



RSA-G2 粘弹性測定装置

New Castle, DE USA

Lindon, UT USA

Hüllhorst, Germany

Shanghai, China

Beijing, China

Tokyo, Japan

Seoul, South Korea

Taipei, Taiwan

Bangalore, India

Sydney, Australia

Guangzhou, China

Hong Kong

Eschborn, Germany

Wetzlar, Germany

Brussels, Belgium

Etten-Leur, Netherlands

Paris, France

Elstree, United Kingdom

Barcelona, Spain

Milano, Italy

Warsaw, Poland

Prague, Czech Republic

Sollentuna, Sweden

Helsinki, Finland

Copenhagen, Denmark

Chicago, IL USA

São Paulo, Brazil

Mexico City, Mexico

Montreal, Canada





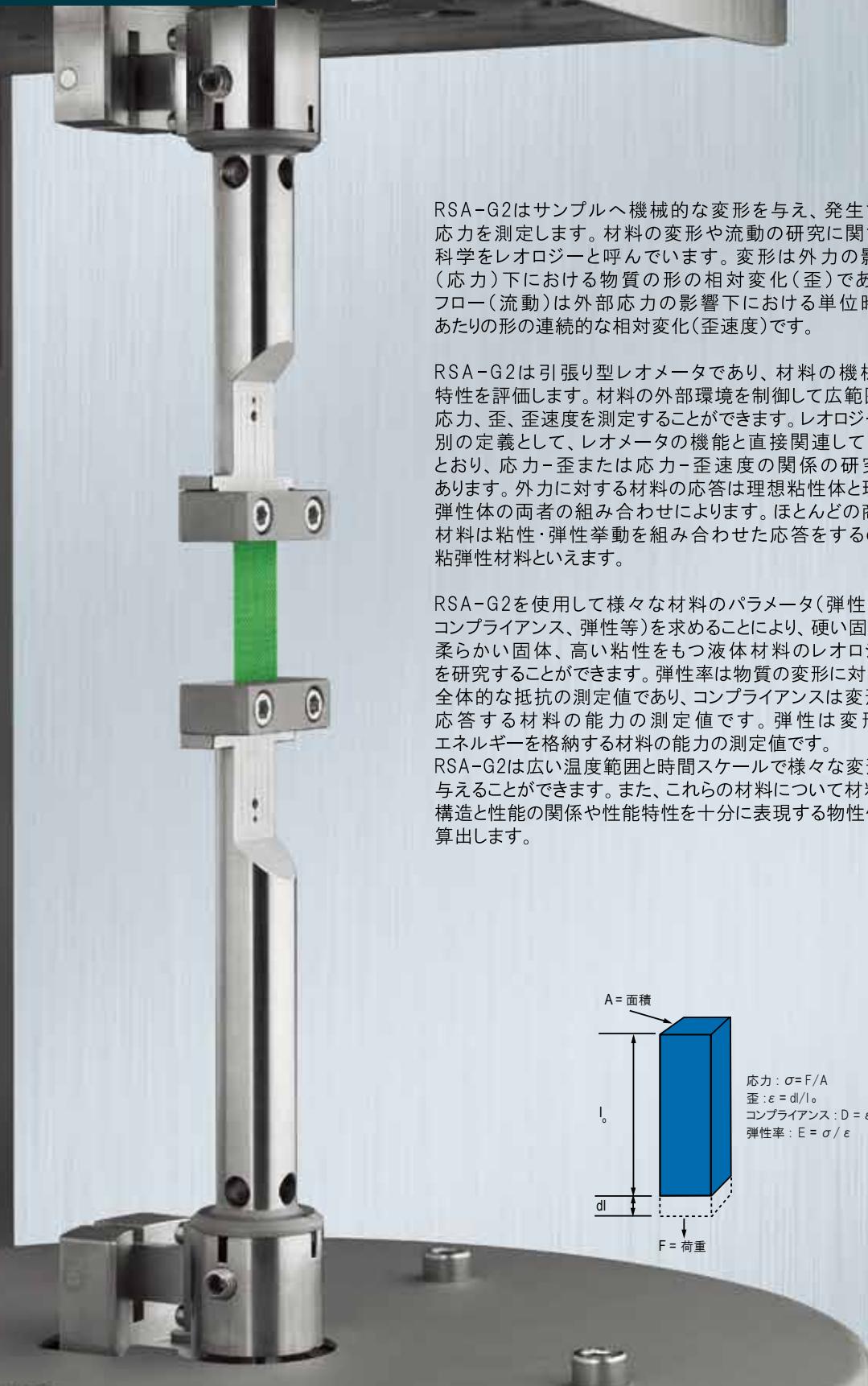
## RSA-G2 動的粘弾性測定装置

RSA-G2は固体の粘弾性分析において最高性能を有する測定装置です。モーターとトランスデューサが分離した歪制御型であり、変形のコントロールと応力の測定を独立して行います。従って最も純粋なデータを御提供することができます。最も正確なDMA測定値をご提供するとともに様々な測定(クリープ/リカバリー、応力緩和、歪一定、荷重一定、疲労試験、マルチウェーブ、アビタリーウェーブ、誘電熱分析等)が可能です。

RSA-G2は先述のとおり様々な測定モードを有しており、研究開発から品質管理まで幅広いアプリケーションに対応できます。高性能の本装置は歪制御型動的粘弾性測定装置の第四世代となります。正確な温度コントロールが可能な新フォースコンベクションオーブン、様々なサンプルの形や堅さに対応する豊富なジオメトリ、浸漬試験用ジオメトリをご用意しております。また、RSA-G2は誘電測定装置(DETA)として、独立測定や誘電測定と粘弾性測定の同時測定もできます。

# 理論

## 固体の変形

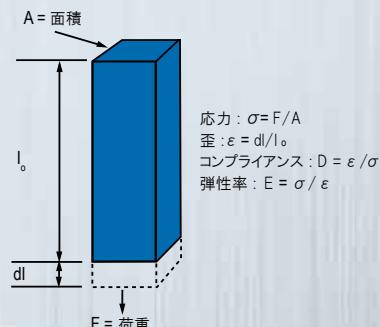


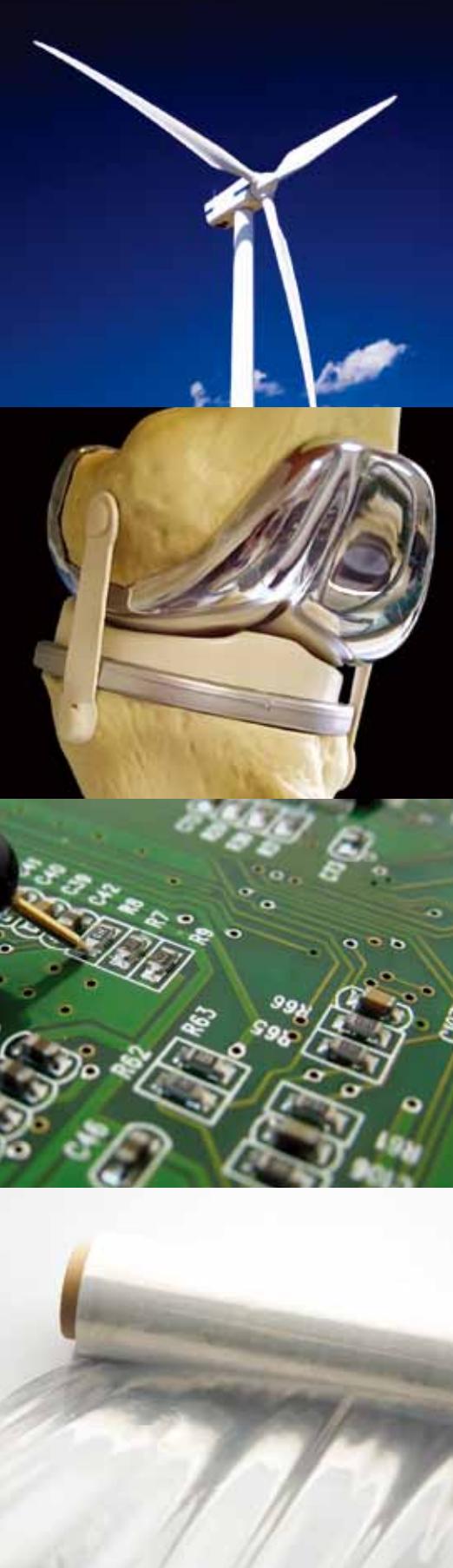
RSA-G2はサンプルへ機械的な変形を与え、発生する応力を測定します。材料の変形や流動の研究に関する科学をレオロジーと呼んでいます。変形は外力の影響(応力)下における物質の形の相対変化(歪)であり、フロー(流動)は外部応力の影響下における単位時間あたりの形の連続的な相対変化(歪速度)です。

