

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第3620959号
(P3620959)

(45) 発行日 平成17年2月16日(2005.2.16)

(24) 登録日 平成16年11月26日(2004.11.26)

(51) Int.Cl.⁷

F I

GO 1 N 19/00

GO 1 N 19/00

B

GO 1 N 3/00

GO 1 N 3/00

K

請求項の数 2 (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-13174
 (22) 出願日 平成10年1月8日(1998.1.8)
 (65) 公開番号 特開平11-201893
 (43) 公開日 平成11年7月30日(1999.7.30)
 審査請求日 平成14年4月8日(2002.4.8)

(73) 特許権者 000151852
 株式会社東洋精機製作所
 東京都北区滝野川5丁目15番4号
 (74) 代理人 100075188
 弁理士 菊池 武胤
 (72) 発明者 古川 猛夫
 東京都町田市三輪緑山2-129
 (72) 発明者 石田 勝己
 東京都北区滝野川5-15-4 株式会社
 東洋精機製作所 内
 (72) 発明者 久谷 昌之
 東京都北区滝野川5-15-4 株式会社
 東洋精機製作所 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】

速度を制御して試料に静的変位を加えるパルスモータと、試料に正弦振動を与える加振機と、試料に作用する静的張力及び動的力を検出する荷重計と、試料の動的変位を測定する歪計と、試料の温度を制御する恒温槽と、から構成しており、該パルスモータにより試料に静的変位を加えて、該加振機を正弦振動によって駆動する装置であって、該荷重計及び該歪計が検出した静的変形及び動的変形を電気信号に変換し、静的変形を出力のDC成分により、また動的変形を出力のAC成分により、測定する手段を設けていることを特徴とする粘弾性測定装置。

【請求項 2】

静的張力により上記加振機が変動することを防ぐ為に、上記歪計における出力のDC成分をフィードバックする加振機原点調整回路を設けている請求項1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、非線形特性を有する粘弾性体の応力 - 歪曲線を測定しながら非線形複素弾性率及び非線形複素コンプライアンスを測定する粘弾性測定装置に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来の粘弾性測定は、試料に正弦振動を与える加振機と、試料の変位を測定する歪計と、

10

20

試料に作用する力を測定する荷重計と、試料の静的な張力を制御するサーボ系と、試料の温度を制御する恒温槽と、から構成されており、加振機を正弦振動により駆動する粘弾性測定装置を使って測定していた。非線形特性がある試料では、このような装置で大きな動的正弦振動を加えると荷重計と歪計の出力である力と歪の両方に高調波成分が生ずる。これらの成分をフーリエ変換することで非線形複素弾性率及び非線形複素コンプライアンスが求められた。しかし、従来の装置では、小さな静的張力を加えたときのみの非線形粘弾性しか測定できず、大きな静的張力が働いた時の非線形粘弾性は測定できなかった。また、応力 - 歪曲線の測定においては、このような装置とは別に引張試験機で測定しなければならなかった。

【 0 0 0 3 】

10

【発明が解決しようとする課題】

上記の通り、従来の粘弾性測定において、応力 - 歪曲線の測定と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性の測定とを別々の装置で行っていた。しかし、実際は粘弾性試料に静的な変形が加わったうえに、動的な非線形振動を受けている場合が多く、応力 - 歪曲線と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性とは密接な関係を有していることから、応力 - 歪曲線と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性とを同時に測定し解析できる装置の重要性が増しており、このような装置が開発されることを期待されている。

【 0 0 0 4 】

本発明は、上記の問題点や課題を解決するために、応力 - 歪曲線と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性とを同時に測定することができ、定量的かつ高精度に測定することができる粘弾性測定装置を提供することも目的とする。

20

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段】

上記の目的を達成するために、本発明粘弾性測定装置は、速度を制御して試料に静的変位を加えるパルスモータと、試料に正弦振動を与える加振機と、試料に作用する静的張力及び動的力を検出する荷重計と、試料の動的変位を測定する歪計と、試料の温度を制御する恒温槽と、から構成しており、該パルスモータにより試料に静的変位を加えて、該加振機を正弦振動によって駆動する装置であって、該荷重計及び該歪計が検出した静的変形及び動的変形を電気信号に変換し、静的変形を出力のDC成分により、また動的変形を出力のAC成分により、測定する手段を設けていることを特徴とする。

