

高分子固体の粘弾性挙動の温度依存性測定

ID0, Masatoshi / 井戸, 正敏

(出版者 / Publisher)

法政大学工学部

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

Bulletin of the Faculty of Engineering, Hosei University / 法政大学工学部
研究集報

(巻 / Volume)

4

(開始ページ / Start Page)

50

(終了ページ / End Page)

54

(発行年 / Year)

1967-03

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00004260>

高分子固体の粘弾性挙動の温度依存性測定 に関する新しいレオメーター

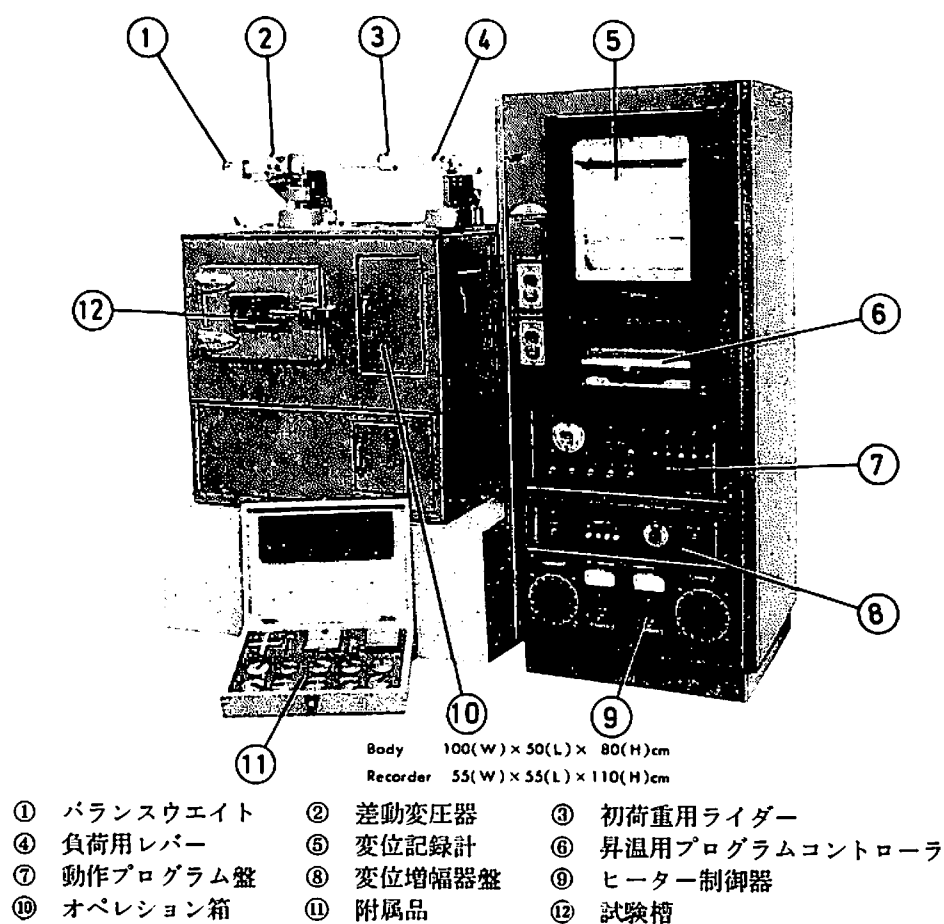
教授 伊 藤 勝 彦 (機械工学科)

A New Rheometer for Measuring Temperature Dependence of Viscoelastic Behaviors of Polymer Solids

Katsuhiko Ito, *Professor*

1. 緒 言

筆者は高分子材料等のレオロジー挙動の温度依存性を簡単且迅速に測定する為に、鋼球の押込におけるクリープ歪回復法が極めて有効であることの理論 および 実験的研究を既に発表^{1)~3)}した。東洋精機製作所の御協力によって、この目的の為の新しいレオメーターを試作することが出来た。