RSA-G2は引張り型レオメータであり、材料の機械的特性を評価します。材料の外部環境を制御して広範囲の応力、歪、歪速度を測定することができます。レオロジーの別の定義として、レオメータの機能と直接関連しているとおり、応力-歪または応力-歪速度の関係の研究があります。外力に対する材料の応答は理想粘性体と理想弾性体の両者の組み合わせによります。ほとんどの商用材料は粘性・弾性挙動を組み合わせた応答をするので粘弾性材料といえます。

RSA-G2を使用して様々な材料のパラメータ(弾性率、コンプライアンス、弾性等)を求めるにより、硬い固体、柔らかい固体、高い粘性をもつ液体材料のレオロジーを研究することができます。弾性率は物質の変形に対する全体的な抵抗の測定値であり、コンプライアンスは変形に応答する材料の能力の測定値です。弾性は変形のエネルギーを格納する材料の能力の測定値です。

RSA-G2は広い温度範囲と時間スケールで様々な変形を与えることができます。また、これらの材料について材料の構造と性能の関係や性能特性を十分に表現する物性値を算出します。





## レオロジーの利点

様々な産業(航空宇宙、アスファルト、自動車、セラミックス、エラストマー、エレクトロニクス、食品、パーソナルケア、生物医学、塗料、製薬、金属等)で用いられる固体やソフトマテリアルは、日常的な場面の多種多様な環境条件下において機械的な変形(応力と歪)を与えられています。

与えられた変形は自然界で静的または周期的なものかもしれませんし、環境が極端な温度変化、温度サイクル、水や油のように異なる液体にさらされた影響によるものかもしれません。高品質、高性能な製品への要望はますます増え、アプリケーション、製造能力、完成品の性能の安定性を保証し決定するためにこれらの材料の動的粘弾性性質が重要になってきております。RSA-G2は固体の複雑な挙動の特性解析や理解のための装置です。

RSA-G2は研究開発から品質保証まで  
様々な分野で使用することができます

## RSA-G2のアプリケーション

- ・ヤング率(E)
- ・剛性率(G)
- ・複素弾性率( $E^*$ ,  $G^*$ )
- ・貯蔵・損失弾性率( $E'$ ,  $E''$ ,  $G'$ ,  $G''$ )
- ・減衰特性( $\tan \delta$ )
- ・周波数の影響
- ・クリープ/リカバリー
- ・応力緩和
- ・ガラス転移温度
- ・二次転移
- ・結晶化
- ・軟化および融解温度
- ・時間-温度スーパー位置
- ・分子量/架橋構造
- ・相分離(ポリマーブレンド、コポリマー他)
- ・複合性
- ・劣化(物理的または化学的)
- ・硬化挙動
- ・ゲル化
- ・架橋反応
- ・架橋密度
- ・配向効果
- ・添加剤の影響
- ・弾力性
- ・応力-歪カーブ
- ・収縮力
- ・Mullins効果
- ・動的疲労試験
- ・衝撃強度
- ・韌性

# 仕様

## RSA-G2 動的粘弾性測定装置

### RSA-G2 仕様

最小荷重	0.0005 N
最大荷重	35 N
荷重分解能	0.00001 N
ダイナミック変位幅	±0.00005 ~ ± 1.5 mm
歪分解能	1 nm
弾性率範囲	10 <sup>3</sup> ~ 3 × 10 <sup>12</sup>
弾性率精度	± 1%
Tan δ 感度	0.0001
Tan δ 分解能	0.00001
周波数範囲	2 × 10 <sup>-5</sup> ~ 100 Hz
温度コントロール	フォースコンベクションオーブン
温度範囲	-150 ~ 600 °C *
昇温速度	0.1 ~ 60 °C/min
降温速度	0.1 ~ 60 °C/min
等温安定性	± 0.1

\*注:標準ジオメトリは最高500 °Cまでとなります。オプションのジオメトリで600 °Cまで測定ができます。

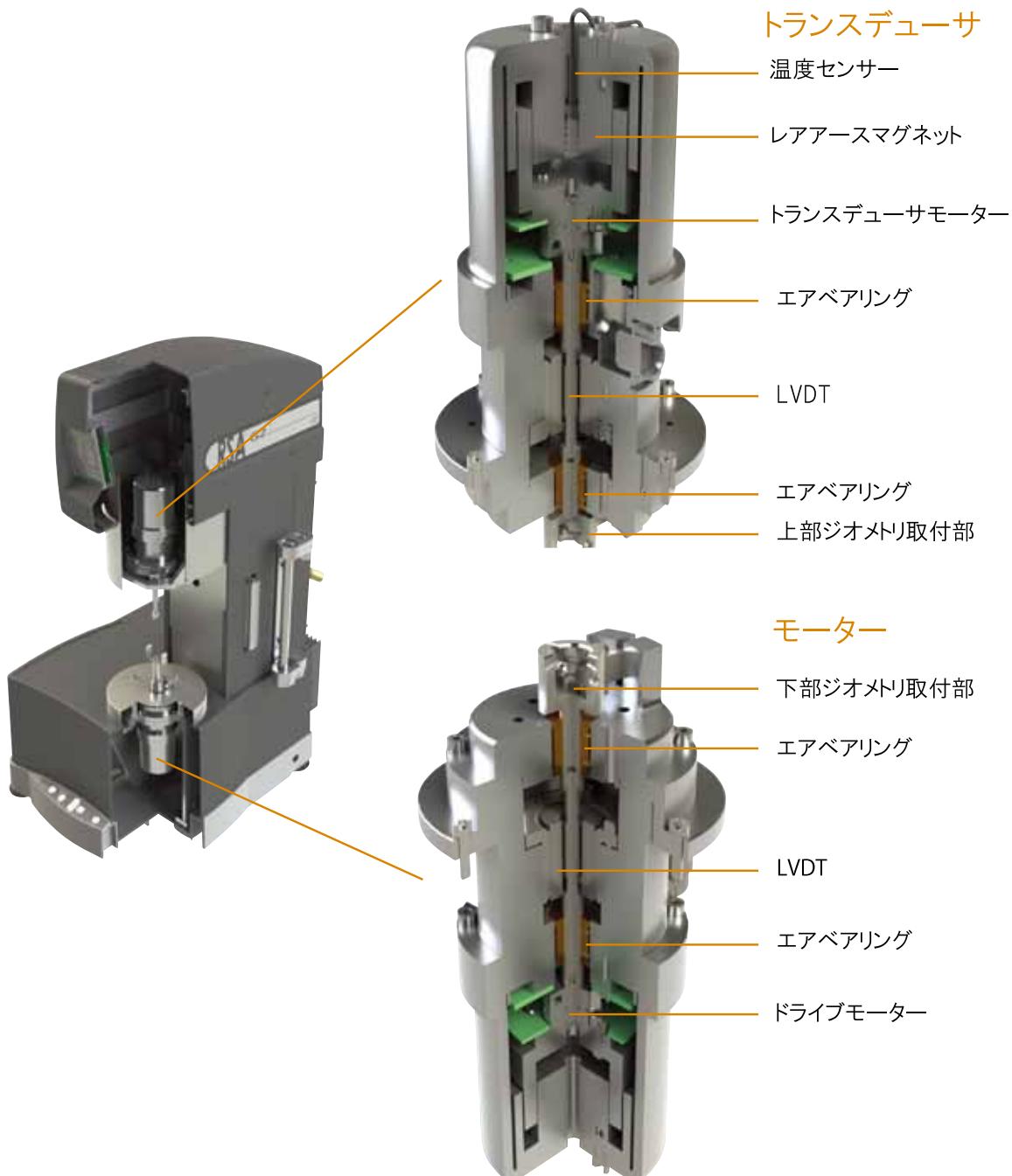


# テクノロジー

## RSA-G2

RSA-G2は応力と歪を独立して測定できる装置です

より正確な測定を行うためには、応力と歪を独立して測定することが必要です。固体ポリマーやその他の材料の機械的性質は具体的な関数(弾性率やコンプライアンス等)によって説明されます。弾性率は応力/歪であり、コンプライアンスは歪/応力です。最も純粋かつ最も正確な粘弾性測定を行うためには、モーターの摩擦と慣性の影響が出ないよう応力と歪を独立して基本的なパラメータを測定するのが最適です。弊社のRSA-G2では広範囲の応力、歪、周波数において装置側での補正のない測定が可能となります。



