

動的粘弾性測定装置用チャンバーについて

矢野 彰一郎*

最近のエレクトロニクスの目覚ましい発展に伴って精度のよい動的粘弾性の測定装置が割合容易に手に入るようになり、高分子の動的粘弾性の測定が手軽に行なえるようになった。こうした装置を用いれば通常は温度分散や周波数分散などが測定できるが、炉などに適当に手を加えれば種々の条件下での動的粘弾性の変化を測定できる。本稿では室温以上でしか測定できない炉を -150°C から測定できるようにするための改良や劣化反応過程、あるいは液体、気体の取着過程での粘弾性の変化が測定できるチャンバーなどについて述べてみたい。

Fig. 1(a)は東洋ポールドウィン製VIBRON DDV-II C型の高温槽(室温 $\sim 200^{\circ}\text{C}$)を -150°C から測定でき

るようにしたものである。VIBRONの高温槽には高温から室温にまで下げるための冷却水用の導入管がヒーターブロックに埋め込まれているのでこれを利用して液体窒素を導入するようにする。著者は効率よく冷却できるようにするためにヒーターブロックを Fig. 1(b)のようにくりぬき、ブロックの底面全体に液体窒素が浸るようにし、そこから出た液体窒素は高温槽のふたの部分に埋め込んだ銅パイプに通す。ヒーターはふたの部分にも入れる。ナイロンのような吸湿性の試料を乾燥状態で測定するために乾燥窒素を試料室内に導入できるようにし、炉の両端のチャックの入る穴の部分にも乾燥窒素を流して外気と遮断した(Fig. 1(a))。Fig. 2はこの炉を用い

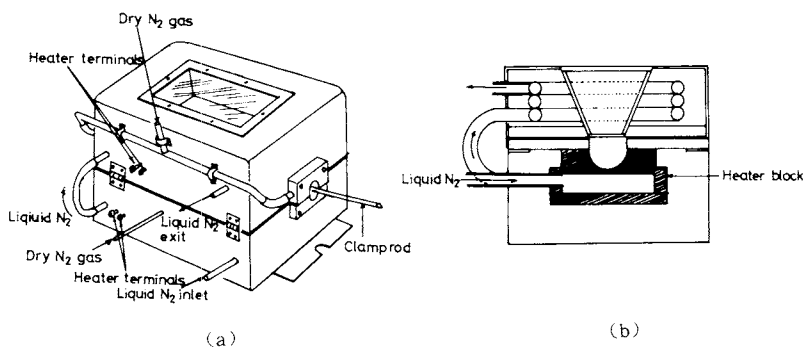


Fig. 1. (a) Sketch of the improved furnace for the viscoelastic apparatus. (b) The vertical sectional view of the furnace.

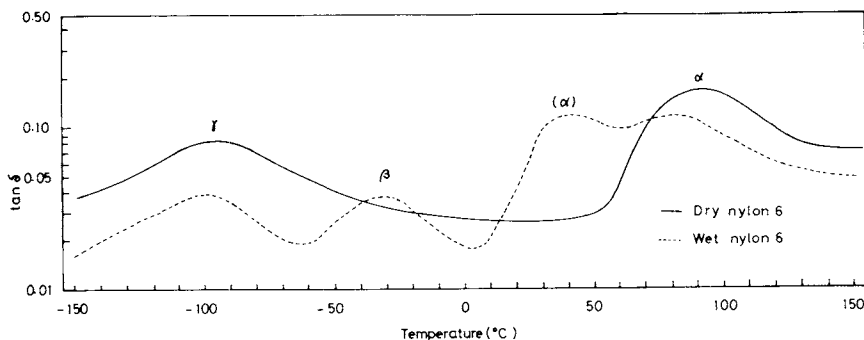


Fig. 2. $\tan \delta$ versus temperature curves of the wet and the dry nylon 6.

*工業技術院製品科学研究所：茨城県筑波郡谷田部町東 1-1-4 〒 305

で測定した乾燥状態のナイロン6と吸湿したナイロン6の $\tan \delta$ - 温度曲線を示したものである。ナイロン6は吸湿すると -35°C 付近に β 分散が現われ、主分散は約 30°C と 80°C 付近に二つのピークとして出現する。前者のピークは水による可塑性のために主分散が低温側にシフトしたものである¹⁾。改良した炉を用いて測定するとほとんど絶乾状態で測定でき、 $\tan \delta$ 曲線には γ 分散 (-95°C) と α 分散 (90°C) しか現われない^{2,3)}。以上は高温槽を改良して低温から測定できるようにした例であるが VIBRON のチャックと炉を改良して室温から 500°C 付近まで測定できるものもある (測定例は文献4) を参照)。

Fig. 3は紫外線照射過程での動的弾性率を測定するために VIBRON の高温槽を 90° 起こした形で据えつけ、紫外線が通るように窓ガラスを石英ガラスに変え、ランプからの熱線をカットするために水を流すことのできるフィルターをとりつけたものである。Fig. 3には低圧水銀灯をとりつけた様子を示したが、ランプハウスを用いるような照射装置でも照射することができる (測定例は文献5) を参照)。Fig. 4は例としてナイロン6に低圧水銀灯で照射しながら測定したときの E' の経時変化を示

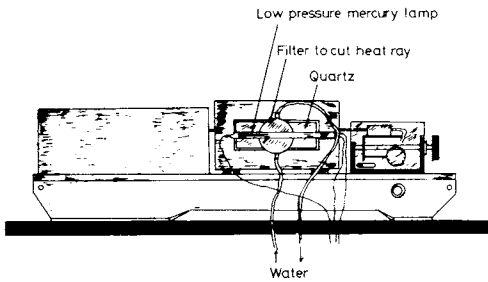


Fig. 3. The furnace for measurement of dynamic viscoelastic properties during ultraviolet light irradiation.