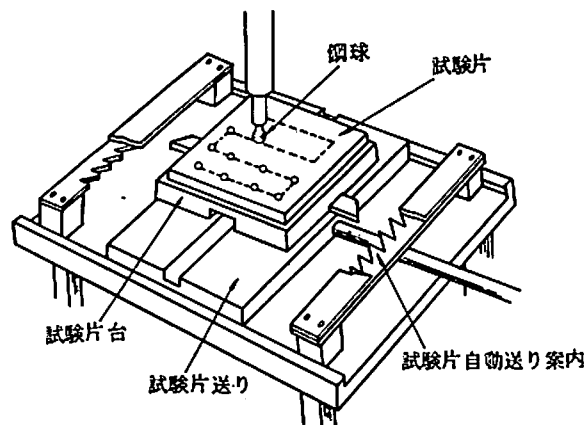
第 1 図

2. 新しいレオメーター

試作された新しいレオメーターの全容は第1図に示された写真の如くである。その詳細は同図に大体示されているが、試験槽を中心とする本体とレコーダーの二つの主要部分よりなる。主体の試験槽の中心部に平板試験片は置かれ、一定昇温速度の周囲の環境より加熱されつつ、押込ペネトレーター 1/8" あるいは 1/4" が押込まれる。すなわち負荷レバーの先端に押込ペネトレーターが取付けられ、負荷レバー全体が上下運動して平板試験片への押込みクリープとその回復量測定が行はれる。押込みペネトレーターの押込み量は負荷レバーに附着した差動変圧器(D.T.F.)により検知記録させる機構になつている。測定点変化のための試験片の移動、初荷重負荷、主荷重負荷、除荷、昇温等の操作はプログラミング機構によりすべて自動的に行える。次にその若干について詳述する。

(イ) 試験片の移動

試験片寸法は正方形 (55 mm 位×55 mm 位) で厚さ 10 mm 以下のものが試験台上に置かれる。試験片における各測定点を変える為に試験台は第2図に示される様角 S 形軌跡で自動的に動き、各測点点間隔は 5 mm となる様になつている。測定点間隔を小さくして試験片面積を小さくし、押込み荷重を小さくして試験片厚さを薄くすることは現在考究中である。



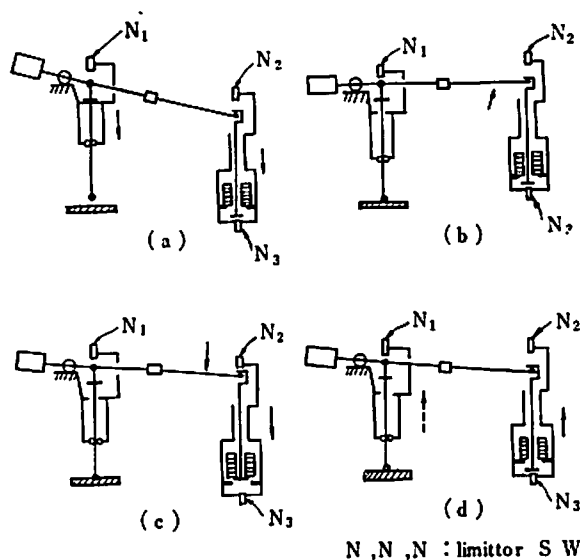
第 2 図

(ロ) 押込荷重の負荷と除荷

プログラマーは3つの同期電動機に接続したカムによって駆動される。3つの同期電動機のそれぞれは次の様な作用を司るものである。

- (i) 押込ペネトレーターと平板試験片の接触零点
- (ii) 押込ペネトレーターの押込およびその除去
- (iii) 各測定点を変える為の試験片の移動

押込み荷重の負荷は第3図に示される様に次の順序で行はれる。



第 3 図

- (a) 任意に決められた初荷重が加えられる迄、負荷装置全体が降下する。
- (b) 押込ペネトレーターが平板試験片表面に接触した点を初荷重とし、その時の荷重は 0～500 gr, 1 目 5 g の範囲でレバー可変式となっている。
- (c) 主荷重は 500 gr 間隔で最大 5 kg まで重錘の着脱によって変えられる。負荷時間は 15 秒で、その間の押込み変形量の時間的経過が目記される。
- (d) 主荷重 15 秒負荷後、主荷重は除去されて (b) の初荷重状態で 15 秒間放置されつつ、主荷重除荷による押込み変形回復量の時間的経過が記録される。

この (a), (b), (c), (d) の操作順は第 3 図の (a), (b), (c), (d) の順序と一致する。

(ハ) 変位と温度の検知と記録

平板試験片の押込み変形量は差動変圧器 (D.T.F.) により測定し、記録紙に自記される。その変位は記録紙のフルスケールを 1 mm と 2 mm に切換えることが出来る。これは押込ペネトレーターの直径、荷重の大きさ、試験片の種類等によって押込変形量が異なるので適当に撰ぶ必要がある。