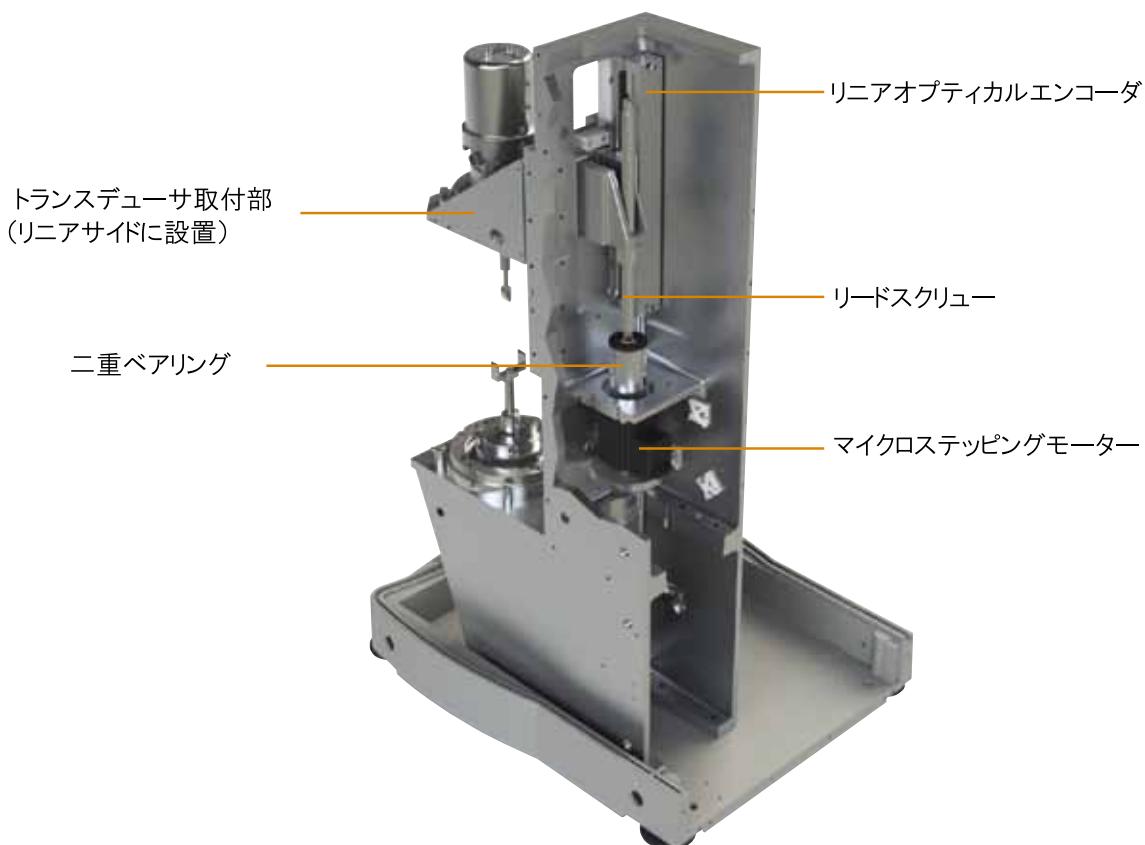
## RSA-G2 デザインアドバンテージ

RSA-G2動的粘弾性測定装置の重要な技術の一つが高性能ドライブモーターと独自のトランスデューサです。サンプルはダイレクトドライブDCサーボモーターと新しいDSPコントロールによって下から変形を与えられます。サンプル内で発生した荷重は、特許取得済のフォースリバランストラנסデューサ(FRT)によって上部で測定されます。RSA-G2のFRTは最も正確な荷重測定をするために非常に高感度なポジションセンサーと温度補正済のリアアースマグネット内蔵のリニアモーターを搭載しています。FRTはリニアモーターを作動させてゼロ点ヘジオメトリを戻す時に必要な荷重を直接測定します。ドライブモーターとトランスデューサ両方に直線運動や荷重感度の向上をサポートするため丈夫で摩擦のないエアペーリングを搭載しています。荷重の独立測定はモーターの摩擦と慣性が取り除かれるので、最も純粋な荷重の測定ができます。

RSA-G2トランスデューサはリニアスライドとステッピングモーターによって垂直に装置フレームに設置されています。トランスデューサの動作は、精度の高い接地リードスクリューを経て、反動を除去する二重ベアリングによって負荷をかけ、マイクロステッピングモーターに伝わります。リニアオプティカルエンコーダは正確なヘッドポジション決めのために0.1ミクロンの精度でステーションフレームと可動金具の間に取り付けられます。

## トランスデューサ位置調整の利点

- ・ジオメトリの装着とサンプルローディングが簡単
- ・実験中のサンプル膨張／収縮の補償
- ・サンプルが破損するまで引張る際の歪速度測定のような大変形の測定が可能



# 動的粘弾性測定装置

RSA-G2

## 温度コントロール

RSA-G2の温度と環境コントロールは、フォースコンベクションオープン(FCO)によってなされます。FCOはエア/N2ガスの対流式オープンで、理想的な温度安定性と高速昇温降溫が可能であり、-150～600 °Cで容易に使用できるよう設計されています。

最大昇温速度は60 °C/minです。オプションの液体窒素冷却装置を使用すれば-150 °Cまで、メカニカルクーリングで-80 °Cまで温度を下げるることができます。FCOはオープンチャンバー内に逆向きの循環気流を作る一対のエレメントヒーターにより温度を安定させます。

FCOはテストステーションの両側に設置することができ、寿命の長いLEDランプと観察用の窓が標準装備されています。



## 高速エレクトロニクスとデータ処理

RSA-G2はトランスデューサとモーター制御のためのデジタル信号処理を行う新しい高速エレクトロニクスを装備しています。多くの製品がテストステーションと電源ボックスを1つにまとめる事によって経費を下げる中、RSA-G2ではこの2つの装置を分け、テストステーションにかかる熱や振動を防ぎました。これによりデータの感度を上げることができます。電源ボックスは過渡電流(8000 Hz以内)および振動(15000 Hz以内)測定用の完全に統合された高速データ取得ができます。高速データサンプリングは取得シグナルから高解像度の強度と位相差を提供し、動的測定中の自動解析もしくは測定完了後のフーリエ変換解析により高分解の高調波取得が可能です。振動測定中の応力(荷重)に存在する奇数次の高調波は、非線形応答の結果として現れます。3次、5次…のような奇数の高調波との基本周波数の割合はシグナルとして計算して保存することができます。加えて振動測定中のリアルタイム波形を表示することができ、各データポイントでの波形を保存することができます。強度の比率と波の形と質は、非常に貴重なデータ整合性と検証ツールとなります。



## タッチスクリーン、キーパッド

このグラフィカルインターフェースにより、操作性が向上しました。ジオメトリのゼロ点調整、サンプルロード、温度調整等の対話型の命令を出すことができます。重要な装置ステータスや温度、ギャップ、応力、モーター位置等の情報が表示されます。タッチスクリーンにより簡単に設定ができ装置の状態も確認できます。装置下部のキーパッドで測定ヘッドの位置調整ができます。



## FCO カメラビュー

FCOは、オプションのカメラビューアクセサリを取り付けることができます。カメラにはTRIOS制御ソフトウェアで調整できる追加のライトやフォーカスコントロールが搭載されています。測定中の画像をリアルタイムにソフトウェア上で見ることができ、各データポイントごとに画像を保存できます。



# ジオメトリ

## RSA-G2

### RSA-G2 ジオメトリ

RSA-G2には様々な堅さのサンプルを測定するための変形モードを提供する多様なサンプルジオメトリあります。フィルム、ファイバー、やわらかい泡、粘着剤(PSA)、熱可塑性物質あるいは熱硬化物質の棒状サンプル、弾性率の複合材料、金属、中程度以上の粘性をもつポリマーメルトの特性解析ができます。すべてのサンプルジオメトリは最大級の剛性を持つ17-4 pHのスチールで作られています。標準的なサンプルジオメトリは最高500 °Cまで使用可能です。600 °Cまでの測定を行う場合、オプションのステンレスクランプが必要ですので、別途ご注文ください。

