

動的粘弾性測定装置

キーワード：粘弾性、弾性率、プラスチック

はじめに

私たちの身の回りには、プラスチック、ゴム、繊維といった高分子材料が、数多くあります。高分子材料は、液体としての粘性とバネのような固体としての弾性の両方の性質をあわせもつ、「粘弾性」¹⁾という性質を有しています。したがって、高分子材料は歪の大きさや歪速度、温度などによって、異なる力学的性質を示します。

「粘弾性」を評価する手法の一つとして、動的粘弾性測定があります。動的粘弾性測定における変形様式としては、引張、曲げ、せん断などがありますが、固体(とくにフィルムのように薄く、表面が滑らかな試験片)を対象とする場合、引張変形による動的粘弾性測定が有効です。本シートでは、引張変形による動的粘弾性測定装置である DMA (Dynamic Mechanical Analysis) 装置(エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社製 DMS6100)の概要とそれをを用いた測定例を紹介しします。なお、装置の外観を写真1に、仕様を表1にそれぞれ示します。

装置の概要

DMA 装置は、例えば sin 波で表わされる応力²⁾を試験片に与え、そのときに発生する歪を測定する装置です。装置は、加振機、試験片の変位量および力を検知するセンサーから構成されます。引張変形による動的粘弾性測定では、応力振幅よりも大きな静的な初期応力を試験片に与えて、常に試験片がわずかに引っ張られた状態になっている必要があります(図1)。また、装置の制約上、試験片の弾性率に応じて、試験片の形状を設定する必要があります。一般的には、弾性率が大きい試験片の場合、断面積を小さくすることで、試験片に与える力を、装置が許容する最大力よりも小さくなるようにします。

測定により得られた歪振幅(ϵ_0 無単位)、応力振幅(σ_0 Pa)および損失角(δ rad)から式(1)~(4)によって、複素弾性率($|E^*|$ Pa)、貯蔵弾性率(E' Pa)、損失弾性率(E'' Pa)および損失係数($\tan \delta$)が求められます³⁾。

$$|E^*| = \frac{\sigma_0}{\epsilon_0} \quad (1)$$

$$E' = |E^*| \cdot \cos \delta \quad (2)$$

$$E'' = |E^*| \cdot \sin \delta \quad (3)$$

$$\tan \delta = \frac{E''}{E'} \quad (4)$$

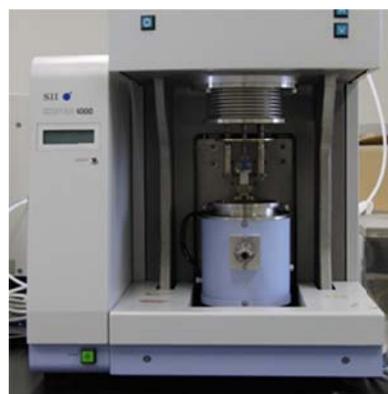


写真1 DMS6100の外観

表1 DMS6100の仕様

| | |
|-----------|--------------------------------------|
| 代表的な測定モード | 温度分散測定 周波数分散測定 |
| 測定周波数 | 0.01~100 Hz |
| プログラム温度範囲 | -150~+600 °C |
| 試料寸法(引張) | 長さ 5~35 mm 最大幅 10 mm 最大厚さ 3 mm |
| 最大力 | 静的:±10 N 動的:±8 N |

