(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3641556号
(P3641556)
(45)発行日　平成17年4月20日(2005.4.20)　(24)登録日　平成17年1月28日(2005.1.28)

(51)Int.Cl.[7]　F I
G01N 19/00　G01N 19/00　B

請求項の数 5　(全 14 頁)

(21)出願番号　特願平10-327030
(22)出願日　平成10年11月17日(1998.11.17)
(65)公開番号　特開平11-218483
(43)公開日　平成11年8月10日(1999.8.10)
審査請求日　平成14年2月19日(2002.2.19)
(31)優先権主張番号　特願平9-323570
(32)優先日　平成9年11月25日(1997.11.25)
(33)優先権主張国　日本国(JP)

(73)特許権者　503460323
エスアイアイ・ナノテクノロジー株式会社
千葉県千葉市美浜区中瀬１丁目８番地
(74)代理人　100079212
弁理士　松下　義治
(72)発明者　中村　信隆
千葉県千葉市美浜区中瀬１丁目８番地　セイコーインスツルメンツ株式会社内
(72)発明者　武田　晴男
千葉県千葉市美浜区中瀬１丁目８番地　セイコーインスツルメンツ株式会社内
(72)発明者　武　政文
千葉県千葉市美浜区中瀬１丁目８番地　セイコーインスツルメンツ株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】粘弾性測定装置

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
試料の少なくとも一端を支持する試料ホルダーと、前記試料ホルダーと独立して、前記試料の一部を支持する試料チャックと、前記試料ホルダーに対して相対位置を変えられる検出器支持体と、前記試料チャックに連結されるとともに前記検出器支持体に弾性的に支持される検出棒と、前記検出器支持体に対する前記検出棒の長手方向の位置変化を捕らえる変位検出器と、前記検出器支持体に固定され前記検出棒の一端に長手方向に力を作用させる結果前記検出棒および前記試料チャックを介して前記試料に応力を付与する力発生器と、前記力発生器に接続され試料に付与する応力の時間に対する目標関数を設定できるプログラム関数発生器と、前記変位検出器の出力が零に近づくよう前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対位置を変化させる帰還制御手段と、前記力発生器の出力および前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量を記録する記録手段とを備え、前記力発生器の出力から試料に加わる静的応力、前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量から試料に生じる静的歪みが得られ、両者の関係から試料の静的粘弾性測定が可能となることを特徴とする粘弾性測定装置。
【請求項２】
試料の少なくとも一端を支持する試料ホルダーと、前記試料ホルダーと独立して、前記試料の一部を支持する試料チャックと、前記試料ホルダーに対して相対位置を変えられる検出器支持体と、前記試料チャックに連結されるとともに前記検出器支持体に弾性的に支持される検出棒と、前記検出器支持体に対する前記検出棒の長手方向の位置変化を捕らえる

変位検出器と、前記検出器支持体に固定され前記検出棒の一端に長手方向に力を作用させる結果前記検出棒および前記試料チャックを介して前記試料に応力を付与する力発生器と、前記力発生器に直流的な力を出力させるために直流信号を発生する直流発生器と、前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量の時間に対する目標関数を設定できるプログラム関数発生器と、前記変位検出器の出力が零に近づくよう前記直流発生器の出力を変化させる帰還制御回路と、前記力発生器の出力および前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量を記録する記録手段とを備え、前記力発生器の出力から試料に加わる静的応力、前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量から試料に生じる静的歪みが得られ、両者の関係から試料の静的粘弾性測定が可能となることを特徴とする粘弾性測定装置。

【請求項３】

試料の少なくとも一端を支持する試料ホルダーと、前記試料ホルダーと独立して、前記試料の一部を支持する試料チャックと、前記試料ホルダーに対して相対位置を変えられる検出器支持体と、前記試料チャックに連結されるとともに前記検出器支持体に弾性的に支持される検出棒と、前記検出器支持体に対する前記検出棒の長手方向の位置変化を捕らえる変位検出器と、前記検出器支持体に固定され前記検出棒の一端に長手方向に力を作用させる結果前記検出棒および前記試料チャックを介して前記試料に応力を付与する力発生器と、前記力発生器に直流的な力を出力させるために直流信号を発生する直流発生器と、前記力発生器に周期的な力を出力させるために周期関数信号を発生する周期関数発生器と、前記変位検出器の平均出力が零に近づくよう前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対位置を変化させる帰還制御手段と、前記力発生器の直流出力および前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量を記録する記録手段と、前記周期関数発生器の周期関数信号と前記変位検出器で捕らえられる変位信号の周期関数成分とに対しフーリエ変換処理を行う演算器とを備え、前記力発生器の出力から試料に加わる静的応力、前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量から試料に生じる静的歪みが得られ、両者の関係から試料の静的粘弾性測定が可能となるとともに、前記演算器は演算結果として前記試料の動的粘弾性を出力できることを特徴とする粘弾性測定装置。

【請求項４】

前記周期関数発生器は周期関数信号の発生と停止を交互に繰り返し、停止期間にのみ前記帰還制御手段が動作することを特徴とする請求項３記載の粘弾性測定装置。

【請求項５】

前記周期関数発生器が発生する周期関数は、互いに異なる周波数を備えた複数の正弦波を加算して得られる合成波関数であり、前記演算器は、前記複数の正弦波の各周波数に対応する複数通りの試料の動的粘弾性値を出力できることを特徴とする請求項３記載の粘弾性測定装置。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】