### 3点曲げ

3点曲げモードでは、サンプルを両端と中央の3点で接触した状態で変形させます。サンプルがジオメトリの影響を排除する3つの支点で支えられるため、変形の「純粹な」モードであると考えられています。複合材料、セラミックス、ガラス、半結晶ポリマー、金属、堅い材料の固体のバーをテストするのに理想的です。ジオメトリは装置キャリブレーション用としてRSA-G2装置本体に標準で含まれます。

サンプルサイズ: 長さ 10, 25, 40 mm  
最大幅 12.8 mm  
最大厚さ 5 mm



### 引張り(フィルム/ファイバー)

サンプルを上下固定した状態で伸長させます。引張りジオメトリは薄いフィルム(ゴミ袋、パッケージフィルム、個々のファイバーと繊維束のような)の伸張テストに最適です。

サンプルサイズ: 最大長さ 35 mm  
最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 1.5 mm



## デュアル・シングルカンチレバー

カンチレバーモードは、支持ポイントと変形ポイントが機械的にサンプルを固定するので”クランプ”または”サポート”曲げモードとして知られています。デュアルカンチレバーでは、サンプルは両端と中央で締められます。同じクランプはシングルカンチレバー用としても使います。サンプルは片端と中央のジオメトリの間で固定されます。シングルカンチレバーはより短いサンプル長のテストが可能です。カンチレバーは一般的な熱可塑性樹脂、エラストマーや基板上のコーティングの転移の測定、その他の高ダンピング材料の測定に適しています。

サンプルサイズ:最大長さ 38 mm 最大幅 12.5 mm 最大厚さ 1.5 mm

## シアーサンドイッチ

シアーサンドイッチでは、2つの同じサイズの材料片を両端と中央のプレートの間ではさみ込みます。

与えられた変形はサンプル厚さと同様で、結果の変形は単純なせん断歪です。ポリマーメルト、泡、エラストマー、ゲル、ペースト、他の柔らかい個体や高粘度の液体を含む典型的なサンプル測定ができます。

サンプルサイズ:厚さ 0.5 mm, 1.0 mm, 1.5 mm(中央のプレートを交換して対応) せん断表面 15 mm四方

## 圧縮

サンプルを上下の円形プレートに挟み、圧縮させて変形を与えます。

発泡剤、エラストマー、ゲル、その他の柔らかい物質(低～中程度の弾性率)の材料に適しています。

サンプルサイズ:プレート直径 8, 15, 25 mm 最大厚さ15 mm

## コンタクトレンズ治具

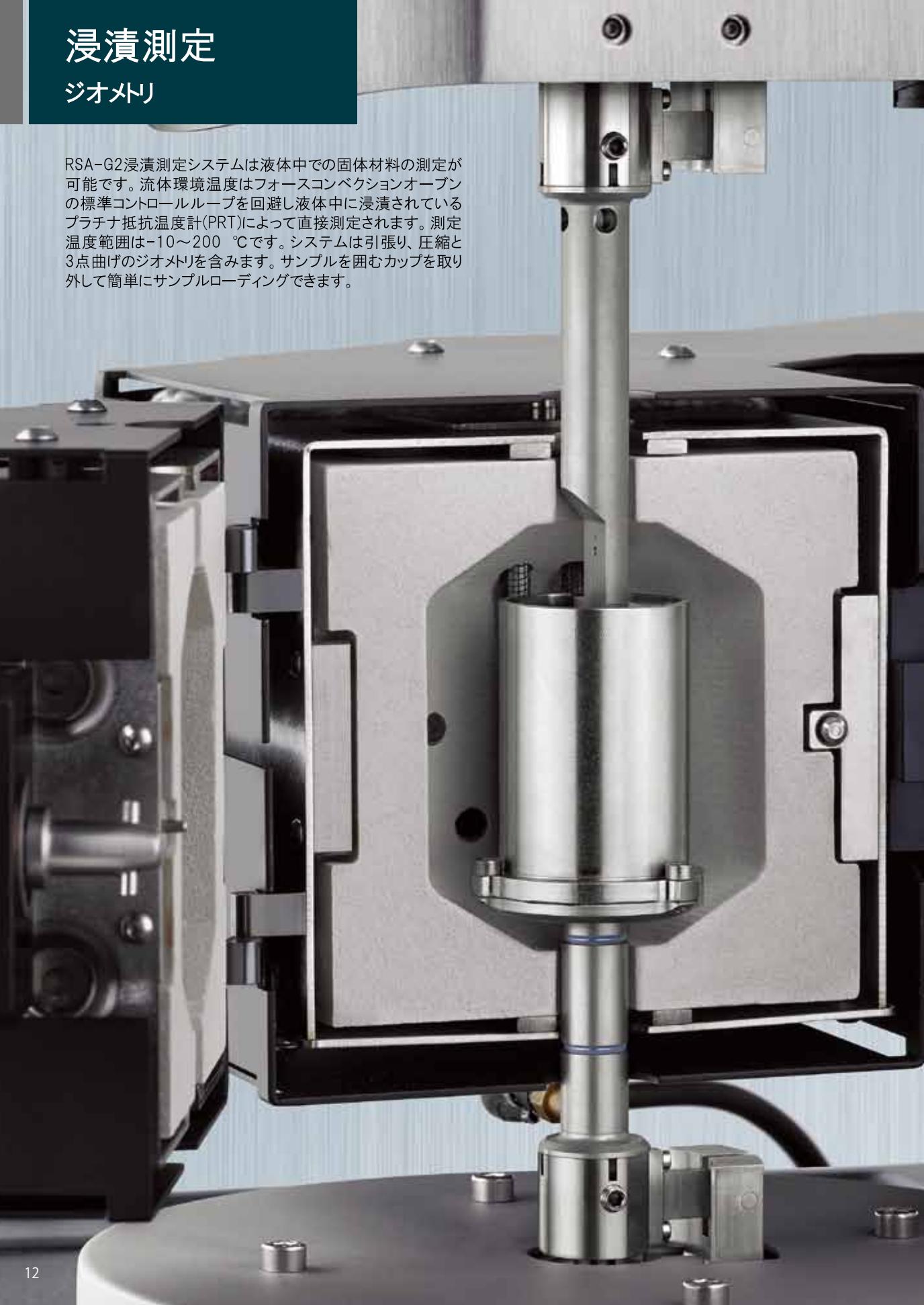
ハードコンタクトレンズ用治具は、コンタクトレンズの特定の温度範囲で食塩水中の動的機械特性のテストのために設計されています。



# 浸漬測定

## ジオメトリ

RSA-G2 浸漬測定システムは液体中の固体材料の測定が可能です。流体環境温度はフォースコンベクションオーブンの標準コントロールループを回避し液体中に浸漬されているプラチナ抵抗温度計(PRT)によって直接測定されます。測定温度範囲は-10~200 °Cです。システムは引張り、圧縮と3点曲げのジオメトリを含みます。サンプルを囲むカップを取り外して簡単にサンプルロードできます。





引張り

〈サンプルサイズ〉  
最大長さ 25 mm  
最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 1.5 mm



圧縮

〈サンプルサイズ〉  
直径 15 mm  
最大厚さ 10 mm



3点曲げ

〈サンプルサイズ〉  
長さ 10 mm, 15 mm, 20 mm  
(スパンピースを交換して対応)  
最大幅 12.5 mm  
最大厚さ 5 mm

## RSA-G2 浸漬アプリケーション

図1は空気中と溶剤中で測定した自動車のコーティングの温度ランプ測定での貯蔵弾性率、損失弾性率と  $\tan \delta$  を示します。溶剤はコーティングの機械的性質に劇的な効果を与えます。水は材料を可塑化させる効果があります。ガラス転移温度は102 °Cから73 °Cと約29 °Cの低下が観察されます。

図2は3日間25 °Cの合成潤滑油に浸したエラストマーサンプルの周波数スイープを示します。丸1日、2日、3日浸したサンプルを測定しました。貯蔵弾性率  $E'$  は3日間で16%も減少しました。

