

APPLICATION NOTE

高荷重 DMA 動的粘弾性測定による動ひずみ一定モードでのゴムコンパウンドの評価

(Dr. Horst Deckmann, Dr. -Ing. Herbert Mucha, Dr. Gabriele Kaiser)

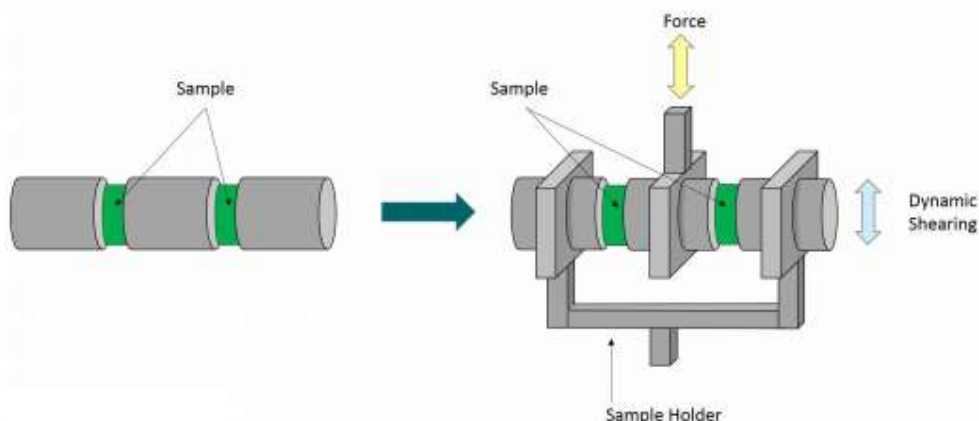


Fig1. ダブルせん断ホルダー概念図

はじめに

動的粘弾性測定 DMA の手法は材料の研究、開発や品質管理において幅広く支持されています。

DMAはカーボンブラック充填の有無に関わらず、ゴムコンパウンドの周波数や動ひずみに依存する機械的な特性（線形・非線形領域を問わず）を解明します。ここでは定評のある NETZSCH 社の EPLEXOR®500N シリーズを使用した測定例を紹介します。

アプリケーション

圧縮・引張・せん断のいずれの測定モードでも温度分散測定はゴムの機械的特性である温度依存性を明らかにします。ほとんどの温度分散測定において Tg（ガラス転移温度）より低い温度に冷却された後、終了温度まで一定の速度

（1～3 K/分）で昇温されます。昇温速度を低く抑える理由はサンプル全体の温度を均一にするためです。以下に紹介測定はせん断モードで行われました。

ダブルせん断ホルダー（Fig1.参照）は2つの円盤状サンプル（厚み:2mm, 直径:10mm）を2個の金属製サポート間に接着し、このサポートはせん断ホルダーに固定されます。2つの異なる動負荷のモードで測定します。

- 荷重制御モード：動荷重を一定に制御。
- ひずみ制御モード：動ひずみを一定に制御。

荷重制御モードではサンプルに与える動荷重を一定にします。Tg より低い温度でサンプルはガラス領域にあるため、弾性率が高く、荷重一定の場合、発生するひずみは小さくなります。温度が上昇するに従い、サンプルは柔らかくなるため、一定の荷重に対し、発生するひずみは徐々に大きくなります。

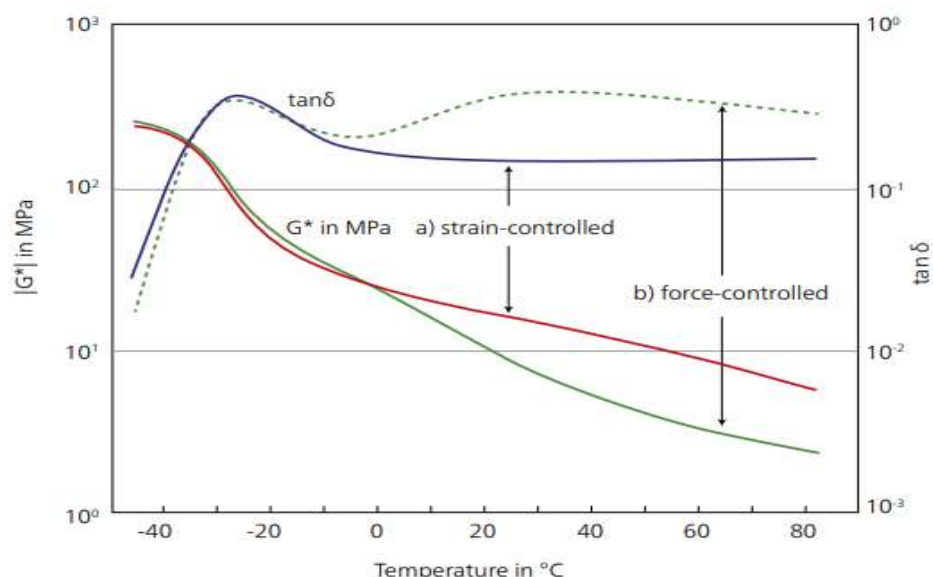


Fig2. せん断モードによる温度分散測定

- a. ひずみ一定モード ($\pm 0.25\%$)
- b. 荷重一定モード ($\pm 15\text{N}$)

次にひずみ制御モードでは与える動ひずみを一定にするよう制御します。この測定モードではガラス転移温度より低い温度で一定のひずみを得るために極めて高い荷重を必要とします。温度の上昇に伴うサンプルの軟化で、与える動荷重は徐々に小さくなります。

Fig2.は荷重一定とひずみ一定の測定データを比較したグラフです。

ひずみ一定モードでは $\pm 0.25\%$ の動的ひずみが与えられます。サンプル厚みは 2mm のため $\pm 0.25\%$ の動ひずみはおよそ $\pm 5\mu\text{m}$ の変位量となり、これほど小さい変位であっても低温度域ではおよそ $\pm 25\text{N}$ 程度の動荷重が必要です。

ダブルせん断の測定では静荷重（ひずみ）は不要なため、モーターへの負荷は減りますが、わずかな変位量でも装置には相応の荷重性能が求められます。荷重一定モードのグラフはひずみ一定モードのものとはある温度を境に大きく異なります。2つの測定モードでは物理的な測定条件が異なるため、サンプルの応答もそれぞれ異なることがわかります。

荷重一定モードで発生する動ひずみはかなり大きく、ゴムサンプルの顕著な機械物性である振幅への依存性が明確に表れます。荷重一定モードで発生するひずみはひずみ一定

モードに比べ最大で 10 倍程度の差を生じます。

結果

機械的特性のひずみ依存性を解明するには十分な精度と分解能、余裕のある荷重性能が求められ、NETZSCH 社の EPLEXOR[®] 500N はそのご要望に応えます。また、今回の測定のような μm オーダーで動ひずみを精度よく制御する技術も重要なポイントとなります。

動荷重を一定に制御するモードでは T_g より高い温度域においてひずみ一定モードでは考慮する必要のない新たな構造の変化がデータに含まれます。荷重一定モードではサンプルに与える振幅量はひずみ一定モードより大きくなり、変形に関するメカニズムや熱の影響など、データを評価するうえで複雑な因子を含んでいます。ひずみ一定モードで与える変形量は常に一定のため、データはより明確でシンプルです。ゴム物性の研究においては動ひずみ一定モードがより適しているかも知れません。