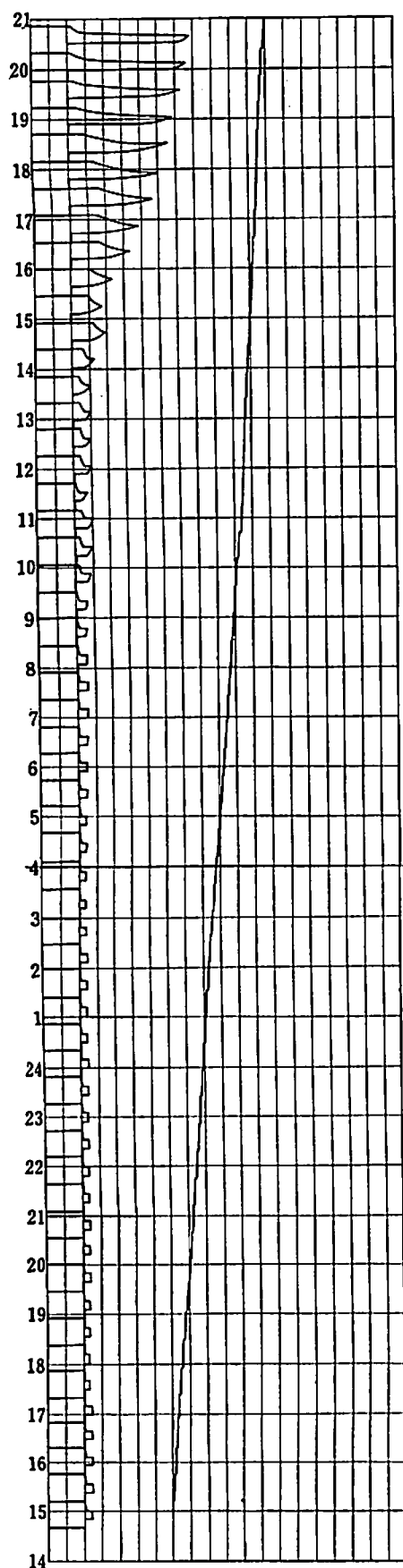
平板試験片の表面にサーミスター温度計を貼付けてその温度を記録紙上に自記せしめる。試験槽の環境はこの実験に最も適当な $2^{\circ}\text{C}/\text{min}^{(2)}$ の昇温速度になる様加熱される。

3. 試 験 片

明確なエントロピー弾性に転移する三次元網状樹脂として十分キュアーしたエポキシ樹脂注型品が用いられた。注型品試験片の寸法は $50\text{ mm} \times 50\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ の平板である。

4. 実 験 結 果

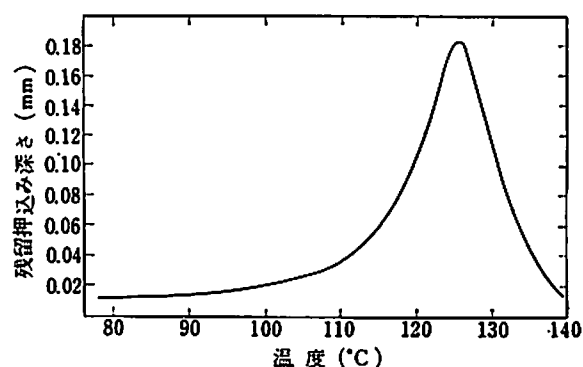
初荷重 50 gr, 主荷重 2.5 kg, 押込みペネトレーター直径 $1/8''$ で実験された。80°C より



第 4 図

140°C 迄の温度範囲で得られた記録紙は第 4 図の如くである。縦軸は押込み量変位でフルスケール 2 mm の場合である。平板試験片の表面温度も記録紙上に同時に示されているが、昇温速度は極めて一定であることが判る。

この結果より 130°C 以上では完全にエントロピー弾性に転移することが判る。エポキシ樹脂は水素結合がその 2 次結合力の殆んど総べてである故、之が割合に狭い温度範囲で熱解離するが、エントロピー弾性への転移は極めて急激であることが判る。これは押込クリープ残留変形量一時間の関係を図示した第 5 図において極めて明瞭に示される。尚これらの実験結果と理論解析式²⁾を用いれば、特性遅延時間或はシフトファクターの温度依存性を中心としたレオロジー挙動を求めることが出来る。



第 5 図

5. 考 察

負荷の大きさ、測定点の移動間隔其他の実験条件については尚実験的検討が必要である。これに基づいて色々な鎖状高分子材料にもこの新しいレオメーターは応用しうると考えられる。又負荷を出来る丈減小させることにより、塗料の如き薄膜状高分子材料に対しても普通の方法では極めて困難なそのレオロジー挙動の温度依存性を究明することが出来ると思われる。

試験片の移動と荷重除去をプログラマーにより停止さ

せるとこのレオメーターは所謂 Vicat 試験機としても用いられる。また高分子材料のみならずゴム状物質にもこのレオメーターは応用しうる。例えば生ゴムの加熱による加硫化の進展状態等も測定出来るものと思われる。

本レオメーター試作に協力された東洋精機製作所の各位に篤くお礼申し上げます。

文 献

- 1) K. Ito: J. Sci. Res. Inst., 48, No. 1359, 154 (1954)
- 2) K. Ito: Sci. Pap. I.P.C.R., 54, No. 4, 362 (1960)
- 3) K. Ito: Trans. Soc. Rheol., 7, 253 (1963)

(昭和41年12月12日 受理)