図1: 自動車のコーティング剤への溶媒の影響

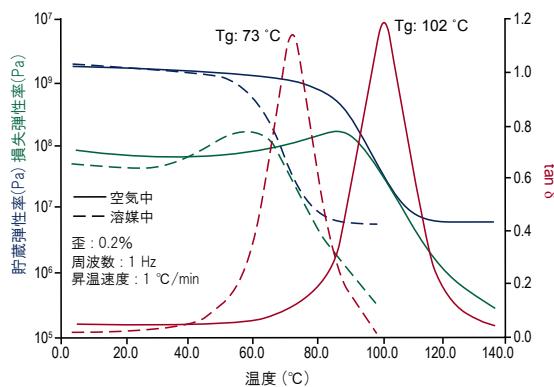
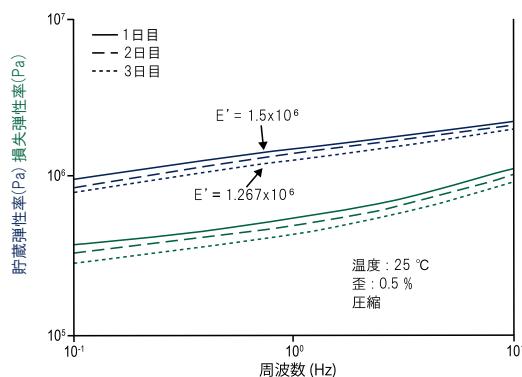


図2: 合成潤滑油中にエラストマー



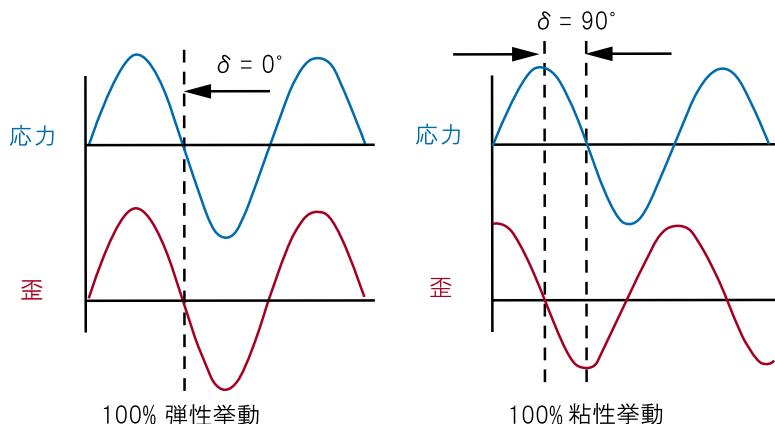
# 動的粘弹性測定

## テストモードとアプリケーション

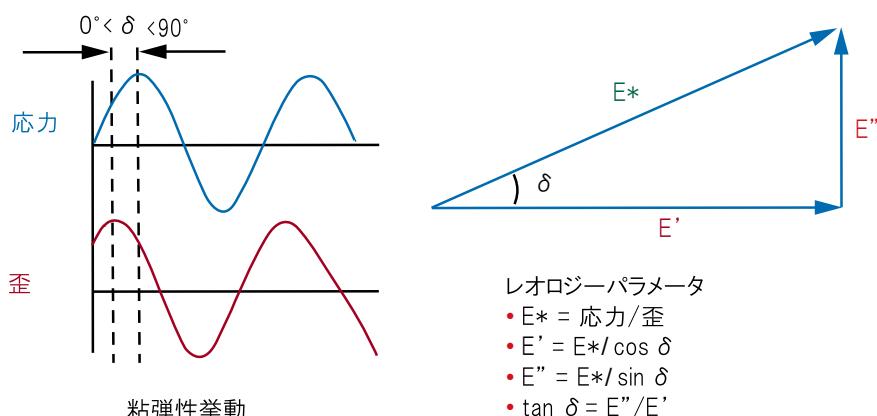
### 動的粘弹性測定, DMA

DMAは材料の粘弹性特性を測定する一般的な測定装置です。材料の弾性と粘性の両方の性質は2つの正弦波(入力と出力)間の位相差で正弦波の歪(応力)と正弦波の応力(歪)を課して調べることができます。位相角は純粋な弾性材料では $0^\circ$ 、純粋な粘性材料では $90^\circ$ です。動的粘弹性材料では歪の割合に応じて $0\sim90^\circ$ の間の位相角を示します。下図は得られたレオロジーパラメータの種類と正弦波の応答を示します。粘弹性パラメータは歪の振幅、周波数、時間、温度の関数として測定され、各々の重要な測定例が示されます。

純弾性挙動と純粘性挙動



粘弹性挙動とパラメータ



## 歪スイープ

周波数と温度を一定に保ち、歪を変化させます。歪スイープテストは線形粘弾性領域を識別するために用いられます。材料の分子配列が平衡状態から逸脱しないよう、構造特性を提供します。応答は内部の動的プロセスを反映したものです。図3はエラストマーサンプルをデュアルカンチレバーで10 Hz、歪スイープで測定したものです。低歪側では線形領域であり弾性率は歪振幅にかかわらずほぼ一定です。歪約0.1%で弾性率が減少し始め線形領域の終わりを示します。非線形領域での入力歪に対する出力応力応答は正弦波ではありません。RSA-G2が集めるより高い奇数の高調波のように、非線形の影響が現われます。図はそれぞれの歪値における、最初の高調波に対する第3の強度比率を示します。歪スイープテストは、ゴム中のMullins効果の理解、あるいは材料の弾力性を比較する等の実験で使われます。

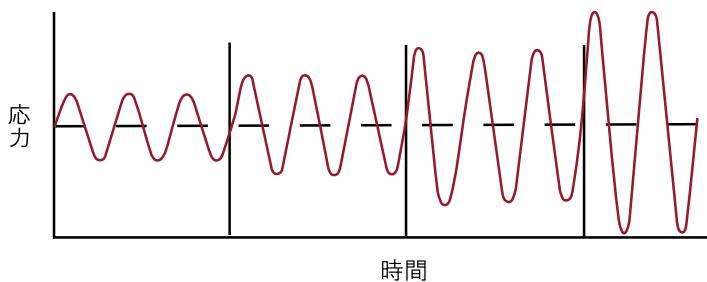
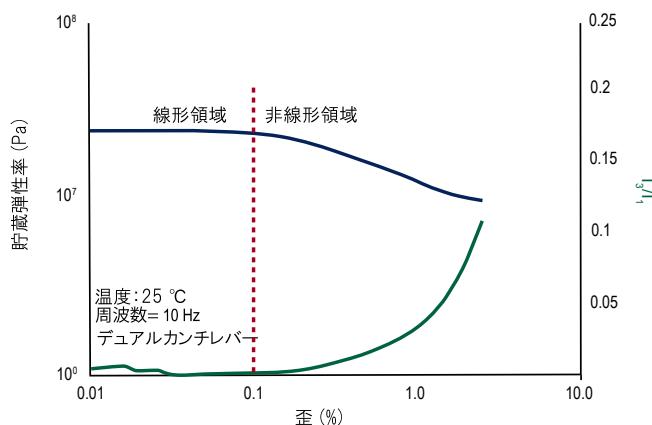


図3: エラストマーの歪スイープ



# 動的粘弾性測定

## テストモードとアプリケーション

### 温度ランプ

温度ランプとステップテストは一般的なDMA測定法です。温度を変化させて粘弾性特性を測定する技術は $\beta$ ,  $\gamma$ 転移同様、 $\alpha$ 転移、ガラス転移温度Tgを得るための極めて感度が良い技術です。温度ランプでは等速昇温速度が適用されます。標準的な昇温速度は1~5 °C / 分です。材料の応答は定義された時間間隔、線形領域内の振幅におけるひとつの、あるいは複数の周波数で観察されます。図4はシングルカンチレバーでポリカーボネートを温度ランプ測定した例を示します。ガラス領域からデータが始まり、融解まで測定できている点をご確認ください。複数のパラメータはE'の開始点またはE''のピークまたはtan δ等、転移を決定するために使われています。転移が起こる温度は選択したパラメータに依存します。