本発明は、材料の静的および／または動的な粘弾性を測定する装置に関するものである。

【０００２】

【従来の技術】

従来、この種の発明に関しては、特公昭５７－４０９６３号公報（以下、第１の従来例と言う）にみられるような材料の応力と歪みの関係を測定する装置がある。また、特開昭６３－１３９２３２号公報（以下、第２の従来例と言う）にみられるように機械系を単純化することで、機械強度を増すとともに振動系の軽量化を図り、機械共振の影響を緩和し、材料の動的粘弾性を測定できるように改良した装置がある。更にまた、特開平３－８２９３４号公報（以下、第３の従来例と言う）にみられるように材料には直流加算した交流力を加え、材料に発生する歪みのうち直流歪み成分は機械的に補償し交流成分のみから材料の動的粘弾性を引っ張り方式で測定できるように改良した装置がある。

【０００３】

これらの従来の装置においては、いずれも検出棒を介して試料に力が伝えられ、試料の歪みは検出棒と外部の支持体との間に設けられた変位検出器で検出されるという共通点がある。一方、これらの装置における検出棒は何らかの形で装置内の支持体に支持される必要があり、第１の従来例では天秤支持機構が用いられ、第２、第３の従来例では支持体への板バネ固定が用いられた。

【０００４】

【発明が解決しようとする課題】

上記各従来装置においては、検出棒支持の各方式に一般的に要求される特性として、検出棒と支持体間の摩擦が小さいこと（検出棒と支持体間の粘性抵抗が小さいこと）が挙げられる。

これに加え、試料の静的粘弾性測定の目的には、検出棒と支持体間の弾性結合定数（バネ定数）が小さいことが要求される。

【０００５】

また、試料の動的粘弾性測定の目的には、慣性による測定誤差を最小化するため検出棒を含む振動部分の質量が小さいことが要求される。また、弾性結合定数と振動部質量の比で決まる振動部の共振周波数が測定周波数より高い必要があるため、検出棒支持体間の弾性結合定数はある程度大きい必要がある。

すなわち、試料の静的粘弾性を測定することと、動的粘弾性を測定することは、いずれも試料に生じる応力と歪みの関係を測定する点では共通性があるが、上記従来例にみられるような検出棒支持の方式では、検出棒と支持体の間の弾性結合定数に関して相反する要求が生じるため、試料の静的粘弾性と動的粘弾性の両方を精度良く測定できる装置は存在しなかった。

【０００６】

実際、第１の従来例にみられる装置を用いて静的粘弾性測定はできるが、天秤機構が有する大きな質量により、動的粘弾性の測定は１Ｈｚ以下の極めて低周波領域に限定される。一方、第２および第３の従来例にみられる装置では数１００Ｈｚ程度の高周波までの動的粘弾性測定を行うことができるが、試料の静的粘弾性を測定する際の応力、歪みの同時変化に対して、板バネのバネ定数を分離することが困難なため、測定精度が得られないという欠点があった。

【０００７】

【課題を解決するための手段】

本発明は、上記の課題を速やかに解決するために開発されたものである。試料の両端または一端を支持する試料ホルダーと、前記試料の一部を支持する試料チャックと、前記試料ホルダーに対して相対位置を変えられる検出器支持体と、前記試料チャックに連結されるとともに前記検出器支持体に弾性的に支持される検出棒と、前記検出器支持体に対する前記検出棒の長手方向の位置変化を捕らえる変位検出器と、前記検出器支持体に固定され前記検出棒の一端に長手方向に力を作用させる結果前記検出棒および前記試料チャックを介して前記試料に応力を付与する力発生器と、前記力発生器に接続され試料に付与する応力の直流成分と交流成分とを設定する関数発生器と、前記変位検出器の直流成分出力が零に近づくよう前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対位置を変化させる機械的帰還制御手段と、前記変位検出器の直流成分出力が零に近づくよう前記力発生器の直流出力を変化させる負帰還制御手段と、前記力発生器の出力および前記試料ホルダーに対する前記検出器支持体の相対移動量を記録する記録手段と、前記周期関数発生器の周期関数信号と前記変位検出器で捕らえられる変位信号の周期関数成分とに対しフーリエ変換処理を行う演算器と、から構成されている。

【０００８】

上記構成の作用は、まず、試料ホルダーと試料チャックに保持された試料に、力発生部から検出棒を介して直流力と交流力の一方、または両方が印加される。このとき、試料と弾性支持体の線形粘弾性を反映して、直流力に対しては直流的歪み、交流力に対しては交流的歪みが発生し、いずれも変位検出器で捕らえられる。

