

動的粘弾性自動測定器 レオバイブロン DDV-01GP/25GP

田中 丈之*

よく経験することであるが

- ① 急激に水面をたたくと、水面は硬い板のようである。
- ② 水中で体を動かそうとすると、体の動きを抑えようとする力が働く。
- ③ 水中でゆっくり動こうとすると、ほとんど抵抗を受けない。

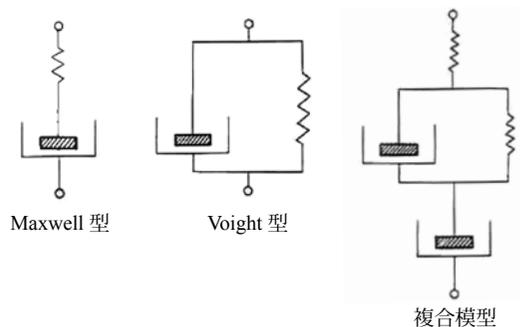
という例が挙げられる。

このように速い変形を与えた時には、非常に硬い、大きな抵抗を示す弾性体となり、ゆっくりとした変形を与えると、抵抗がほとんどなく、簡単に変形する粘性体を併せ持つ性質を粘弾性という。この性質は多くの物質が有する性質である。

他面、それらの物質はほかの物質の上に塗られて使用する物と、単独で使われる物とがある。前者の場合、コーティング材料といわれるが、塗られる材料(基材)に付着する。そのため、上に塗られた材料は基材に対する付着の影響を強く受けることになる。

1. 単独フィルムの粘弾性

粘弾性体の性質を解明するために、弾性体部分と粘性体部分のモデルが考えられている。基本的なモデルとして第1図に示すように、Maxwell型、Voight型、複合模型がある。スプリングは応力に対して抵抗を示さずに変形する(上述の③項の状態を示す)。ピストンは応力



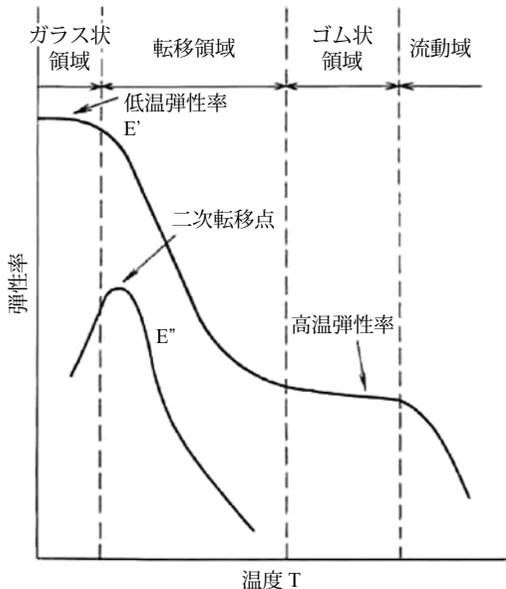
第1図 粘弾性モデル

に対して抵抗する挙動を示し、応力の掛け方によっては変形や流動を起こす性質、すなわち①項や②項の状態を示す。

E' 、 E'' を測定温度に対してプロットすると、第2図のようになる。 E' を測定温度で大きく変化する温度で、剛直な状態であるガラス状領域、柔らかい状態へ変化する転移領域、ゴムのようにならくなるゴム状領域、測定熱で構造が破壊することによって流動する流動域の四つに分けられる。

ガラス状領域では、ポリマー分子は互いに強い分子間力で束縛されて凍結状態にある。しかしながら、高分子の鎖状分子内の小さなセグメントや、側鎖の運動によって小さな変化が起こる。昇温して、熱エネルギーを与えると原子の振動が激しくなり、分子内の原子集団が運動を始める。ポリマー中には、いろいろなセグメントが多数存在しており、それぞれの運動開始温度が異なる。

* たなか たけゆき (株)エー・アンド・デイ



第2図 粘弾性の温度依存性

したがって、ポリマーの熱運動はある程度の幅を持った温度範囲で起こる。この領域で物質は構成単位の相対的な位置は変えないが、高分子鎖はその形状を自由に変化できるようになる。この領域を転移領域という。

