

熱測定応用研究のページ

調湿雰囲気下における ポリマーの動的粘弾性測定

加藤秀隆, 中村敏彦, 大久保信明

Dynamic Mechanical Measurements of Polymer under the Controlled Moisture Atmosphere

Hidetaka Katoh, Toshihiko Nakamura,
and Nobuaki Okubo

1. はじめに

動的粘弾性測定は、材料の機械的特性の評価手段として一般に広く利用されている。近年、製品の信頼性に対する要求の高まりを受け、材料の特性評価においても、使用環境により近い条件下での評価が要望されている。動的粘弾性測定などによる機械的特性の評価においても、温度変化だけではなく湿度雰囲気下や、水や有機溶媒等の液体中での評価結果が重要な指標として注目されるようになってきた。これまでに、一定温度で相対湿度を変化させることにより、材料の水分吸着特性を評価した例¹⁾や、異なる有機溶媒中でのゴムの粘弾性特性を調べた例²⁾などが報告されており、近年このような測定に対する要望が高まってきている。このような要望に応えるために、調湿雰囲気下および液体中での測定が可能な動的粘弾性測定システム^{3,4)}を開発した。このシステムは、一定温度下での湿度変化はもとより、一定湿度を保ちながら温度の走査をも行うことができ、さらに水や有機溶媒などの液体中での測定も可能なシステムである。ここでは、本システムの装置構成と湿度調整のメカニズムについて概要を述べるとともに、測定例としてポリアミドの一定湿度下における温度分散測定の結果⁴⁾を示す。

2. 装置構成

Fig.1に本システムのブロック図を示す。本システムは測定装置本体として、セイコーインスツルメンツ製DMS6100動的粘弾性測定装置、および同TMA/SS6100熱機械測定装置を使用することができる。炉体部は、本システム専用の加熱炉に温度プログラムが可能な循環恒温槽2台が接続される。1台は調湿ガス導入用で、調整された飽和水蒸気圧の

空気を内側チャンバー内に導入するために使用される。ここで発生した水蒸気は、温度制御されたトランスファーチューブを経由して内側チャンバー内に導入される。もう1台の循環恒温槽は、試料温度コントロール用であり、温度調整された循環水を外側チャンバー内に導入するために使用される。試料周辺の温度および湿度は、内側チャンバー内に設置された温度・湿度センサーによりモニターすることができる。

3. 相対湿度の調整方法

Fig.2に相対湿度調整の概念図を示す。試料周辺の相対湿度 (RH) は、内側チャンバー内に導入される水蒸気圧 (A) と、外側チャンバーにより制御される試料温度での飽和水蒸気圧 (B) の比 ($RH\% = A/B \times 100$) により調整される。Aは水蒸気発生部の露点、またBは試料温度により決まる。したがって、それぞれの循環恒温槽の温度を調整することにより、任意の相対湿度を得ることができる。

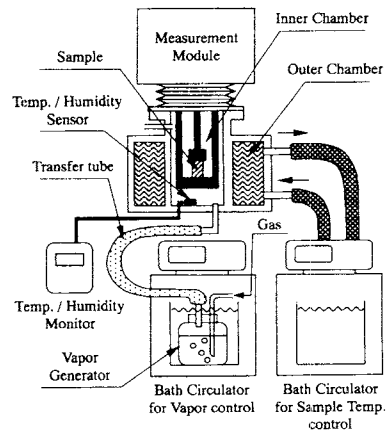


Fig.1 Schematic diagram of the atmospheric controlled dynamic mechanical measurement system.

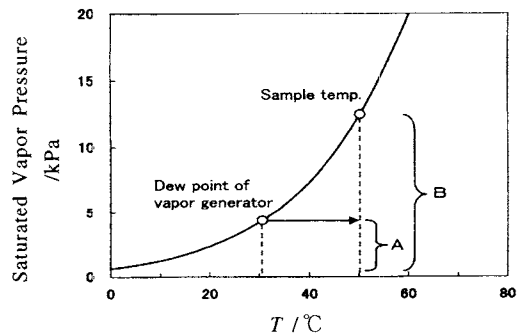


Fig.2 Schematic diagram of relative humidity adjustment. ($RH\% = A/B \times 100$)

セイコーインスツルメンツ株式会社 科学機器事業部：〒532-0011 大阪市淀川区西中島4-1-1
Scientific Instruments Division, Seiko Instruments Inc., 4-1-1, Nishi-nakajima, Yodogawa-ku, Osaka 532-0011, Japan

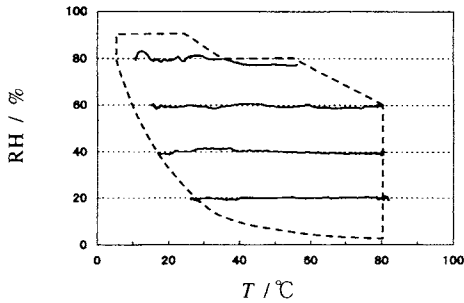


Fig.3 Stability of relative humidity as a function of temperature.