【０００９】
変位検出器で捕らえられる交流的歪みは印加された交流力との比較により試料と弾性支持体との合成された動的粘弾性として検出される。試料と弾性支持体の結合を並列的にしておけば、合成された動的粘弾性から弾性支持体の弾性率を単に差し引くことにより、試料の動的粘弾性を知ることができる。
一方、印加された直流力と変位検出器で捕らえられる歪みの直流成分は、変位信号を低域通過濾波器（ローパスフィルタ）を通過させるか、直流波の印加を連続的に交流波の印加を断続的におこなうことにより交流波が印加されない時点の変位を計測することで測定される。このとき、変位信号の直流成分の測定値が零に近づくように測定値に応じて、検出器支持体を移動するか直流力を変化させるかのいずれか一方を行う。このとき検出器支持体の移動量は試料の変形を表しており、弾性支持体には変形は生じない。したがって、印加された直流力はすべて試料に分配される。すなわち、印加された直流力と検出器支持体の移動量はそれぞれ試料の静的な応力、静的な歪みを表すため、試料の静的粘弾性を測定することができる。
【００１０】
【実施例】
以下、本発明を実施例に示した図面に基づき詳細に説明する。
図１中、符号１は試料であり、試料１の一端は、ネジ２ａを介して、試料ホルダ２に固定的に把持されている。試料ホルダ２は支柱３により検出器箱４の外側の下方に固定されている。試料１の他端はチャック５により把持されており、チャック５は垂直に配置された検出棒６の下方の一端に固定されている。尚、試料１の試料ホルダ２及びチャック５への取り付けは、前記実施例に限定されるものではなく、測定の目的によっては、単に支持するだけでもよい。
【００１１】
検出棒６は、検出器箱４下方に設けられた孔を貫通して垂直に設けられている。検出棒６の上方の他端にはコイル７が固定され、コイル７の周囲には検出器支持体１２に固定された永久磁石８が配置され、コイル７に電流を流すと永久磁石８との共働により、検出棒６の長手方向に力が加えられる。すなわち、コイル７と永久磁石８とは、検出棒６に軸方向の力を作用するための電磁力発生器を形成している。
【００１２】
検出棒６は長手方向にのみ運動できるように、二枚の板バネ９、９により検出器支持体１２に弾性的に固定されている。二枚の板バネ９、９は、検出棒６が長手方向に（軸方向）移動するのを可能にし、検出棒６が径方向の移動を規制するものである。二枚の板バネ９、９と検出棒６とは、脱着可能に固定して取りつけることも、また、スライド可能に取りつけることでもよい。
【００１３】
また、二枚の板バネ９、９との間に検出棒６の一部にはコア１０が固定されている。なお、コア１０は検出器箱４の内側部分に配置されている。コア１０の周囲には差動トランス１１がコア１０と隙間を設けて配置されている。差動トランス１１は、検出器支持体１２に固定される形で保持され、コア１０の相対変位を試料１の歪みとして検出する。つまり、コア１０と作動トランス１１とは、歪みを検出する歪み検出器を構成している。検出器支持体１２は軸受け１３、１３によりボールネジ１４と案内棒１５にそれぞれ軸方向に移動可能に係合している。そして、ボールネジ１４と案内棒１５はお互いに検出器箱４に平行に垂直に検出器箱４に保持されている。符号１６は検出器箱４に取り付けられたステップモータであり、ステップモータ１６の軸とボールネジ１４の先端にはそれぞれプーリ１７、１７が固定されている。両プーリ１７、１７の間には駆動ベルト１８が掛けられている。ステップモータ１６の回転に伴うプーリ１７、１７と駆動ベルト１８の運動により、ボールネジ１４は回転し、軸受け１３、１３を介して検出器支持体１２を上下方向に水平を保ったまま移動させることができる。つまり、コイル７、差動トランス１１と板バネ９、９を同時に、同量上下方向に移動させることができるものである。

【００１４】
検出器箱４は支持機構１９にて支持されている。なお、検出器箱４の底部には、検出棒６を通す孔が設けられている。一方、試料１の周囲には、試料１の温度を変える目的で加熱冷却炉２０が配設されている。加熱冷却炉２０は移動機構２１を介して支持機構１９に取り付けられている。移動機構２１は、加熱冷却炉２０を上下に移動することができるようになっている。また、加熱冷却炉２０は、試料１の温度を任意の温度プログラムにて可変することができる。検出器箱４の下部外側と加熱冷却炉２０の上端部との間に、管状ベロース２２が挿入されており、管状ベロース２２の上端部は検出器箱４の底部が固定されている。つまり、加熱冷却炉２０を上げることにより、検出器箱４と管状ベローズ２２と加熱冷却炉２０からなる装置内のほぼ閉空間が形成されるため、ガスの導入と排気のための小孔を管状ベローズ２２にそれぞれ設けガスフローすることで、必要に応じて、試料１の周囲の雰囲気を、たとえば、窒素雰囲気に、設定することができる。また、加熱冷却炉２０を下の方に移動させることにより、加熱冷却炉２０の上端部と管状ベロース２２下端部との間に隙間が発生し、試料１を着脱、交換することができる。
【００１５】
符号３１は、交流関数発生器である。交流関数発生器３１は、永久磁石８とコイル７で形成された電磁力発生器で発生する交流力の波形（例えば、正弦波）と周波数を設定し、その波形信号を発生する。交流関数発生器３１には交流力の振幅を設定・増幅するための増幅器３２が接続されている。
増幅器３２には最適直流値演算器３３が接続されている。最適直流力演算器３３にはスイッチ３４を介して直流電圧発生器３５が接続されており、直流電圧発生器３５は電磁力発生器で発生する直流力を設定する。また、直流電圧発生器３５は加算器３６に接続され、増幅器３２もスイッチ３７を介して加算器３６に接続されており、スイッチ３７が閉じられると加算器３６では交流重畳された直流電圧を発生する。加算器３６にはコイル７が接続されており、加算器３６の出力に応じてコイル７には力が発生され、検出棒６を介して試料１に応力が加えられる。
【００１６】
試料１に加えられた応力に応答して生じる歪みは検出棒６の変位として差動トランス１１で検出され、歪み測定回路４０に送られる。歪み測定回路４０で測定された試料１の歪み信号は、歪み測定回路４０に接続されたローパスフィルタ４１とハイパスフィルタ４５とに分けて通過され、それぞれ取り出される。ローパスフィルタ４１を通過した低周波成分は歪み零位制御回路４２に送られ、ハイパスフィルタ４５を通過した交流成分はアナログデジタル変換器４６を介してフーリエ演算器４７に送られる。
【００１７】
また、前記増幅器３２の出力である試料１の交流応力信号もアナログデジタル変換器４８を介してフーリエ演算器４７に送られる。フーリエ演算器４７では、試料１の歪み振幅と応力－歪み振幅比と応力－歪み位相差が計算され出力される。フーリエ演算器４７には歪み振幅制御器４９が接続され、歪み振幅の測定信号が振幅制御器４９に送られる。歪み振幅制御器４９には目標歪み振幅入力器５０が接続され、目標歪み振幅入力器５０から送られる歪み振幅の目標値に対し、フーリエ演算器４７から送られる歪み振幅の測定信号が何倍大きいか小さいかを計算し、その逆数倍だけ増幅器３２の増幅率を変化させるように機能する。つまり、歪み振幅制御器４９は、試料１の歪み振幅を目標の振幅になるように、増幅器３２の値を設定する。
【００１８】
一方、フーリエ演算器４７で算出された応力－歪み間の振幅比と位相差データは動的粘弾性演算器５１に送られ、そこで試料形状に関する情報と合わせて、試料１の動的粘弾性が決定される。
符号３８はオペレータが時間に対して所望の関数を設定できる関数発生器であり、符号３９はステップモータ１６を駆動するためのステップモータ駆動回路である。
【００１９】