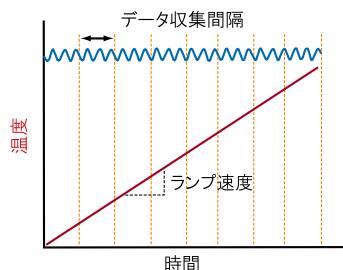


図4:ポリカーボネートの温度ランプ

図4はシングルカンチレバーでポリカーボネートを温度ランプ測定した例を示します。ガラス領域からデータが始まり、融解まで測定できている点をご確認ください。複数のパラメータはE'の開始点またはE''のピークまたはtan δ等、転移を決定するために使われています。転移が起こる温度は選択したパラメータに依存します。

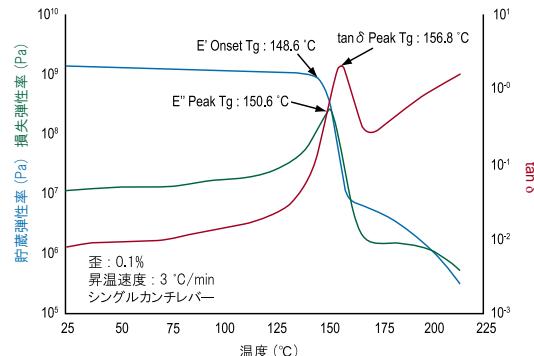
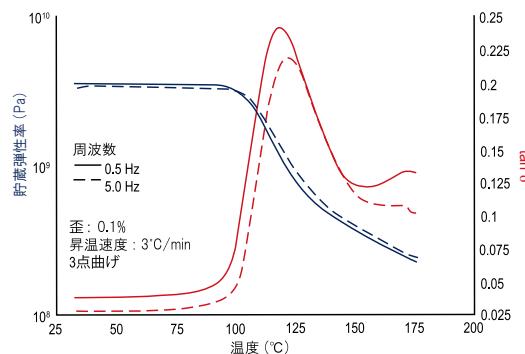


図5:様々な周波数でのPPSの温度ランプ

Tgがキネティックコンポーネントを持っているため、変形の周波数(率)によって強く影響をうけます。周波数が増加すると分子緩和がより高い温度で起こるので、結果としてTgはより高い温度にシフトするでしょう。PPSのガラス転移の周波数依存の例を図5に示します。転移領域でtan δの形と強度、貯蔵弾性率のピークと傾きが影響を受けていることをご確認ください。



## 周波数スイープ

温度と歪を一定にして周波数を変化させていきます。図6はホモポリマーの粘弾性の特徴と周波数の関数としての $E'$ , $E''$ の変化を示します。周波数は時間の逆関数となるので、固体の挙動に対する短時間の応答や液体の挙動に対する長時間の応答により曲線は時間依存の機械的な応答を示します。 $E'(G')$ 、 $E''(G'')$ の大きさと形は分子の構造に依存します。RSA-G2シアーサンドイッチオメトリを使って70 °Cで粘着剤を測定した例を図7に示します。0.1~100 Hzの限定した範囲で測定されました。この温度と周波数の範囲では、サンプルは平坦(プラトー)領域に達します。

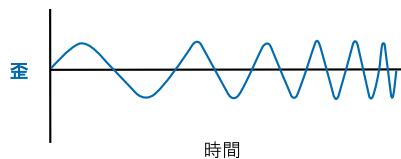


図6:ホモポリマーの粘弾性性質

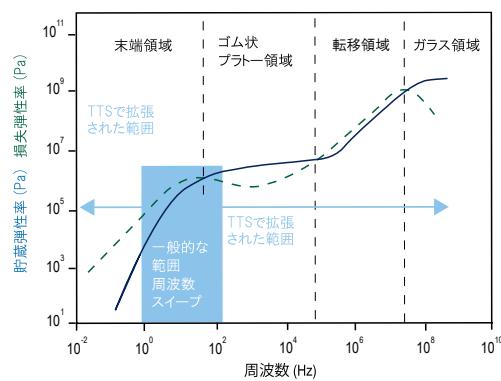
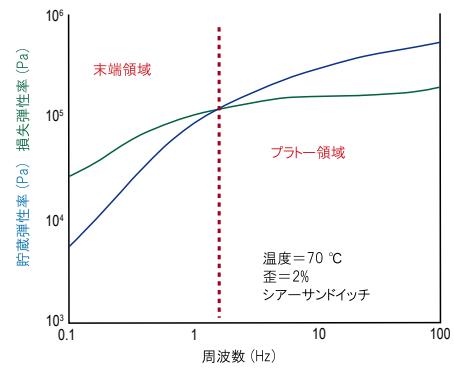


図7:PSAの周波数スイープ



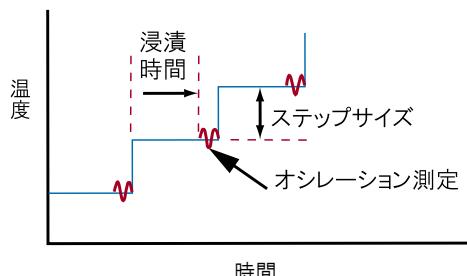
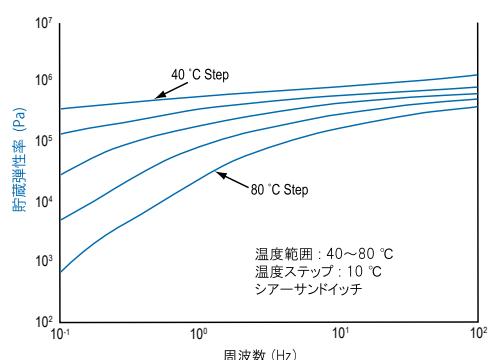
# 動的粘弹性測定 テストモードとアプリケーション

## 温度スイープ

ステップとホールドの温度プロファイルが適用されます。それぞれの温度ステップにおいて、サンプルは材料中の温度が平衡になるまで十分な時間を与えられます。材料の応答は線形領域内の歪におけるひとつの、あるいは複数の周波数で観察されます。

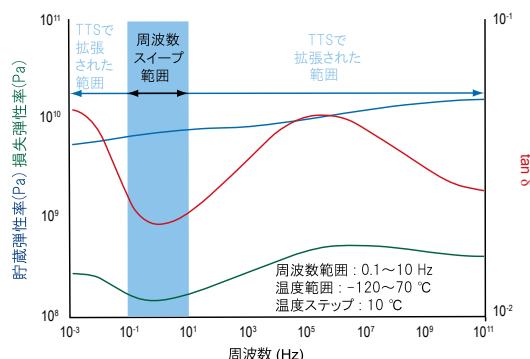
図8は40～80 °Cの温度範囲での粘着剤の温度スイープの結果を示します。10 °Cずつステップさせて0.1～100 Hzの周波数範囲で測定しています。貯蔵弾性率は各10 °Cステップで周波数の関数としてプロットされます。すべての周波数依存性データが同じ温度で集められるので、これは時間-温度スーパー位置の検討に最適です。

図8:PSAの温度/周波数スイープ



時間-温度スーパー位置(TTS)は、広い温度範囲で周波数スイープを測定して周波数範囲を拡張させるために用います。図9は25 °Cでのアクリロニトリルブタジエンスチレン共重合体(ABS)のマスターカーブを示します。この例では、2桁の周波数範囲が14桁に拡張されました。

図9:25 °C ABS時間-温度スーパー位置



## タイムスイープ

温度、歪、周波数を一定にして粘弾性特性を時間関数として測定します。タイムスイープは硬化反応や疲労研究のような時間依存の構造変化に重要な情報を与えます。図10は二液混合エポキシで纖維ガラス束を固めたものをデュアルカンチレバージオメトリで測定した例を示します。測定開始すぐは貯蔵弾性率が低く、エポキシが硬化し硬くなるにつれて増加します。

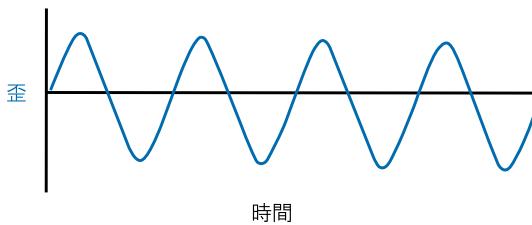
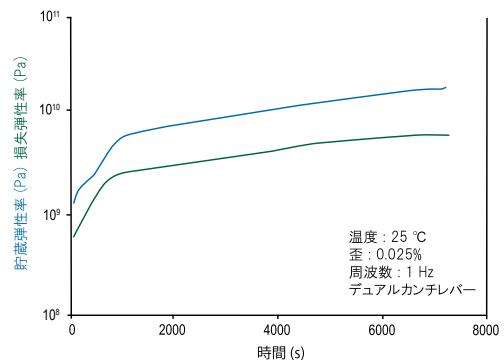


