングレードである。

Table 1: Characteristics of resins

Sample	MFR g/10min	Mw × 10 ⁵ g/mol	Mw/Mn [-]	Tm °C
A	3	3.6	5.0	160
B	4	-	-	-

予熱時間と延伸応力の関係について (PP と PS)

本研究は各サンプルを 85mm 角サイズに切断、速度 50mm/sec、逐次二軸延伸の条件で、サンプル A: 163°C、

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

予熱時間を 90,120,150sec で変化させ、サンプル B: 137℃、予熱時間を 120sec と 240sec で延伸試験を行った。一例として、Sample A の TD 方向の延伸応力と垂直入射の複屈折位相差を Fig.2 に示す。また Sample B の結果を Fig.3 に示す。

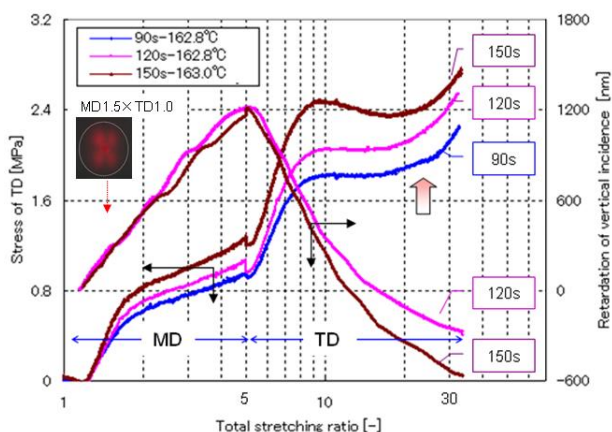


Fig.2 Dependence of preheating time on stress of TD and retardation of vertical incidence of PP sample

ポリプロピレンは予熱時間が長くなるに従い、延伸応力の増加傾向にある。複屈折位相差の変化挙動は特に TD 延伸過程中に、予熱時間が長くなると複屈折位相差の変化量が大きくなる傾向にある。予熱時間が長くなると結晶化度の増加により延伸応力が高くなる。さらに、予熱時間が長過ぎると一旦降伏値を示した後、延伸応力が下がる、典型的なネック延伸パターンを示す。そのため、予熱時間には最適値が存在し、長過ぎると延伸性が悪化する。

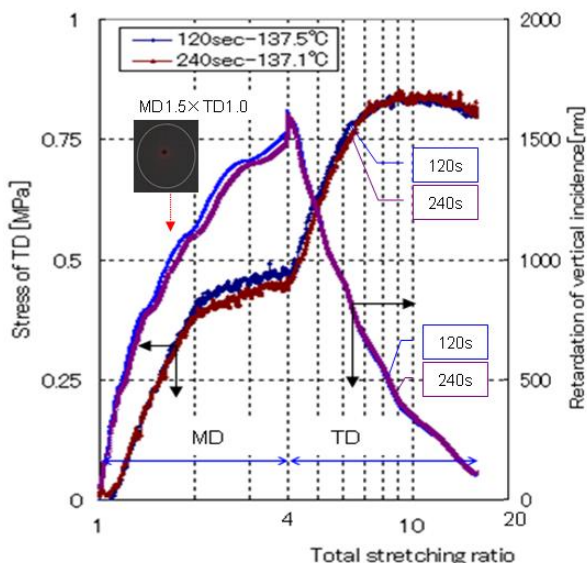


Fig.3 Dependence of preheating time on stress of TD and retardation of vertical incidence of PS sample

ポリスチレンの延伸応力には予熱時間の影響が見られない、また延伸中の複屈折位相差の変化は予熱時

間によらず、同じ挙動を示す。

Fig.2 に示したポリプロピレンの延伸応力より得られた TD 応力の立上り度¹⁾と延伸後、フィルムの複屈折位相差分布の標準偏差値及びフィルム厚み精度の計測結果及び各予熱時間に於けるサンプルの DSC データの融解熱量から結晶化度の計算結果を Table.2 に表す。

$$\text{Build up of stress} = F_{\text{max}}/F_{\text{yeild}}$$

$$\text{Thickness uniformity} = (\text{max}-\text{min})/(2 \times \text{ave}) \times 100$$

Table 2 Experimental results at several preheating times

Preheating time [sec]	90	120	150
Build up of TD stress	1.27	1.26	1.11
Thickness uniformity	13.6	9.8	14.3
SD of retardation distribution	2.67	2.18	3.64
Melting temperature [°C]	169.3	170.0	170.4
Degree of crystallinity [%]	51.21	51.97	51.98

Table 2 に示した様に、予熱時間が必要以上に長くなり過ぎると結晶化により TD 立上り度が小さくなり、延伸性が悪くなる。延伸フィルムの厚み精度と複屈折位相差分布の計測結果も同様な傾向にあり、測定結果からフィルム厚み精度と複屈折位相差分布の標準偏差値との相関関係があることも分かった。また予熱時間が長くなると、延伸中の三次元配向は大きくなることも分かり、その計算結果を Fig.4 (a) と (b) に示す。

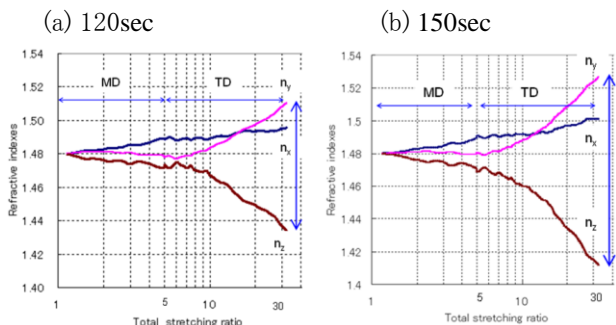


Fig.4 Relationship between refractive index and total stretching ratio at two of preheating times condition

4. 結言

開発した小型二軸延伸評価機を用いて、延伸中の応力-歪み、複屈折-歪み、光散乱画像など計測結果から延伸性や構造変化が同時に且つ迅速に評価できる。

結晶性ポリマーの延伸には結晶化度を抑制する予熱時間が重要である。即ち最適の予熱時間で延伸することにより、フィルムの厚み精度が良好になる。一方、非晶性ポリマーは予熱時間にあまり影響しないことが判明した。

参考文献

- 1) S.Tamura, I.Kuramoto, T.Kanai, Vol.52, No.6, 1383-1393 (2012)