30

また、静的張力により上記加振機が変動することを防ぐ為に、上記歪計における出力のDC成分をフィードバックする加振機原点調整回路を設けている。

【 0 0 0 6 】

【発明の実施の形態】

発明の実施の形態を実施例に基づき図面を参照して説明する。

図1に本発明粘弾性測定装置のブロック図を示してある。本発明非線形粘弾性測定装置は、機械系10と電気系20とからなり、機械系10は、速度を制御して試料1に静的変位を加えるパルスモータ11と、試料1に作用する静的張力及び動的力を検出する荷重計12と、試料1に正弦振動を与える加振機13と、試料1の動的変位を測定する歪計14と、試料1の温度を制御する恒温槽15と、から構成しており、これらは剛直な基盤上に設置されている。

40

【 0 0 0 7 】

また、電気系20は、機械系10とコンピュータ21を結ぶアナログ回路30及びインターフェイス22から構成されている。アナログ回路30は、パルスモータ11を制御し、同時に試料1の静的変位を測定するパルス発生回路31と、荷重計12の出力信号を増幅し、出力のDC成分を静的張力としてインターフェイス22に、また出力のAC成分を非線形粘弾性の動的力としてインターフェイス22に伝達するストレスアンプ32と、振幅制御回路36及び加振機原点調整回路37の出力により加振機13を駆動するパワーアンプ33と、歪計14の変位信号を増幅し、出力のAC成分を動的変位として振幅制御回路36とインターフェイス22とに、また出力のDC成分を加振機原点調整回路37に伝達

50

するストレインアンプ 34 と、恒温槽 15 を温度制御する温度コントロール 35 とから構成されている。

【0008】

また、一般に加振機 13 を正弦振動によって駆動した場合、試料 1 に非線形性があると荷重計 12 及び歪計 14 の両方に高調波歪が生じる。これを防ぐために、本装置におけるアナログ回路 30 では、動的振動をストレスアンプ 32 から送られるストレス信号又はストレインアンプ 34 から送られるストレイン信号に従い高調波がないように制御する振幅制御回路 36 を設けている。また、静的張力により加振機 13 が変動することを防ぐ為に、ストレインアンプ 34 の出力の DC 成分をフィードバックする加振機原点調整回路 37 を設けている。

10

このように構成されているアナログ回路 30 をインターフェイス 22 内の AD, DA 変換器 (図示しない) を介してコンピュータ 21 へ接続することにより、コンピュータ 21 はアナログ回路 30 及び機械系 10 を制御する。

【0009】

以上の構成より、以下の手順で測定する。まず、試料 1 を温度コントロール 35 によって温度制御されている恒温槽 15 内のクランプにセットする。コンピュータ 21 より設定された速度でパルス発生回路 31 よりパルスモータ 11 へパルスが送られる。このパルス数により試料 1 の変位を測定するとともに、ストレスアンプ 32 の出力の DC 成分により静的張力を測定して、応力 - 歪曲線を測定する。

【0010】

20

同時に、任意の歪率を有する正弦振動がパワーアンプ 33 を通して加振機 13 に伝えられ、試料 1 にこの正弦振動が与えられる。試料 1 に作用する動的張力はストレスアンプ 32 の出力の AC 成分のみを取り出すことで検出される。試料に作用する動的変位はストレインアンプ 34 の出力の AC 成分により検出される。また、静的張力により加振機 13 が変動するのを防ぐ為に、ストレインアンプ 34 の出力の DC 成分は加振機原点調整回路 37 によりフィードバックする。また非線形複素弾性率を測定するとき及び非線形複素コンプライアンスを測定するとき、荷重計 12 と歪計 14 の検出波形は両方とも歪み、高調波成分が表れる。これらの成分を増幅したストレスアンプ 32 又はストレインアンプ 34 の出力の AC 成分を振幅制御回路 36 により調整しフィードバックする。振動制御回路 36 はフィードバックした成分が完全に一次成分 (基本周波数) のみになるように正弦振動を制御し、加振機 2 に加える。このように一方に高調波成分が存在しないようにしておき、他方のストレスアンプ 32 の出力の AC 成分をフーリエ分解することで非線形複素弾性率が、又は、ストレインアンプ 34 の出力の AC 成分をフーリエ分解することで非線形コンプライアンスが求められる。