動的損失値 E'' の温度曲線は、この領域の中で極大値を示す。この極大値に対応する温度が二次転移点である。二次転移点をを超えて、さらに高温になると物質は三次元網目構造を持っているため、自由な分子運動ができず、弾性率が変化しないような領域(高温弾性率)が現れる。この領域をゴム状領域という。

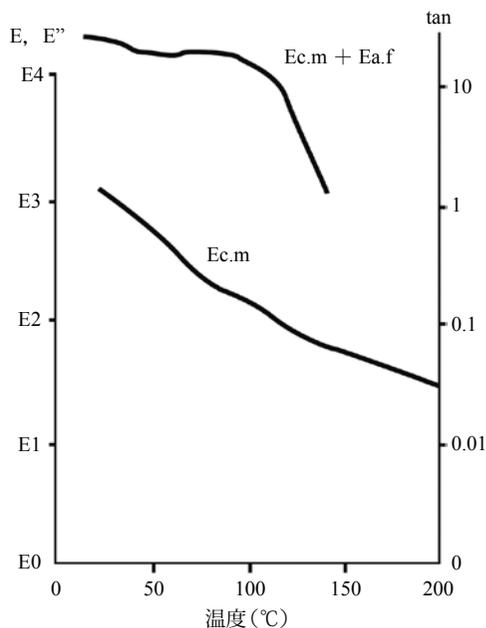
さらに、高温になると熱分解等が起こり、分子の自由な運動が起こり流動域に入る。この内部構造が実用的諸性質とどのように関連しているかである。植木は粘弾性と性状の関係を第1表のようにまとめている¹⁾。

2. コーティング膜の粘弾性

塗料をはじめ、接着剤、そのほか多くの材料は鉄材、プラスチック等の基材に薄く塗られている。このようなコーティング膜は、必ずこの基材に対する付着の効果を受ける。しかし、通常、多くの場合は薄いPETフィルムに塗布して測定し、次いでPETを測定して、差を取ってコーティング膜の粘弾性としている。

第1表 粘弾性と性状の関係

| 塗膜の粘弾性 | 塗膜の性状 |
|------------------|---|
| 粘弾性曲線の形 | 熱運動単位の挙動を示すから、塗膜内部の結合の様式・官能基の種類を推測することができる 塗膜の相溶性や感温性の考察に利用することができる |
| 室温弾性率 (ガラス状弾性率) | 室温付近における塗膜の機械的変形に関連し、塗膜硬度に対応する 通常、塗膜の弾性率は $10^9 \sim 10^{10} \text{ dyn/cm}^2$ のオーダーが必要である |
| 高温弾性率 (ゴム状弾性率) | 橋架け密度のパラメータであり、塗膜の耐熱性、耐薬品性、耐溶剤性の目安を与える |
| ガラス転移温度 (二次転移温度) | 熱軟化温度の目安で、塗膜の不粘性や摩擦抵抗などの考察に重要である。実用的には、 T_g は $60 \sim 90^\circ\text{C}$ が好適のようである |
| 力学的損失の極大値 | まだ正確には解明されていないが、高分子の構造と密接な関連がある 一般に橋架け密度や顔料濃度が増加するほど、力学的損失の極大値は低下する |



第3図 粘弾性測定法による違い

第3図に同じ樹脂を単独で膜にしたフィルムを測定し、ほかにPETに塗って乾燥させた試料を、剛体振り子型粘弾性測定器にて試験した例を示す²⁾。大きな差が出ているが、この差は、PETに対する付着の効果が加算されている。コーティング膜の場合は、本装置で基材から剥離(はくり)して試験することは実用的でないことになる。

使用できない基材(例:金属,他)の場合が多々ある。これら以外の基材へコーティングされた膜は、基材への付着力が加算された物性を持っている。そのため、試験結果には付着効果が加算され、単独でコーティングされた膜の物性は得られない。これを効果的に求められる試験機が、自由減衰振動法による剛体振り子型物性試験機になる。