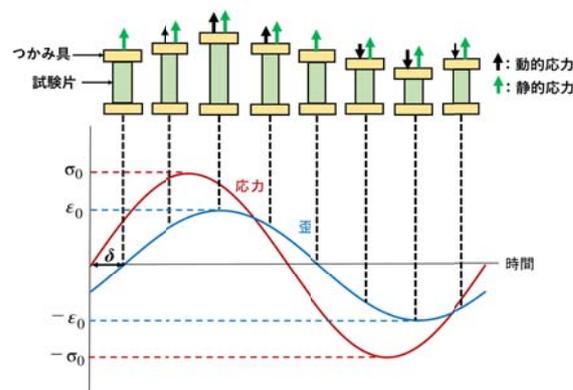


図1 引張変形での動的粘弾性測定概念図

なお、 E' は粘弾性の弾性項、 E'' は粘性項にそれぞれ対応します。

ポリメチルメタクリル酸フィルム (PMMA) の動的粘弾性測定

実際の測定例として、PMMA の動的粘弾性測定の結果を図 2 に示します。なお、測定条件は表 2 のとおりです。

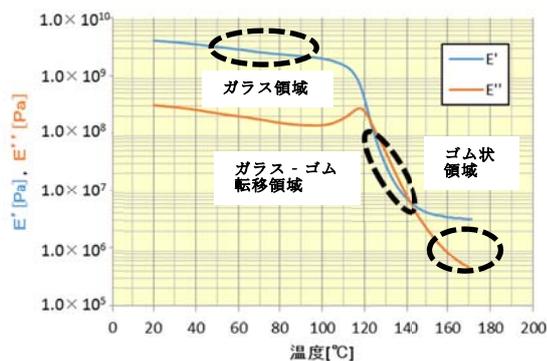


図 2 PMMA の動的粘弾性測定結果

表 2 PMMA の動的粘弾性測定条件

| | |
|--------|---------------------------------|
| 測定モード | 温度分散測定 |
| 測定周波数 | 1 Hz |
| 温度範囲 | 20 °C~170 °C |
| 試験片サイズ | 長さ 20 mm 幅 8 mm 厚さ 0.2 mm |
| 昇温速度 | 2 °C /min |

PMMA に代表される非晶性高分子を、低温から高温まで温度分散測定を行うと、図 2 に示すように、低温側から、 E' が $10^9 \sim 10^{10}$ Pa を示すガラス領域、 E' が急激に低下するガラス-ゴム転移領域、 E' が再びほぼ平坦になるゴム状領域の 3 つの領域が観測されます(さらに温度を上げると E' が低下し、流動し

はじめますが、試料の融着を防ぐため、通常途中で測定を終了します)。なお、図 2 より、100 °C 付近から 170 °C 付近にわたって、ガラス転移(主分散)に伴い、 E'' のピークも観測されています。この結果から、 E'' のピークトップ温度をガラス転移温度と考えると、本測定で使用した PMMA のガラス転移温度は約 117 °C であることが読み取れます。

動的粘弾性測定装置とレオロジー特性評価装置との比較

本シートで紹介した DMA 装置と、当研究所に導入されているレオロジー特性評価装置⁴⁾との違いについて、お問い合わせいただくことが多いため、各装置の特徴を表 3 に示します。フィルム等の自立可能な試験片は DMA 装置、はちみつのような流体はレオロジー特性評価装置での測定に適しており、対象物に応じて両装置を使い分けます。

おわりに

本シートでは DMA 装置についてご紹介しました。DMA は、図 2 に示したようなガラス転移温度の評価のみでなく、材料の加工性の評価、ポリマーアロイ、複合材料の力学物性の評価等にも有効です。

参考文献

- 1) 西村正樹:レオロジーの基礎Ⅱ－Hooke 弾性、Newton 粘性－，地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究 Technical Sheet, No.15014(2016)
- 2) 西村正樹:レオロジーの基礎Ⅰ－ひずみ・応力の定義と、ひずみの代表的な与え方－，地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet, No.15013(2016)
- 3) 中江利昭:レオロジー工学とその応用技術(2001)
- 4) 館秀樹、西村正樹:レオロジー特性評価装置，地方独立行政法人大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet, No.14009(2015)

表 3 DMA 装置およびレオロジー特性評価装置の比較

| | DMA 装置 | レオロジー特性評価装置 |
|-----------|--------------------------|--------------------------------------|
| 変形測定モード | 引張変形 | せん断変形 |
| 代表的な測定モード | 動的(E' 、 E'' 等) | 動的(G' 、 G'' 等)、定常流粘度(η 等) |
| 試料の主な形態 | ・シート、フィルム →自立可能で、垂れない | ・各種流体 ・高分子溶融体、高分子溶液 →流動性が必要 |