図10:二液混合エポキシのタイムスイープ



# 動的粘弾性測定

## テストモードとアプリケーション

### ステップテスト：クリープと応力緩和

応力緩和、クリープ/リカバリー等のステップテストは、サンプルの変形または応力が段階的に与えられるため、そのように名付けられています。両テストとも、材料の粘弾性を測るための高感度な方法です。クリープ/リカバリーでは、 $t_1$ で一定応力がサンプルに与えられ、結果として生じた歪は時間とともに測定されます。 $t_2$ では応力がゼロになり、リカバリー(反動)歪が測定されます。クリープコンプライアンス $D(t)$ は応力と時間依存性の歪から計算されます。応力緩和では瞬間的な歪がサンプルに与えられ、一定に保持されます。結果として生じる応力減衰は緩和弾性率 $E(t)$ あるいは $G(t)$ を与える時間の関数として測定されます。

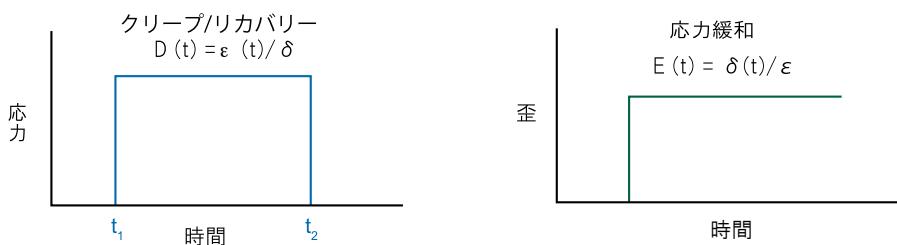


図11:柔らかい泡のクリープ/リカバリー

図11は圧縮での柔らかい泡材料のクリープ/リカバリーの例を示します。2,000 Paの応力が60秒間与えられ、歪の回復が60秒観察されました。

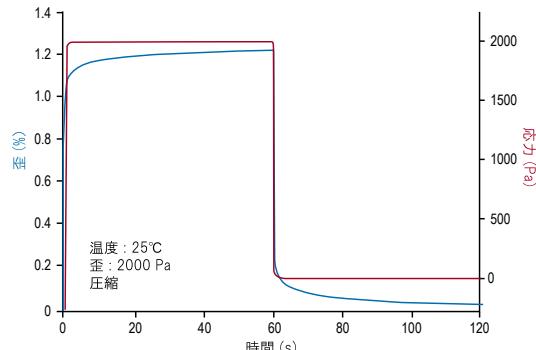
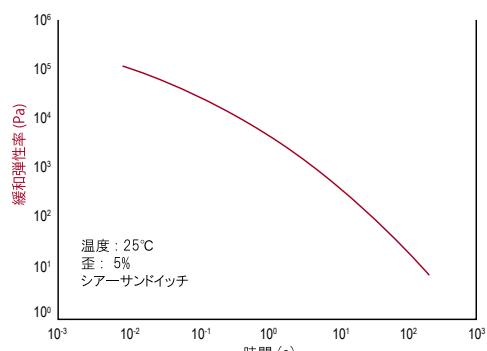


図12:PDMSの応力緩和

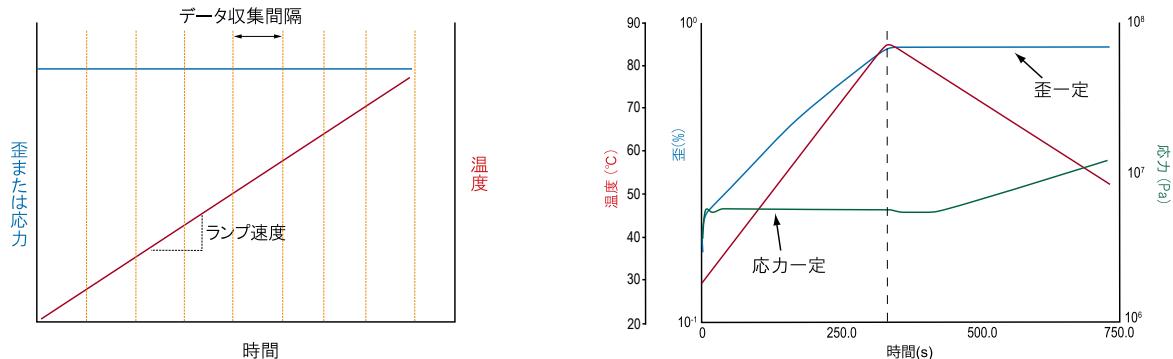
図12はシーサンドイッチクランプ、25 °C、5% 歪でのPDMSの応力緩和弾性率を示します。 $G(t)$ は時間依存性の応力減衰を与えられた歪で割って計算され、材料の緩和時間を直接測る速くて容易な方法となります。



## 等歪と等応力テスト

歪あるいは応力が一定に保持され、等速の昇温速度が適用されます。これらのテストは固定荷重（応力）あるいは一定変形（歪）の条件下での機械的挙動の評価に有効です。図13は引張ジオメトリで測定したPETフィルムのサンプルを示します。応力一定、線形昇温直後に歪一定、線形降温とテストしています。図では応力一定でサンプルが加熱されやわらかくなるにつれ歪がより大きくなつたことが観察されました。85 °Cで歪が一定に保持され、サンプルの温度が下がると、応力が大きくなります。これらの測定は形状記憶材料の特性解析に適しています。

図13: PETフィルムの等応力・等歪測定



## 引張圧縮テスト

RSA-G2では装置のトランスデューサから独立して垂直に配置されたリニアスライドとステッピングモーターにより、最高のテストフレキシビリティをもって引張圧縮テストを行うことができます。サンプルは線形歪速度、Hencky歪速度、荷重、従来の応力-歪カーブを生成するための応力により変形を与えられます。

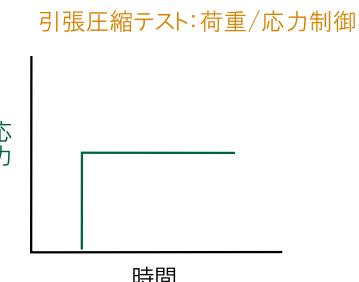
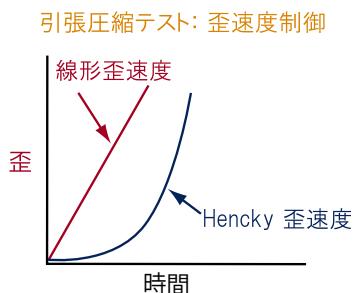