3. 装 置

その装置を第4図(DDV-01GP)に示す³⁾。フィルム状、ファイバー状、遊離されたコーティン

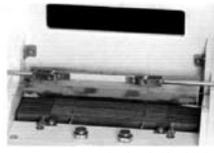


第4図 動的粘弾性自動測定器

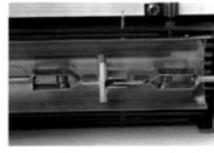
第2表 レオバイブロン DDV-GP シリーズ仕様

| 項 目 | DDV-01GP | DDV-25GP |
|-----------------|---|---|
| 動的弾性率測定範囲 | 0.05 ~ 1.6 × 10 ⁸ MPa | 0.5 ~ 5 × 10 ⁸ MPa |
| tanδ 測定範囲 | 0.001 ~ 9.999 (0.0001) | |
| 周波数範囲 | 0.01 ~ 110Hz (範囲内 137 点) | |
| 動的振幅範囲 | ± 4 ~ ± 160 μm | ± 8 ~ ± 250 μm |
| 動的荷重測定範囲 | ± 0.0003 ~ ± 1N | ± 0.01 ~ ± 25N |
| 測定温度範囲 | - 150°C ~ + 400°C | |
| 温度分布 | ± 2°C at - 150°C, ± 4°C at + 400°C | ± 2°C at - 150°C, ± 4°C at + 250°C, ± 6°C at + 400°C |
| 温度制御モード | 等速昇温, ステップ昇温, 一定温度 | |
| 等速昇温 | 0.5 ~ 10°C /min (300°Cまで), 0.5 ~ 9°C /min (400°Cまで) | |
| ステップ昇温 | ステップ幅 10°C以上 | |
| 試験の種類 | 温度分散特性試験/周波数分散特性試験/歪(ひず)み分散特性試験/経時特性試験 | |
| 試験ジグ | 引っ張り, 固体せん断(OP), DSA(OP) | 引っ張り, 圧縮(OP), 曲げ(OP), 固体・熔融せん断(OP) |
| 試料寸法(引っ張り) | 10 ~ 60mm (L), 1 ~ 4mm (W), 0.005 ~ 0.5mm (t) | 10 ~ 70mm (L), 1 ~ 10mm (W), 0.1 ~ 5mm (t) |
| 使用環境 | 温度 20°C ± 10°C, 湿度 20 ~ 75%RH, 振動なきこと | |
| 寸法 | 約 780 (W) × 700 (H) × 780 (D) mm (PC を除く) | |
| 重さ | 約 190kg (PC を除く) | 約 230kg (PC を除く) |
| ユーティリティ (電源) | AC100V 1φ 50/60Hz 約 1500VA (PC を除く) | AC100V 1φ 50/60Hz 約 1500VA (PC を除く) エアドライヤー: AC100V 1φ 50/60Hz 約 300VA 圧縮空気: 0.7MPa 約 35 l/min |

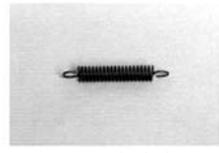
DDV-01GP 用ジグ 測定試料，測定目的に合わせ，クランプに簡単に装着できる



引っぱり型ジグ(標準)



固体用せん断ジグ

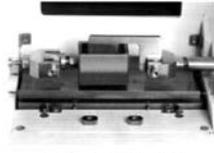


DSA 法ジグ

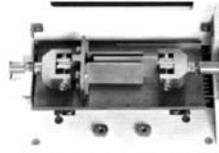
DDV-25GP 用ジグ クランプに簡単に装着でき，測定試料に適した機能拡張が行える



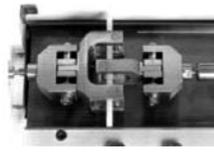
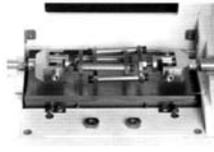
引っぱり型ジグ(標準)



溶融せん断ジグ



固体用せん断ジグ



第 5 図
機能を拡張，充実させる試験ジグ

グ膜には 01GP が，シート状，プレート状，棒状試料には 25GP というように 2 機種が用意され，第 2 表に示す試料の形態や試験目的によって，第 5 図に示すジグが用意されている⁵⁾。

《参考文献》

- 1) 植木憲一：塗装と塗料，p.83 (1970)
- 2) 田中丈之：塗装技術，49 [10]，p.135 (2010)
- 3) レオバイブロンカタログ