

## レオロジー特性評価装置

キーワード： レオロジー、粘弾性、接・粘着剤、硬化挙動

### はじめに

レオロジー(Rheology)特性とは、物質の変形や流動に関する材料特性であり“どろどろ”、“ねばねば”、“ぷるぷる”といった言葉で表されます。特にレオロジー特性は、物質自身の力学的挙動のみならず、加工性、輸送性ならびに使用感等とも密接に関連しています。例えば、プラスチックの成形加工時の流動性や粘着剤の粘弾性、塗料やインキの塗りやすさ、さらには化粧品の塗り心地等、様々な分野での変形・流動現象を理解するのに利用されます。

ここでは、当研究所が導入したレオロジー特性評価装置(サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社製 HAAKE MARS III)について、装置の概要を示すとともに、熱硬化性シリコンゴムの動的粘弾性についての測定例を紹介します。

### せん断変形におけるひずみと応力

物質の変形・流動様式は、多種多様かつ複雑ですが、本装置では、「せん断変形」におけるレオロジー特性を評価することができます。せん断変形は、直交座標系においては、図1に示すような変形であり、重ねたトランプの束をずらすようなイメージになります。直方体状の物質にせん断変形を加えた際のひずみ(せん断ひずみ： $\gamma$ )は、直方体上面の移動距離( $x$ )と直方体の高さ( $d$ )の比で定義されます

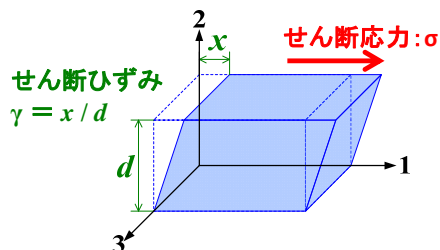


図1 せん断変形におけるひずみと応力の関係

( $\gamma = x/d$ ： $\gamma$ は無単位)。このとき、せん断変形が生じた直方体の上面には、移動方向に応力が作用しています。この応力がせん断応力( $\sigma$ ：単位はPa)と呼ばれます。

### 装置の概要

レオロジー特性評価装置を写真1に、仕様を表1に示します。レオロジーの評価では、幅広い温度領域で、ひずみ印加時の応力、または応力印加時のひずみを計測し、粘度や弾性率などのレオロジー特性値を導出します。

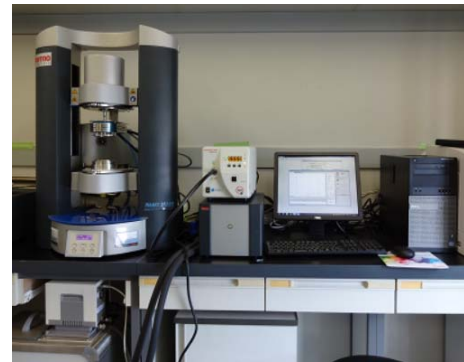


写真1 レオロジー特性評価装置

本装置の代表的な測定モードには、定常流粘度測定と動的粘弾性測定があります。定常流粘度測定では、一定のせん断速度(ひずみ速度： $\dot{\gamma} = d\gamma/dt$ )で変形させた時の応力 $\sigma$ を測定し、粘度 $\eta$  ( $\eta = \sigma/\dot{\gamma}$ )を算出します。

動的粘弾性測定では、試料に正弦ひずみを与え、応力波形と正弦ひずみとの位相差を測定し、貯蔵弾性率( $G'$ )と損失弾性率( $G''$ )、複素粘度( $|\eta^*|$ )を算出します。 $G'$ は弾性項を示し、 $G''$ は粘性項を示します。 $|\eta^*|$ は、定常流粘度測定から得られる粘度 $\eta$ と同じ単位( $\text{Pa} \cdot \text{s}$ )ですが、定義の異なる物理量で、通常は値も異なります。なお、本装置はUV硬化評価システムおよび高温環境チャンバーを付属しており、UVおよび熱硬化樹脂についてもレオロジー評価が可能です。