30

【0011】

ストレスアンプ 32 及びストレインアンプ 34 の出力は、インターフェイス 22 内の AD 変換器で AD 変換されコンピュータ 21 に力、変位の波形として取り込まれる。取り込まれたデータはコンピュータ 21 により 1 次, 2 次, ... と順次フーリエ変換により成分を計算する。周波数、温度、初期張力を変化させて、非線形複素弾性率及び非線形複素コンプライアンスを測定する。

40

【0012】

図 2 は、高分子ゴムとして天然ゴム (NR) を用いて、静的張力を加えたときの線形弾性率 $c_1^* = c_1' + i c_1''$ の実部 c_1' , 虚部 c_1'' の周波数スペクトルを示した図であり、図 3 の高分子ゴムとして天然ゴム (NR) を用いて、静的張力を加えたときの 2 次の非線形弾性率 $c_2^* = c_2' + i c_2''$ の実部 c_2' , 虚部 c_2'' の周波数スペクトルを示した図である。これらの図は、温度を 60 に、また、初期張力を 4 通りに設定して、10 mHz ~ 1 kHz のデータを用いて求めたマスターカーブである。

【0013】

なお、n 次の複素弾性率

50

$$c_n^* = c_n' + i c_n'' \quad (n = 1, 2, \dots) \quad (1)$$

を以下のように測定する。

先ず、応力 X を歪 x のべきで展開して形式の式

$$X = c_1 x + c_2 x^2 + c_3 x^3 + \dots \quad (2)$$

(c_1 は線形弾性率、 c_n ($n = 2, 3, \dots$) は n 次の非線形弾性率) に、

$$x = x_0 \cos \omega t \quad (3)$$

を代入し、応力信号をフーリエ変換することにより非線形性による n 倍の高調波 $n\omega$ 成分が現れ、粘性の存在によって、

【0014】

【数1】

10

$$X(t) = \sum_{n=0}^{\infty} \left(X_n' \cos n\omega t + X_n'' \sin n\omega t \right) \quad (4)$$

【0015】

で表現される正弦成分が現れる。また、(4)の $n\omega$ 成分の振幅 X_n' , X_n'' を、

【0016】

20

【数2】

$$c_n' = \lim_{x_0 \rightarrow 0} \frac{2^{n-1} X_n'}{x_0^n} \quad (5a)$$

30

【0017】

【数3】

$$c_n'' = \lim_{x_0 \rightarrow 0} \frac{2^{n-1} X_n''}{x_0^n} \quad (5b)$$

40

【0018】

によって測定することにより、 n 次の複素弾性率式(1)を測定することができる。

【0019】

図2で示すように線形弾性率では静的変位が大きくなると僅かに緩和時間が遅くなる。2次の非線形弾性率実部は静的変位に強く依存し、0.34でほぼ0で、静的変位の増大とともに正で増加する傾向があることがわかる。

【0020】

【発明の効果】

本発明粘弾性測定装置は、速度を制御して試料に静的変位を加えるパルスモータと、試料

50

に正弦振動を与える加振機と、試料に作用する静的張力及び動的力を検出する荷重計と、試料の動的変位を測定する歪計と、試料の温度を制御する恒温槽と、から構成しており、該パルスモータにより試料に静的変位を加えて、該加振機を正弦振動によって駆動する装置であって、該荷重計及び該歪計が検出した静的変形及び動的変形を電気信号に変換し、静的変形を出力のＤＣ成分により、また動的変形を出力のＡＣ成分により、測定する手段を設けていることから、応力－歪曲線と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性とを一台の装置で同時に測定することができるという効果を有する。

【 0 0 2 1 】

また、静的張力により上記加振機が変動することを防ぐ為に、上記歪計における出力のＤＣ成分をフィードバックする加振機原点調整回路を設けていることより、比較的大きな動的10
正弦振動を加えても、力や歪に高調波成分が生ずるおそれがなく、応力－歪曲線と非線形複素弾性率等の非線形粘弾性とを定量的かつ高精度に測定することができるという効果を有する。