図14: PEストレージバッグの定速引張テスト

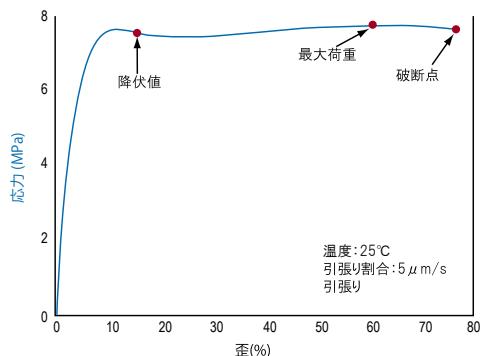


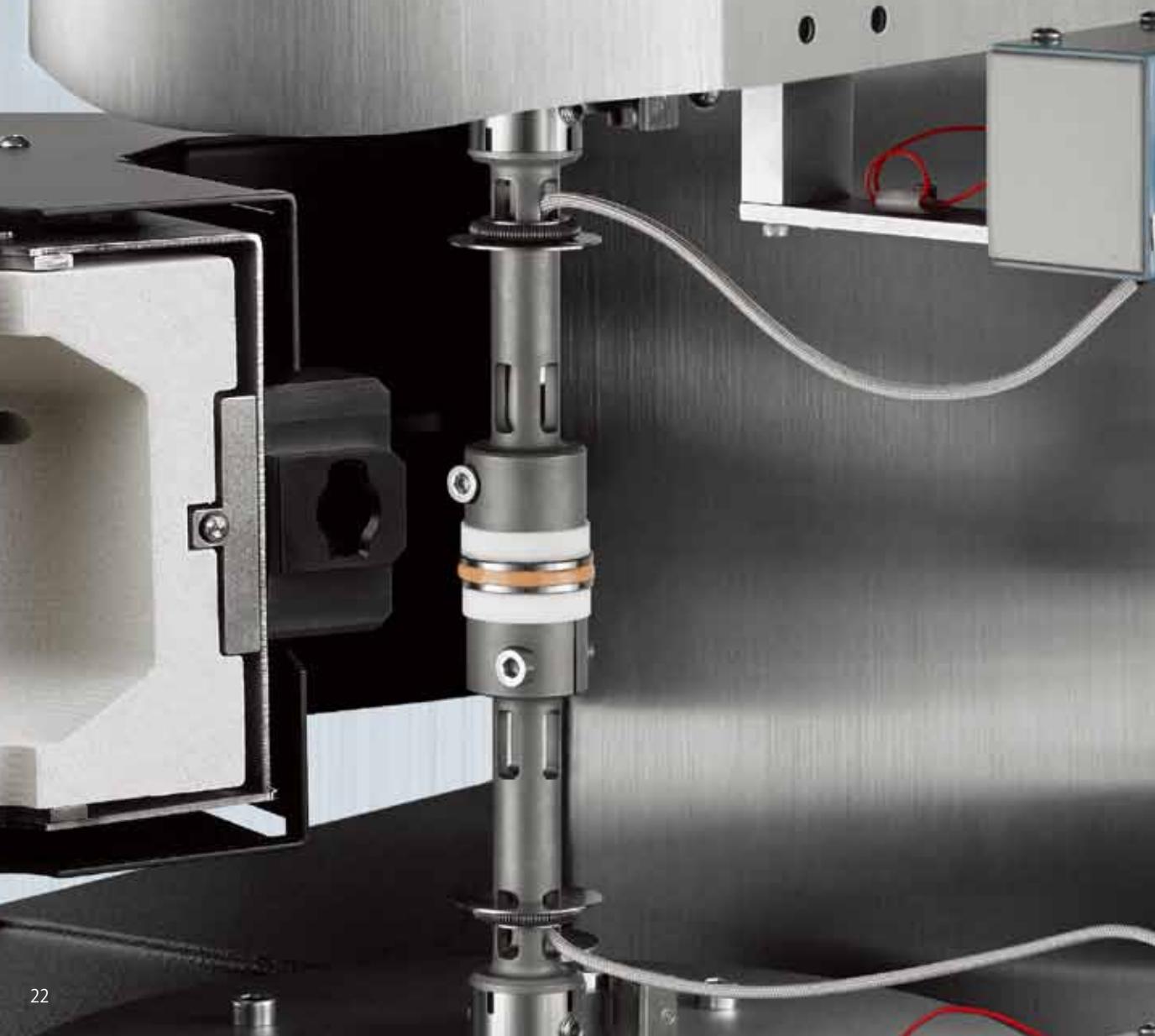
図14はポリエチレンフィルムを25 °C、毎秒5  $\mu\text{m}$ で伸張ジオメトリを使って測定した結果を示します。降伏値、最大引張り強度と破断点を伴う典型的な応力-歪カーブが観察できます。

# DETA

## 誘電熱分析アクセサリ DETA

DETA(誘電分析)は、機械的な荷重(応力)に代わり振動電界(交流電圧)を使います。振動歪がサンプル中の蓄積電荷( $Q$ )となること以外は動的機械分析と同様であり、材料の特性解析に有効な技術です。 $Q$ は  $dQ/dt = AC$  として測定されます。

DETAはサンプルが電荷(キャパシタンス)を格納またはそのバルクに電荷(コンダクタンス)が通過する程度を測定します。それはランダムな双極子の向きや移動性を反映します。この技術はとくにPVC,PVDF,PMMA,PVAのような極性材料の特性解析やエポキシ樹脂、ウレタンシステム等の素材の硬化キネティクスの観察に特に有効です。DETAにおいて利用できる周波数範囲は、従来の動的機械分析の測定範囲より広くなります(最大30 MHzまで)。



# 誘電熱分析

高精度のRSA-G2 DMAとDETAのコンビネーションによりレオロジーと誘電情報の同時取得が可能です。特殊なパラレルプレートが、特定の電圧及び周波数/iesで信号を出す誘電プリッジ(LCRメータ)に直接接続されています。また、サンプル条件の改善よりスタンドアロンの誘電測定が強化されます。つまり、サンプルをパラレルプレートで挟み、荷重が適用され表面接触がよく、オープンによる正確な温度コントロールをしながら測定できます。他の装置では、誘電率は同じギャップでエアとサンプルとのプレートに対するキャパシタンスの比率によって測定されます。温度変化に伴ってプレートの膨張が起こるので、ギャップの変化と誘電率の正確性が損なわれます。RSA-G2のFCO(フォースコンベクションオープン)を使った温度コントロール、ギャップ温度補償能力をもつ軸制御、インターフェース用のソフトウェアがより正確なDETA測定へと導きます。

RSA-G2 DETA 仕様	
ジオメトリ	25 mm パラレルプレート
温度システム	FCO, フォースコンベクションオープン
温度範囲	-150 ~ 350 °C
DEプリッジインターフェース	IEEE Internal to Instrument
利用できる誘電プリッジ	Agilent Model 4285A; 75 kHz ~ 30 MHz; 0.005 ~ 10 Volts Agilent Model E4980A; 20 Hz ~ 2 MHz, 0.005 ~ 20 Volts

## DETA 測定

RSA-G2 DETAアクセサリはTRIOSソフトウェアを使用して標準的な実験を簡単にプログラムすることができます。実験は等温、单一あるいは複数の誘電周波数での等温タイムスイープテスト、1つあるいは複数の誘電周波数での温度ランプテスト、1つあるいは複数の誘電周波数での温度ステップ、ホールドテスト等が可能です。

## 周波数スイープ

図15は常温でゴムの誘電周波数スイープの例を示します。20 Hz～2 MHzの周波数範囲での貯蔵、損失誘電率とtan δを示します。

## 温度ランプ

図16は1 kHz, 10 kHz, 100 kHz, 1 MHzでのPMMAの温度ランプ例を示します。転移領域で周波数が増加するとε'が小さくなっていくことが確認でき、tan δの転移ピークは高温側にシフトしていることが分かります。

図15:ゴムの誘電周波数スイープ

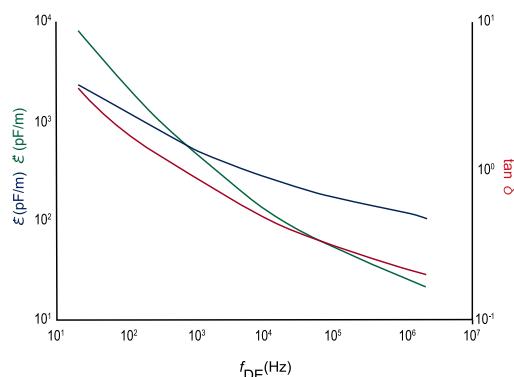
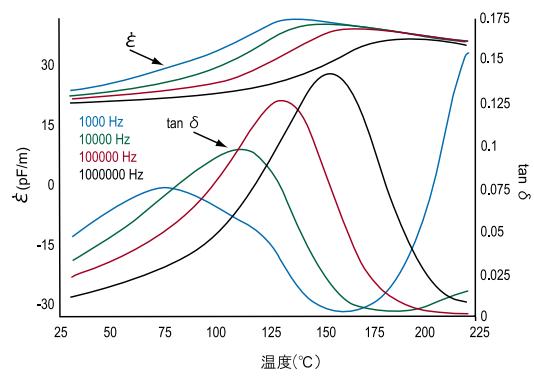


図16:PMMAのDETA温度ランプ測定



## NOTES

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---





tainstruments.co.jp

ティー・エイ・インスツルメント・ジャパン株式会社

本 社 〒141-0031 東京都品川区西五反田5-2-4レキシントン・プラザ西五反田6F  
TEL(03)5759-8500 FAX(03)5759-8508

大阪営業所 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10サムティ新大阪フロントビル10F  
TEL(06)6303-6550 FAX(06)6303-6540

[www.tainstruments.co.jp](http://www.tainstruments.co.jp)

\*製品の仕様は予告なく変更される場合があります。ご了承ください。