前記歪み零位制御回路４２は、スイッチ４３の働きにより、ステップモータ駆動回路３９または直流電圧発生器３５のいずれか一方に接続される。また、関数発生器３８は、スイッチ４４の働きにより、直流電圧発生器３５に接続される場合と、ステップモータ駆動回路３９に接続される場合と、他に接続されない場合の三通りに切り換えることができる。

【００２０】

ステップモータ駆動回路３９は、アナログデジタル変換器５６を介して静的粘弾性演算器５３に接続されている。一方、直流電圧発生器３５もアナログデジタル変換器５２を介して静的粘弾性演算器５３に接続されている。静的粘弾性演算器５３では、試料形状に関する情報が考慮され、直流電圧発生器３５の出力から試料１の応力が算出され、ステップモータ駆動回路３９の出力から試料１の歪みを算出されることにより、試料１の静的粘弾性が決定される。

【００２１】

動的粘弾性演算器５１および静的粘弾性演算器５３で算出される試料１の粘弾性信号は記憶器５４に蓄えることができる他、プリンタ（図示せず）やＣＲＴ（図示せず）などの記録手段または表示手段に出力できる。

以下、本実施例による装置の動作を説明する。

図１は引っ張り測定の場合の試料把持の構成を示しており、最初、引っ張り測定の際の装置の動作を、以下で説明する。

【００２２】

まず、オペレータは、移動機構２１の動作により加熱冷却炉２０を下げ、試料１を試料ホルダ２とチャック５で把持、又は支持した後、加熱冷却炉２０を上げ試料１を装置にセットする。オペレータは温度制御器５５に所望の温度プログラムを設定しておくことで、試料１の温度を変えたり、ある温度に保持しながら測定することができる。

【００２３】

次に、正弦波による動的粘弾性測定、合成波による動的粘弾性測定、応力制御によるクリープ測定、歪み制御による応力緩和測定の中から、所望の測定モードを設定する。

正弦波による測定が選ばれると、スイッチ３４およびスイッチ３７は閉じられ、スイッチ４３により、歪み零位制御回路４２はステップモータ駆動回路３９に接続され、スイッチ４４により、関数発生器３８は切り離され、他と接続されない。さらに、オペレータは、０．０１Ｈｚから１００Ｈｚの間で、測定周波数を交流関数発生器３１に設定し、歪み振幅の目標値を目標歪み振幅入力器５０に入力し、最適直流力演算器３３には試料の弛みや引っ張り過ぎを防ぐため、交流力に対し何パーセント増しの直流力を加えるか、あるいは、交流力に対し何グラム増しの直流力を加えるか、などの条件を設定する。なお、測定周波数を複数種類設定しておくと、測定周波数は順次変わり設定されたすべての周波数で測定が行われる。

【００２４】

オペレータが装置に測定開始の指令を与えると、まず、差動トランス１１により板バネ９の歪みが検出され、検出された歪み信号は歪み検出回路４０に送られ、ローパスフィルタ４１を介して歪みの低周波成分が歪み零位制御回路４２に送られる。歪み零位制御回路４２では、測定された歪みの低周波成分が零に近づくようにステップモータ１６を駆動するための駆動量を比例制御に基づき算出した後算出された駆動量信号をスイッチ４３を介してステップモータ駆動回路３９に送り、全体として差動トランス１１の出力を絶えず零に戻すように、検出器支持体１２を上下に移動する負帰還制御を行う。このとき、板バネ９から低周波の歪みはいつも取り除かれているから、永久磁石８とコイル７の電磁力発生器で発生された力の低周波成分は、試料１に生じる歪みの低周波成分と完全に釣り合っている。

【００２５】

また、交流関数発生器３１からは所定の周波数の正弦波が出力され、増幅器３２で増幅され、スイッチ３７を介して加算器３６に送られる。一方、増幅器３２に接続された最適直流力演算器３３では電磁力発生器で発生させる最適な直流力が算出され、スイッチ３４を

介して直流電圧発生器３５に送られ、さらに、加算器３６に送られて交流と加算される。加算器３６はコイル７に接続されており、加算器３６から出力される、交流重畳された直流信号は、コイル７により検出棒６を介して試料１と板バネ９に印加される交流重畳された直流力に変換される。このとき、検出器支持体１２に対する前記の負帰還制御の結果、実際には、試料１には交流重畳された直流力が加わるのに対し、板バネ９には交流力のみが加わり、直流力は加わらない。

