

粘弾性および動的粘弾性測定の基本概念 03

～測定条件設定編～

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

レオメーター、粘弾性、複素弾性、動的粘弾性

はじめに

第1部 (Technical Note MC15002) では、物性としての粘弾性と動的粘弾性測定の概念について説明し、第2部 (Technical Note MC15003) では、実際のサンプル測定データを使用して、その概念を具体的な実例をもとに解説しました。

本テクニカルノートでは、Thermo Scientific™ HAAKE™ レオメーター用統合ソフトウェア Thermo Scientific HAAKE Rheowin™ について、具体的な測定条件の設定の考え方とプロセスを解説します。

動的粘弾性試験の基本手順

レオメーターによる測定は、動的粘弾性測定という名が示す通り動的な測定であり、粘弾性率の何らかの因子への依存性を調べることを目的としています。その因子は、主に温度と速度 (周波数) です。

(1) 線形弾性率の測定

構造力学や材料力学などでは、引っ張り破断試験といったひずみと応力の関係を調べる測定を行い、**図1**のような S (Stress) - S (Strain) 曲線による評価を行います。

S-S曲線による評価はまさに弾性率の試験であり、レオメーターによる測定も弾性率試験であるため、まずこれに準じた測定を行うことが望ましいと言えます。

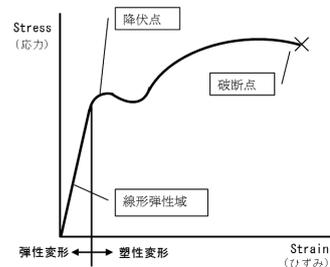


図1：S (Stress) - S (Strain) 曲線

線形弾性率の測定により、材料評価を行う上で基本となる弾性率や降伏点などの情報が多く得られます。また、ひずみと応力の関係が正比例にある線形弾性域を知ることは、この先で温度や周波数依存性測定時の条件を設定する上で大変重要です。

図2に、専用ソフトウェアHAAKE Rheowinへの測定設定条件の入力法を示します。

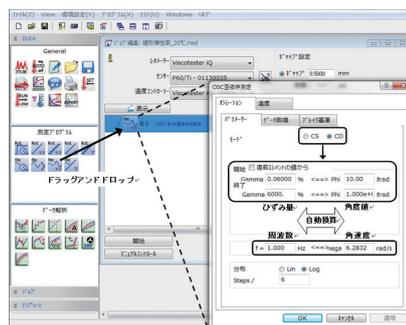


図2：専用ソフトウェアHAAKE Rheowinによる測定条件設定

条件設定ウィンドウの中で、CSモード(応力制御)またはCDモード(ひずみ制御)を選定します。与えた応力により発生したひずみ量を測定するのが応力制御であり、与えたひずみ量により発生した応力を測定するのがひずみ制御です。

CSモードであれば、回転子の振幅を変化させるためせん断応力 (Pa) を任意の範囲で設定し、CDモードであれば、ひずみ量 (%) を任意の範囲で設定して入力します。入力すべき開始値が分からない場合は、モータトルク値 (CSモード) または角度値 (CDモード) に、装置のスペック下限値を入力するところから始めてみます。終了値については、たとえば開始値に対して4桁、5桁上の値を入れてまず測定を行ってみます。振りが大き過ぎる (または小さ過ぎる) 場合は測定を中止し、その時の応力またはひずみ量を、次の測定条件設定時に生かすようにします。

周波数については、何らかの意味のある周期を用いる必要がなければ、1 Hzでの測定をお勧めします。報告されている多くの動的粘弾性の測定が1 Hzで行われており、動的粘弾性は周波数依存性を持つため、周波数を合わせておかないとデータ比較が難しくなるためです。**図3**は、線形弾性率の測定データ例です。

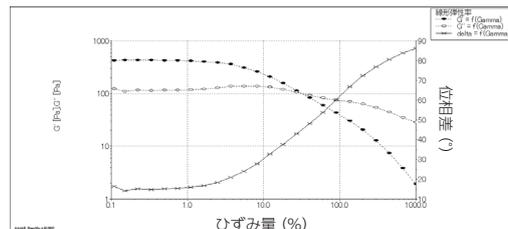


図3：ひずみ変化による線形弾性率測定

ここでdeltaはひずみと応力の両正弦波の位相差を表し、G'は貯蔵弾性（バネ弾性）、G''は損失弾性（粘性部分）を表します。このグラフでは、10%未満の小さなひずみ量のところではG'がG''を上回っており、固体的な状態であることが読み取れます。また、ひずみ量が30%程度のところではG'とG''の曲線が交差し、deltaが45°を示していることから、ここが弾性と塑性の遷移点であることが読み取れます。

