

熱分析によるプラスチックの試験規格

小 沢 丈 夫*

DSCやTGのような熱分析が、高分子材料のキャラクタリゼーションに広く利用されているが、動的熱機械測定によるプラスチックのASTM試験規格が制定されたので、これを紹介する。あわせて、DSC、DTA、TGを用いるプラスチックのISO試験規格の現状も報告する。

今度制定された規格は、ASTM D4065-82 "Determining and Reporting Dynamic Mechanical Properties of Plastics"である。そのねらいは、自動振動や共鳴あるいは非共鳴の強制振動によって、プラスチックの転移温度、弾性率、損失弾性率を、温度、周波数あるいは時間に対して測定する方法を提供するものである。取扱う範囲は、 -160°C より高分子の分解温度まで、0.01より1000Hzまで、0.5MPaより100GPaまでである。振動モードも、(1)自由減衰ねじれ振動(例：TBA)、(2)一定振幅の屈曲強制共鳴振動、(3)一定振幅一定周波数の圧縮強制振動、(4)一定振幅一定周波数の屈曲強制振動、(5)一定振幅一定周波数の強制引張り振動、(6)一定振幅一定周波数の強制ねじれ振動の6種である。

この方法は、弾性率などを温度、周波数、時間の関数として測定するばかりでなく、弾性率の急変する温度域として、高分子の分子運動の変化を反映する転移温度の決定にも使える。さらに、参考試料との対比によって、多成分系の相分離の度合、充てん剤の種類、量、前処理、分散状態、前処理の効果を評価するのに利用できる。また、高分子複合材料の剛さ、結晶化度、ゴム改質高分子中のゴム相の応力状態の決定にも使える。これらにより、品質管理、仕様書による受入れ検査や研究に有用である。

試験片内の温度が平衡に達している必要があり、1ないし $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ あるいは2ないし 5°C おきに3ないし5分保つことが妥当とされており、二つ以上の昇温速度での測定結果の相互比較により確認できると述べられている。

温度測定の校正用標準には、水(0.0°C)とインジウム(156.6°C)の融解が使われている。また、転移温度は、損失弾性率のピークをとることとしている。その他、報告に記載すべき事項も列記されている。

一方、ISOの高分子試験規格のうち、ISO/DIS 7111 "Plastics—Thermogravimetry of Polymers"が、1980年のブダペストにおけるISO/TC 61大会において賛成7ヶ国、反対2ヶ国、棄権1ヶ国でSubcommitteeより大会(加盟27ヶ国中20ヶ国出席)に提案され、全ISO加盟国による郵便投票にかけられている。これは同一種類の高分子の熱的挙動の相対的な評価を目的としたものであり、同一条件での測定の相対比較により、工程管理、工程開発、材料評価に用いられる。長期的な熱安定性は、使用環境条件の複雑な関数であるから、TGのデータだけでは記述できないであろうとしている。また、揮発成分、添加物、充てん剤の量の測定にも用いられるとしている。

TG曲線から求められるものは、初期の重量増加率、分解反応の各段階の重量減少率、残渣の割合、分解初期温度、分解中点温度、分解最終温度である。それぞれの定義も与えられ、また、図によって示されている。温度測定の重要性が指摘され、可能であれば、標準物質としてICTA/NBSのCRMを使うことが勧告されている。試料の前処理、結果の報告に記載すべき事項についても、指定されている。Draft Proposalの段階では、測定装置について、機器メーカーとその製品名が記述されていて、問題にされたが、このDraft International Standardでは、この部分が削除された。

ISOには、Draft Proposal 3146 "Plastics—Determination of the melting temperature of semi-crystalline polymers"があり、DSC、DTAの使用が記述されているが、1979年3月以降、審議に大きな進展がみられないようであり、その後の経過を入手していない。

* 電子技術総合研究所エネルギーシステム部エネルギー貯蔵研究室長