【００２６】

試料１および板バネ９に印加される交流力は両者に交流的な歪みを生じさせる。この交流歪みは差動トランス１１で検出され、歪み測定回路４０、ハイパスフィルタ４５、アナログデジタル変換器４６を経由してデジタル信号に変換された後、フーリエ演算器４７に送られる。フーリエ演算器４７では、以下の演算（数１）により、試料１および板バネ９に同時に生ずる交流歪みの振幅を算出する。

【００２７】

【数１】

$$a=(2/N)\sum_{i=1}^{N} x_i \cos(2\pi i/N)$$

$$b=(2/N)\sum_{i=1}^{N} x_i \sin(2\pi i/N)$$

交流歪みの振幅：$(a^2+b^2)^{1/2}$

N：分割数、i：データ番号、π：円周率、x：歪み信号

【００２８】

こうして得られた歪み振幅の測定値は歪み振幅制御器４９に送られ、目標歪み振幅入力器５０から送られる歪み振幅の目標値との比較により、次回の増幅器３２の増幅率が決定される。以上の歪み振幅制御の結果、全体として、試料１に生ずる交流歪みの振幅は絶えずオペレータにより設定された目標値に近い値に制御されることとなる。

【００２９】

また、増幅器３２の出力である正弦波交流はアナログデジタル変換器４８を介してデジタル信号化された後フーリエ演算器４７に送られる。フーリエ演算器４７では、以下の演算（数２）に基づき、試料１と板バネ９に生ずる交流応力と交流歪みの振幅比および位相差を算出する。

【００３０】

【数２】

$$A=(2/N)\sum_{i=1}^{N} F_i \cos(2\pi i/N)$$

$$B=(2/N)\sum_{i=1}^{N} F_i \sin(2\pi i/N)$$

振幅比：$(A^2+B^2)^{1/2}/(a^2+b^2)^{1/2}$

位相差：$(Ab-Ba)/(Aa+Bb)$、F：力信号

【００３１】

フーリエ演算器４７で得られた振幅比と位相差の情報は動的粘弾性演算器５１に送られ、以下のとおり（数３）、試料１の動的粘弾性が決定される。

【００３２】

【数３】

貯蔵弾性率＝（Ｌ／Ｓ）×［振幅比×ＣＯＳ（位相差）－Ｋ］

損失弾性率＝（Ｌ／Ｓ）×［振幅比×ＳＩＮ（位相差）］

Ｌ：試料長さ、Ｓ：試料断面積、Ｋ：板バネの弾性係数

【００３３】

動的粘弾性演算器５１で得られた試料１の動的粘弾性情報は記憶器５４に蓄えられる他、プリンタ（図示せず）やＣＲＴ（図示せず）などの記録手段または表示手段に出力できるのはもちろんのことである。

次に、オペレータが合成波による測定を選択した場合について、上記正弦波測定との違いを中心に説明する。

【００３４】

発明者らが用いた合成波は、図２に見られるような基本正弦波と、その２倍波、４倍波、１０倍波、２０倍波をそれぞれの振幅を等しくして加算した波形である。測定に先立ち、オペレータは前記の正弦波の周波数の設定に代えて、合成波の基本正弦波周波数を０．０１Ｈｚから５Ｈｚの間で、１種類だけ設定する。その他の条件の設定については正弦波の場合と全く同様である。

【００３５】

測定中の装置の動作に関しては、歪み振幅の制御が基本波の振幅に対してのみ行われる点で正弦波測定の場合とやや異なり、また、フーリエ演算器４７で算出される応力－歪みの振幅比および位相差は、合成波測定のモードでは基本波、２倍波、４倍波、１０倍波、２０倍波のそれぞれに対して次のように算出される。

【００３６】

【数４】

$$Aj=(2/N)\sum_{i=1}^{N}F_i\cos(2\pi ij/N)$$

$$Bj=(2/N)\sum_{i=1}^{N}F_i\sin(2\pi ij/N)$$

$$aj=(2/N)\sum_{i=1}^{N}x_i\cos(2\pi ij/N)$$

$$bj=(2/N)\sum_{i=1}^{N}x_i\sin(2\pi ij/N)$$

$$\text{振幅比}:(Aj^2+Bj^2)^{1/2}/(aj^2+bj^2)^{1/2}$$

$$\text{位相差}:(Ajbj-Bjaj)/(Ajaj+Bjbj)$$

$$j:\text{基本周波数に対する倍率}\ (1、2、4、10、20)$$

【００３７】

したがって、動的粘弾性演算器５１では、正弦波測定の場合と同様の手続きにより、５種類の周波数のすべてに対する試料１の動的粘弾性が決定される。

したがって、正弦波測定に比べ時間当たりの情報効率に優れている。しかし、電磁力発生器で発生される力の上限に対し、各周波数成分はそれぞれ５分の１の振幅に制限されるため弾性率の測定範囲は正弦波に比べ狭くなるという短所もある。

【００３８】

次に、オペレータがクリープ測定のモードを選択した際の装置の動作について説明する。

クリープ測定の場合、温度制御器５５と加熱冷却炉２０の働きにより、試料１の温度は一定に保持される。
クリープ測定が選ばれると、スイッチ３４およびスイッチ３７は開かれ、交流関数発生器３１で発生される交流信号はコイル７に送られなくなる。また、スイッチ４３により、歪み零位制御回路４２はステップモータ駆動回路３９に接続され、スイッチ４４により関数発生器３８は直流電圧発生器３５に接続される。オペレータは、矩形波関数を関数発生器３８に入力した後、測定を開始する。