一般に湿度雰囲気下における測定には、一定温度下で湿度を走査する方式と、一定湿度下において温度を走査する2種類の方式がある。このうち後者の一定湿度下における温度走査では、Fig.2におけるAおよびBの双方が同時に変化することになり、昇降温の過程で両者の比を常に一定に保たなければならない、その制御の困難さからこれまであまり行われていない測定方法である。

Fig.3に、RH 20, 40, 60および80%について、それぞれ湿度を一定に保つように設定し、 $0.5^{\circ}\text{C min}^{-1}$ で昇温した際の相対湿度の安定性を調べた結果⁴⁾を示す。図中の破線は、本システムにおける温度および相対湿度の走査範囲を示す。昇温過程における相対湿度の安定性としては、RH 20, 40および60%では $\pm 1.5\%$ 以内、またRH 80%では $\pm 3\%$ 以内であった。

4. 測定例

本システムによる調湿雰囲気下での測定例として、ナイロン6とナイロン12の測定結果⁴⁾を、Fig.4に示す。これらは、RH 0, 20, 40, 60および80%における温度分散測定の結果で、測定周波数1 Hzにおける貯蔵弾性率 E' および $\tan \delta$ 曲線である。

ナイロン6などのポリアミドは、親水性官能基としてアミド結合 ($-\text{NH}-\text{CO}-$) を有する吸湿性ポリマーであり、その吸湿特性は主鎖中の CH_2 基に対するアミド基の割合 (アミド基濃度) に依存する。一般的にアミド基濃度が低いものほど吸水率は低く、ポリアミドの諸特性に対する水分の影響を受けにくい⁵⁾。

Fig.4の測定結果では、いずれの試料についても相対湿度の上昇とともに主分散 (ガラス転移) が低温側にシフトする傾向が確認できる。また、アミド基濃度の低いナイロン12に比べ、よりアミド基濃度の高いナイロン6の方が主分散の低温側へのシフト量が大きく観測されており、本システムにおいてもポリアミドの粘弾性特性におよぼす水分の影響とアミド基濃度との関係を観察することができる。

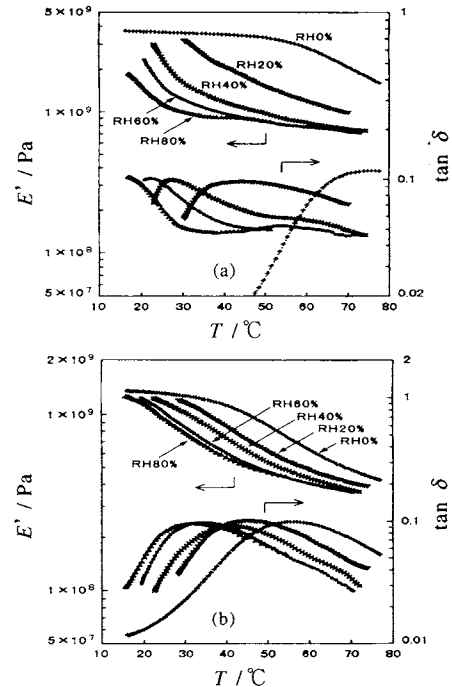


Fig.4 Dynamic viscoelastic properties of nylon conditioned at various humidities. (a) nylon6, (b) nylon12

5. おわりに

ここで示した動的粘弾性測定システムは、一定温度下での湿度走査に加えて、従来困難とされてきた一定湿度下における温度走査も比較的簡便にかつ精度良く行うことが可能である。また、水や有機溶媒などの液体中での測定も行うことができる。今回は本システムによる測定例として、ポリアミドの粘弾性の一定湿度下における温度分散測定の結果を示したが、この他にもさまざまな材料について調湿雰囲気下や液体中での機械的特性を調べることができ、幅広い分野での応用が期待される。

文 献

- 1) 矢野彰一郎, 小泊満生, 大久保信明, 第41回レオロジー討論会講演要旨集, p.311 (1993).
- 2) 日本熱測定学会編, 熱量測定・熱分析ハンドブック, p.240, 丸善 (1998).
- 3) 市村 裕, 中村敏彦, 木下良一, 中村信隆, 第33回熱測定討論会講演要旨集, p.178 (1997).
- 4) 加藤秀隆, 中村敏彦, 大久保信明, 第34回熱測定討論会講演要旨集, p.236 (1998).
- 5) 井手文雄他, 実用プラスチック辞典, p.315, 産業調査会 (1993).