【図面の簡単な説明】

【図 1】本発明非線形粘弾性測定装置のブロック図である。

【図 2】本発明非線形粘弾性測定装置の一実施例における線形弾性率の測定結果を示す説明図である。

【図 3】本発明非線形粘弾性測定装置の一実施例における２次の非線形弾性率の実部の測定結果を示す説明図である。

【符号の説明】

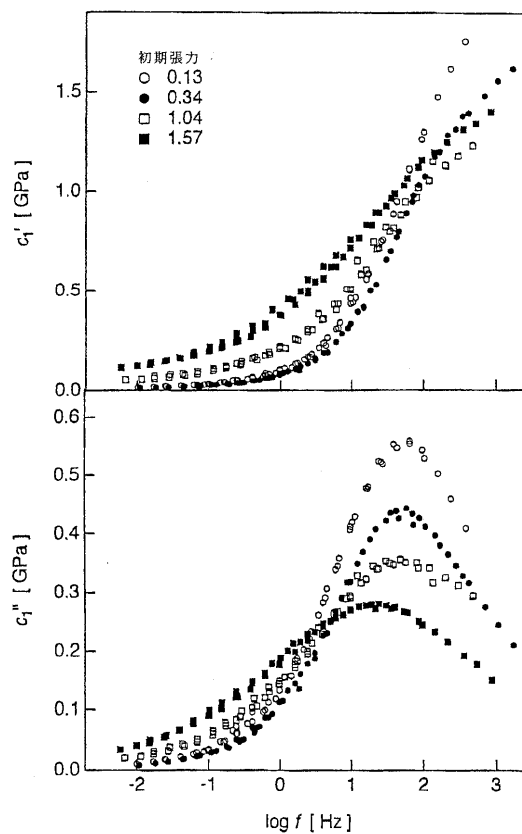
- 1 試料
- 1 0 機械系
- 1 1 パルスモータ
- 1 2 荷重計
- 1 3 加振機
- 1 4 歪計
- 1 5 恒温槽
- 2 0 電気系
- 2 1 コンピュータ
- 2 2 インターフェイス
- 3 0 アナログ回路
- 3 1 パルス発生回路
- 3 2 ストレスアンプ
- 3 3 パワーアンプ
- 3 4 ストレインアンプ
- 3 5 温度コントロール
- 3 6 振幅制御回路
- 3 7 加振機原点調整回路

10

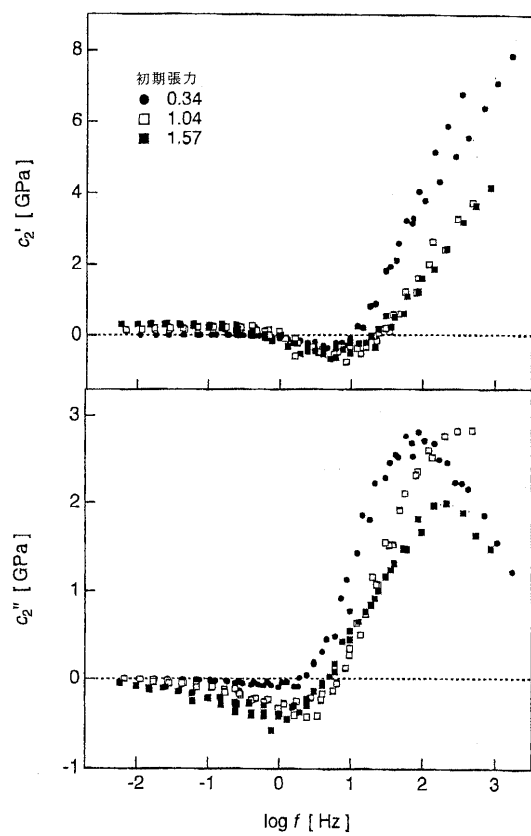
20

30

【圖 2】



【 図 3 】



フロントページの続き

(72)発明者 外口 裕章

東京都北区滝野川 5 - 1 5 - 4 株式会社東洋精機製作所 内

審査官 本郷 徹

- (56)参考文献 特開平 0 3 - 0 8 2 9 3 4 (J P , A)
特開平 0 4 - 1 6 4 2 3 4 (J P , A)
特開平 0 3 - 1 6 5 2 3 7 (J P , A)
特公昭 5 7 - 0 4 0 9 6 3 (J P , B 1)
特開昭 6 3 - 1 3 9 2 3 2 (J P , A)
特開昭 5 2 - 1 3 8 9 8 7 (J P , A)
特開昭 5 5 - 0 7 2 9 3 2 (J P , A)
特開平 0 9 - 0 6 1 3 3 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl.⁷, D B 名)

G01N 19/00

G01N 3/00