【００３９】

関数発生器３８で発生された矩形波は直流電圧発生器３５、加算器３６を経由してコイル７に送られ、コイル７で生ずる矩形波力は検出棒６を介して試料１と板バネ９の伝達され、両者に生ずる歪みは差動トランス１１で検出される。差動トランス１１で検出された歪み信号は正弦波測定の場合と同様、歪み測定回路４０、ローパスフィルタ４１、歪み零位制御回路４２を介してステップモータ駆動回路３９に送られ、ステップモータ１６を駆動することにより検出器支持体１２を上下に移動し、最終的に差動トランス１１の出力を絶えず零に近づける。このとき、板バネ９の歪みは除去されるため、コイル７の出力は全量、試料１に加えられており、ステップモータ１６の駆動による検出器支持体１２の移動量は試料１の変形量に一致している。

【００４０】

したがって、直流電圧発生器３５の出力をアナログデジタル変換器５２でデジタル値に変換して静的粘弾性演算器５３に送り、ステップモータ駆動回路３９の出力をアナログデジタル制御器５６でデジタル値に変換して静的粘弾性演算器５３に送ることにより、静的粘弾性演算器５３では前者から試料１の応力を、後者から試料１の歪みを次式に基づいて算出できる。

【００４１】

【数５】

$$\text{応力} = \text{直流力} / S$$

$$\text{歪み} = \text{検出支持体１２の移動量} / L$$

$$S：\text{試料断面積}、\ L：\text{試料の長さ}$$

【００４２】

すなわち、静的粘弾性演算器５３では試料１の矩形波応力に対する歪み応答であるクリープ回復測定のデータを得ることができ、試料の静的粘弾性を測定することができる。
次に、オペレータが応力緩和測定のモードを選択した際の装置の動作について説明する。

【００４３】

応力緩和測定の場合もクリープ測定の場合と同様、温度制御器５５と加熱冷却炉２０の働きにより、試料１の温度は一定に保持される。
応力緩和測定が選ばれると、スイッチ３４およびスイッチ３７は開かれ、交流関数発生器３１で発生される交流信号はコイル７に送られなくなる。また、スイッチ４３により、歪み零位制御回路４２は直流電圧発生器３５に接続され、スイッチ４４により関数発生器３８はステップモータ駆動回路３９に接続される。オペレータは、矩形波関数を関数発生器３８に入力した後、測定を開始する。

【００４４】

関数発生器３８で発生された矩形波はステップモータ駆動回路３９を経由してステップモータ１６に送られ、ステップモータ１６の運動により検出器支持体１２は矩形波状に移動する。このとき、検出器支持体１２の移動総量は試料１の変形と板バネ９の変形とに分配され、板バネ９に生ずる歪みのみが差動トランス１１で検出される。差動トランス１１で

検出された歪み信号は、歪み測定回路４０、ローパスフィルタ４１を介して歪み零位制御回路４２に送られる。歪み零位制御回路４２では、測定された歪みの低周波成分が零に近づくようにコイル７で発生すべき直流力を比例制御に基づき算出した後、算出された直流力信号をスイッチ４３を介して直流電圧発生器３５に送り、全体として差動トランス１１の出力を絶えず零に戻すように、電磁力発生器の発生する直流力を変化させる負帰還制御を行う。このとき、板バネ９の歪みは除去されるため、コイル７の出力は全量、試料１に加えられており、ステップモータ１６の駆動による検出器支持体１２の移動量は試料１の変形量に一致している。

【００４５】

したがって、直流電圧発生器３５の出力をアナログデジタル変換器５２でデジタル値に変換して静的粘弾性演算器５３に送り、ステップモータ駆動回路３９の出力をアナログデジタル制御器５６でデジタル値に変換して静的粘弾性演算器５３に送ることにより、静的粘弾性演算器５３では前者から試料１の応力を、クリープ測定の場合と全く同様に算出できる。

すなわち、静的粘弾性演算器５３では試料１の矩形波歪みに対する応力応答である応力緩和測定のデータを得ることができ、試料の静的粘弾性を測定することができる。

【００４６】

クリープ測定、応力緩和測定の結果はいずれも静的粘弾性演算器５３から記憶器５４に送り、蓄えられる他、プリンタ（図示せず）やＣＲＴ（図示せず）などの記録手段または表示手段に出力できる。

以上の実施例の説明において、いずれも図１に示される引っ張り測定の試料把持構造に基づいて説明した。

【００４７】

しかし、図３に示されるような試料保持構造を用いることにより、実施例の装置を、圧縮、３点曲げ、両持ちバリ、片持ちバリ、ずり、などの各変形様式の下で測定することもできる。その際、両持ちバリ、ずり、の各変形様式における測定については、引っ張りの場合とは異なり、測定中、力の正負が反転してはならない（直流力は絶えず交流力振幅を上回っていなければならない）という要請が不要となるため、スイッチ３４を開き直流力が重畳されない条件で測定を行うこととなる。また、粘弾性の定量に際し試料形状の扱いが一部異なるが、その他の条件や装置の動作に関しては、前記した引っ張り測定の場合と全く同様である。

【００４８】

また、本実施例におけるアナログ信号処理部分の一部をデジタル処理化しプロセッサにより信号処理を行うことや、逆にデジタル信号処理部分の一部をアナログ処理化することができるのはもちろんのことである。

以下に、実施例に示した装置により測定された測定データについて説明する。図４は、ＰＭＭＡ（ポリメタクリル酸メチル）の薄板の動的粘弾性を基本周波数０．５Ｈｚの合成波により測定したものである。試料の加熱速度は毎分４度であり、１３０度近辺で貯蔵弾性率（Ｅ’）の大きな低下と損失弾性率（Ｅ”）および損失正接（ｔａｎδ）のピークが検出され、同時に、０．５～１０Ｈｚの間での周波数分散が確認された。