表1 レオロジー特性評価装置 (HAAKE MARS III) の仕様・特徴

設定周波数	10 <sup>-6</sup> ~ 100 Hz
最大トルク	200 mN・m
ジグ形状	コーン&プレート もしくは パラレルプレート (φ8 ~ φ60 mm)
設定温度	<ul style="list-style-type: none"> <li>ペルチェ温調: -50~150 °C</li> <li>CTC チャンバー: -100~500 °C</li> </ul>
代表的な測定モード	<ul style="list-style-type: none"> <li>定常流粘度測定: 時間分散・温度分散・ひずみ速度依存性</li> <li>動的粘弾性測定: 時間分散・温度分散・周波数分散</li> </ul>
その他付属品	<ul style="list-style-type: none"> <li>UV 光源および照射ジグ [光源: 高圧水銀灯および LED (波長: 365 および 385 nm) ]</li> <li>伸長粘度測定用ジグ</li> </ul>

### 熱硬化性シリコーンゴムの動的粘弾性測定

市販の熱硬化性液状シリコーンゴムに硬化剤を配合し、その硬化過程について動的粘弾性測定を行いました。測定結果を図2に示します。なお、測定条件は以下のとおりです。[温度範囲: 25~125 °C (ペルチェ温調)、昇温速度: 5 °C/min、測定モード: 動的粘弾性-温度分散、設定周波数: 1 Hz、ジグ: φ25 mm パラレルプレート、ギャップ: 0.5 mm]

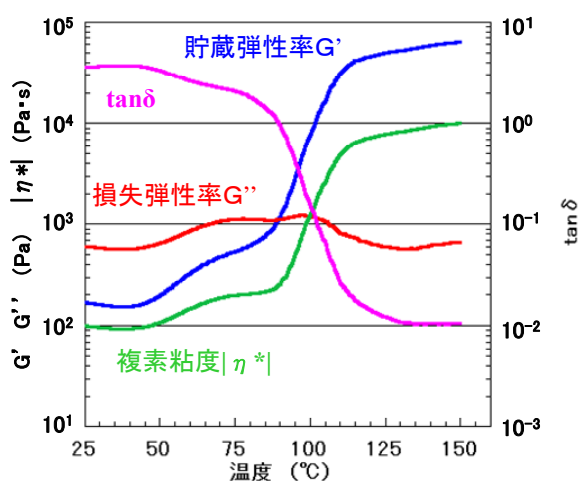


図2 熱硬化性シリコーンゴムの動的粘弾性測定結果

図2より、低温領域では粘性項である G'' が支配的ですが、温度の上昇に伴い、硬化反応が進行するため、弾性項である G' が上昇していることがわかります。このとき、G' と G''

の比で表される  $\tan \delta (= G''/G')$  (粘性と弾性の比を表す) が、温度上昇と共に減少し、85°C 付近で1より小さくなっていることが認められます。このことは、85°C 付近から硬化反応が開始していることを示唆しています。さらに、硬化終了後の G' は 10<sup>5</sup> Pa 近くまで上昇しており、硬化後の硬さ (弾性率) を評価することができました。

このように、液状物質から固体への硬化過程を詳細に追跡することができるため、熱硬化性樹脂における、硬化剤の配合比率と得られる樹脂の硬さを調べることができます。

### おわりに

レオロジー特性評価装置は、プラスチックや粘・接着剤の粘弾性のみならず、それらの硬化挙動や、高粘度液体の流動性を評価できます。例えば、レオロジー特性評価は、下記の製品開発や品質管理、トラブル対策に大変お役に立ちます。

- プラスチックの熔融粘度の測定
- 粘・接着剤の粘弾性挙動や硬化挙動の評価
- 液状物 (塗料・粘着剤・ワックス等) の流動性評価
- ポンプや配管からの液垂れの評価
- 送液不良の原因究明

本装置のご利用については、下記担当者にお気軽に問い合わせ下さい。

作成者 繊維・高分子科 館 秀樹、西村 正樹 Phone 0725-51-2676(館)  
発行日 2015年3月10日