なお、このグラフの縦軸を図4のようにせん断応力に変えると、図1のS-S曲線と類似した曲線が表示されます。

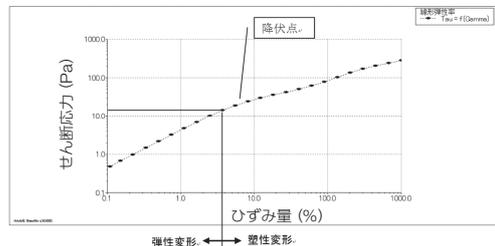


図4：動的粘弾性測定によるS-S曲線

ひずみ量とせん断応力が正比例の関係になっている範囲が線形弾性領域であり、図3においては、G'とG''の両曲線が平行で平坦となっている領域がそれに当たります。

(2) 周波数依存性測定

ある一定のひずみ設定により、振動の周波数を変化させた場合の弾性率の変化を測定してみます。

一定のひずみ設定を行うにあたり、まず線形弾性率測定の結果(図3または4)を参照して、線形領域内のひずみ量またはせん断応力の値を決定します。

特別な理由がなければ、CDモードによる設定をお勧めします。

図5で示すように、線形領域をカバーするせん断応力の範囲の周波数への依存性は、ひずみ量への依存性よりも大きくなる場合が多いためです。

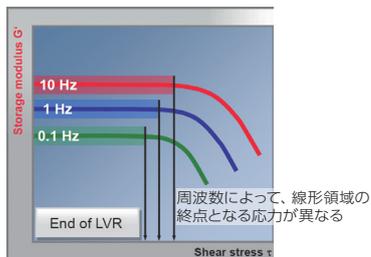


図5：せん断応力の周波数依存性(横軸:せん断応力、縦軸:G')

具体的には、図3または4のグラフの線形領域にあるひずみ量の範囲で、降伏点寄りの値を用います。これは、低周波になるほど弾性率は小さくなるため(図5)、低周波側の測定の際に、装置のモータートルク下限値を下回らないようにするためです。

図6に、ひずみ量2%設定により測定した結果を示します。

©2015 Thermo Fisher Scientific K.K. 無断複写・転載を禁じます。
ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。
ここに記載されている内容は、予告なく変更することがあります。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL 0120-753-670 FAX 0120-753-671

〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9

E-mail: Analyze.jp@thermofisher.com

www.thermoscientific.jp

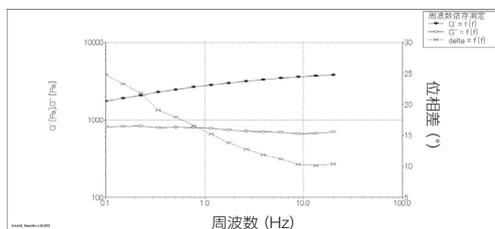


図6：周波数依存性測定

(3) 温度依存性測定

温度依存性の測定では、試料が硬化状態と熔融状態を遷移するなど測定の終始で弾性率が大きく変化する場合が多く、条件設定でしばしば測定者を悩ませます。

温度依存性測定では、ある一定のひずみ設定により、温度変化に伴う弾性率の変化を測定します。そのため、理想的には図7のように、最低温度と最高温度（最低粘弾性の状態と最高粘弾性の状態）における線形弾性率を確認し、測定温度の両端を満たす測定条件を確認しておくことが望ましいと言えます。

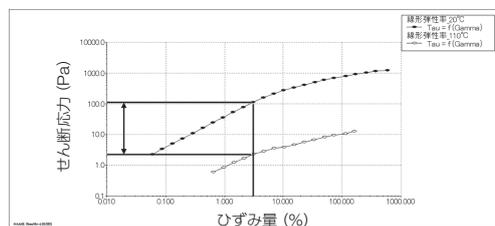


図7：線形弾性率測定による線形域の特定(20、110°C)

周波数依存性測定と同様、特別な理由がなければCDモードによる設定をお勧めします。これは、線形領域をカバーするせん断応力の範囲の温度への依存性は、ひずみ量への依存性よりも大きい傾向があるためです(図7)。実際には、高温側と低温側のそれぞれで線形弾性率測定を行うことは手間であるため、低温(高粘弾性側)のみで線形域の確認を行ったのであれば降伏点寄りのひずみ量を用い、高温(低粘弾性側)のみで線形域の確認を行ったのであれば下限に近いひずみ量を用いるようにします。

図8は、図7を参考に、ひずみ量2%設定により温度依存性測定を行った結果です。

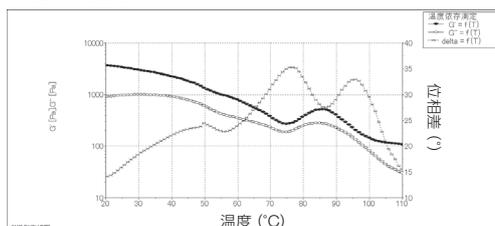


図8：温度依存性測定

まとめ

粘弾性の原理、測定実例、条件設定方法を3部構成で解説しました。これらの資料をご活用いただき、さらに応用の幅を広げていただければ幸いです。資料でカバーできなかった高度な用途については、弊社の技術テクニカルサポートまでご相談ください。