【００４９】

図５は、ＰＭＭＡの１１５度におけるクリープ回復特性を測定したものである。５分間隔で５０グラム重と５００グラム重の荷重を交互に変化させたときの変形量（歪み）を測定した結果、この温度におけるＰＭＭＡのクリープ回復の様子を知ることができた。

図６は、ＰＭＭＡの１４０度における応力緩和特性を測定したものである。２分間隔で歪み量を４％、矩形波状に変化させ、応力の変化を捕らえた。歪みの変化後、ＰＭＭＡ試料の緩和に伴い、応力が低減する様子を観測することができた。

【００５０】

【発明の効果】

以上述べたように、本発明によれば試料への力の伝達手段であると同時に試料の変形伝達

手段である検出棒を板バネで保持したにもかかわらず、板バネの変形が絶えず零に戻るように負帰還制御を行ったことで板バネのバネ定数効果の分離が容易になり、０．０１Ｈｚから１００Ｈｚの範囲での試料の動的粘弾性測定が可能であるのみならず、クリープ回復や応力緩和などの静的粘弾性の測定も可能となり、材料の粘弾性特性を多面的に分析することが出来る。。また、板バネの平均変位が零であることから、電磁力発生器を形成する永久磁石とコイル位置関係がほとんど変化しないため、コイルに流れる電流と発生力の間の線形性が良く確保され、測定される粘弾性データの精度が高められるという効果も得られた。

【図面の簡単な説明】

【図１】図１は本発明の一実施例を示す一部ブロック図入り断面図である。

【図２】図２は実施例で用いた合成波の１周期分の波形を示す説明図である。

【図３】図３は各種試料支持方法を示す各断面図である。図３ａは圧縮、図３ｂは３点曲げ、図３ｃは両持ちバリ、図３ｄは片持ちバリ、図３ｅはずり持ちの試料保持構造を示す断面図である。

【図４】図４は合成波を用いてＰＭＭＡ（ポリメタクリル酸メチル）の動的粘弾性測定した結果得られたデータである。

【図５】図５はＰＭＭＡの１１５度におけるクリープ回復特性を測定したデータである。

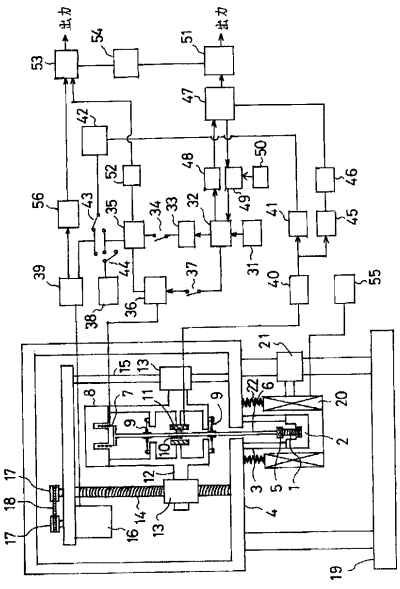
【図６】図６はＰＭＭＡの１４０度における応力緩和特性を測定したデータである。

【符号の説明】

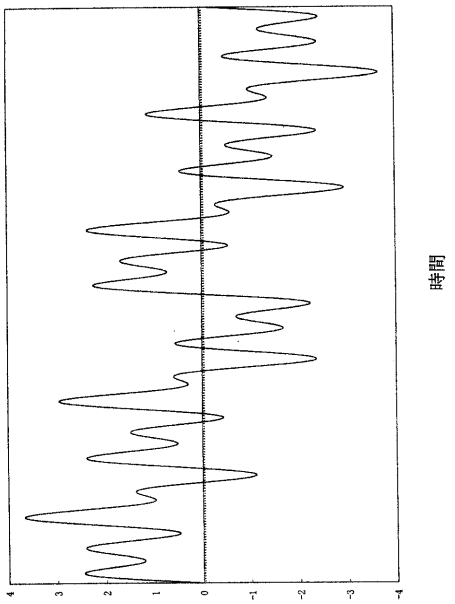
１　試料
２　試料ホルダ
３　支柱
４　検出器箱
５　チャック
６　検出棒
７　コイル
８　永久磁石
９　板バネ
１０　コア
１１　差動トランス
１２　検出器支持体
１３　軸受け
１４　ボールネジ
１５　案内棒
１６　ステップモータ
１７　プーリ
１８　駆動ベルト
１９　支持機構
２０　加熱冷却炉
２１　移動機構
２２　管状ベローズ
３１　交流関数発生器
３２　増幅器
３３　最適直流力演算器
３４　スイッチ
３５　直流電圧発生器
３６　加算器
３７　スイッチ
３８　関数発生器
３９　ステップモータ駆動回路

４０　歪み測定回路
４１　ローパスフィルタ
４２　歪み零位制御回路
４３　スイッチ
４４　スイッチ
４５　ハイパスフィルタ
４６　アナログデジタル変換器
４７　フーリエ演算器
４８　アナログデジタル変換器
４９　歪み振幅制御器
５０　目標歪み振幅入力器
５１　動的粘弾性演算器
５２　アナログデジタル変換器
５３　静的粘弾性演算器
５４　記憶器
５５　温度制御器
５６　アナログデジタル変換器