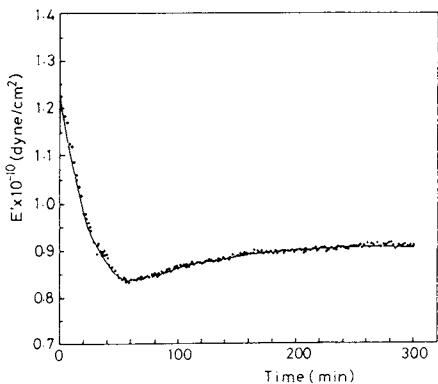


Fig. 4. Change of E' during ultraviolet light irradiation for nylon 6.

した。種々の温度で照射しながら E' の変化を経時的に測定すれば動力学的解析を行なうことができる^{2,3)}。この炉にはサーミスタ温度調節器がとりつけてあるので、ゴムの熱劣化過程における動的弾性率の変化なども測定することができる⁶⁾。

高分子に気体あるいは液体が吸着されることにより動的粘弾性が変化することが予想される。Fig. 5は村山ら⁷⁾によって考えられた HCl などの気体中での動的粘弾性の変化を測定する装置である。起振器、ガラス製の気体容器、ストレーンゲージ等がスタンド上に垂直に組みなおされている。セル中のガスがセルから漏れ出さないようにするためにオイルとクランプロッドにつけられたポリエチレン製のキャップでシールされている。

Fig. 6は液体中で動的粘弾性を測定するための装

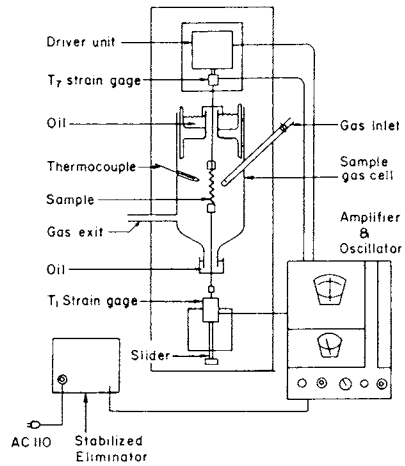


Fig. 5. Schematic of apparatus. (Reprinted from *J. Appl. Polym. Sci.* **19**, 1695 (1975) by permission of the copyright owner, John Wiley & Sons Inc., and the authors.)

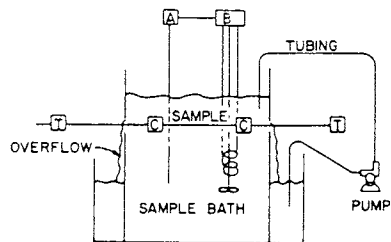


Fig. 6. Sketch of experimental apparatus: (A) thermoregulator, (B) temperature controller, (C) clamps, (D) transducers. (Reprinted from *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.* **12**, 1211 (1974) by permission of the copyright owner, John Wiley & Sons Inc., and the authors.)

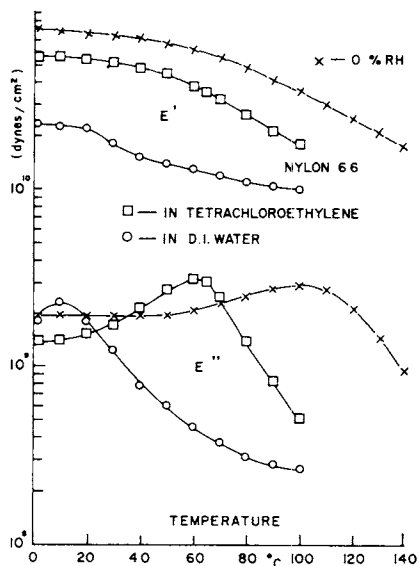


Fig. 7. Dynamic modulus E' and loss modulus E'' of nylon 66 in deionized water and tetrachloroethylene. (Reprinted from *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.* 12, 1211 (1974) by permission of the copyright owner, John Wiley & Sons Inc., and the authors.)

置^{8,9)}である。これは二つのガラス容器、温度調節器、ポンプなどから成っている。液面が試料の上に1インチ保つように500ml/minの流速で液体が循環される。Fig. 7は水およびテトラクロルエタン中でのナイロン66の動的粘弾性の測定結果である。液体中では E' は顕著に減少し、 α 分散が低温側へシフトする様子がわかる。

文献

- 1) 矢野彰一郎, 村山三樹男, 日本レオロジー学会誌 **7**, 34 (1979).
- 2) S. Yano and M. Murayama, *J. Appl. Polym. Sci.* in press
- 3) S. Yano and M. Murayama, *Polymer Preprints* **20**, No. 1, 964 (1979)
- 4) 神戸博太郎, 古知政勝, 横田力男, 及川克也, 鴈宏道, 日本レオロジー学会誌 **5**, 35 (1977), 神戸博太郎, 横田力男, 磯田 悟, 東京大学宇宙航空研究所報告, **14**, No.1(c), 499 (1978)
- 5) 矢野彰一郎, 村山三樹男, 中田外治, 大野正美, 第23回レオロジー討論会講演要旨集 p.93 (1975)
- 6) 矢野彰一郎, 村山三樹男, 第27回レオロジー討論会講演要旨集 p.172 (1979)
- 7) T. Murayama and B. Silverman, *J. Appl. Polym. Sci.* **19**, 1695 (1975)
- 8) 村山隆之, 織学誌 **32**, P-58 (1976)
- 9) T. Murayama and A. A. Armstrong, Jr., *J. Polym. Sci., Polym. Phys. Ed.* **12**, 1211 (1974)