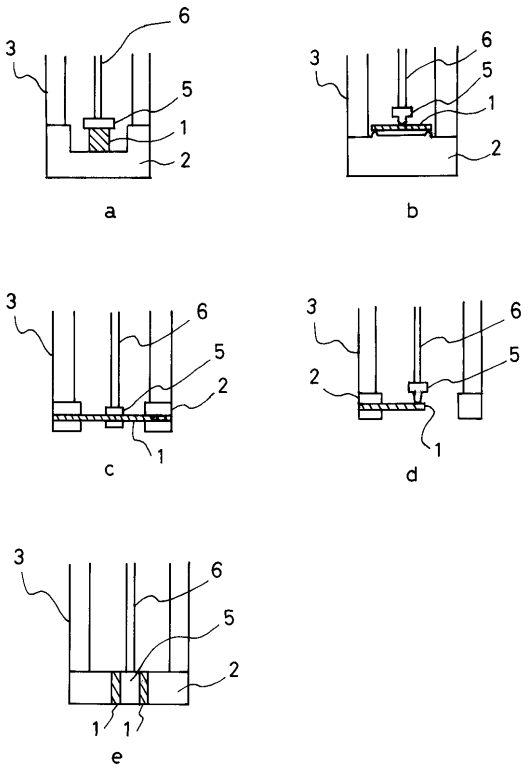
【図１】



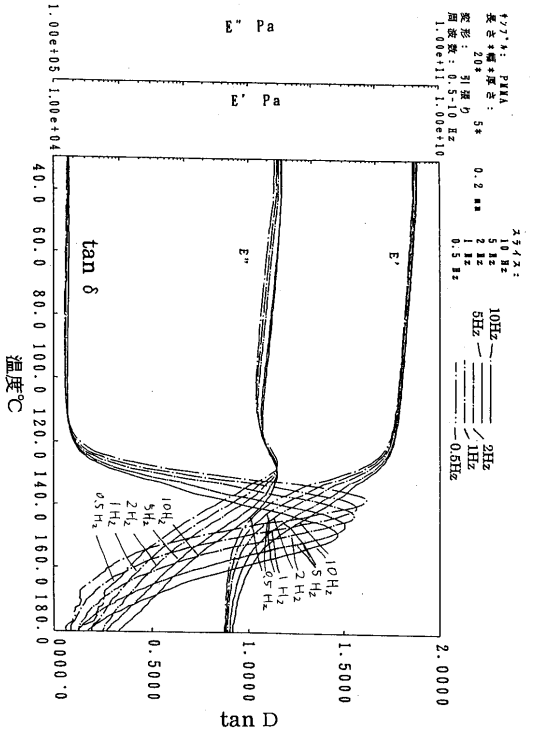
【図２】



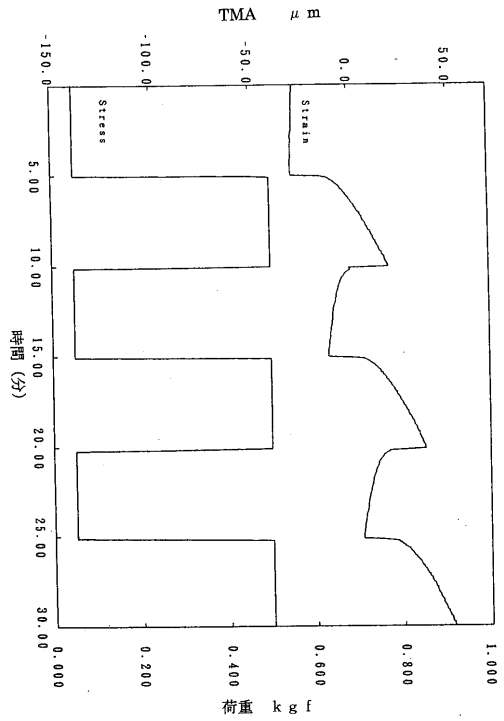
【図３】


a
b
c
d
e

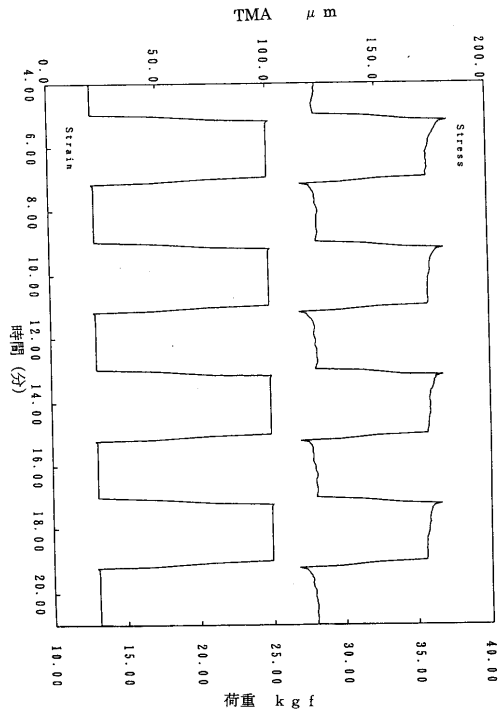
【図４】


E" Pa
E' Pa
tan δ
温度℃
tan D

【図５】


TMA μm
Stress
Strain
時間 (分)
荷重 kgf

【図６】


TMA μm
Strain
Stress
時間 (分)
荷重 kgf

フロントページの続き

審査官　本郷　徹

(56)参考文献　特開平０３－０８２９３４（ＪＰ，Ａ）
特開平０４－１６４２３４（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－１６５２３７（ＪＰ，Ａ）
特公昭５７－０４０９６３（ＪＰ，Ｂ１）
特開昭６３－１３９２３２（ＪＰ，Ａ）
特開昭６０－２５９９３０（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.[7]，ＤＢ名)
G01N 19/00