

DIPLEXOR 動的粘弾性と複素誘電率の同時測定による シール材損傷度合いのモニタリング

(Dr. Sahbi Aloui, Dr. Horst Deckmann, Dr. Herbert Mucha)



Fig1. DMA EPLEXOR[®] システムと誘電測定用センサー

はじめに

技術的な用途のシール材は2つの異なるコンポーネント間や別体チャンバーとの間での物質の移動を防ぎます。幅広い選択肢の中から使用する目的に適した物性のシール材が選ばれます。圧縮強度、耐温度、耐薬品性に代表されるシール材に求められる物性は母材のポリマーや添加剤のみならずフィラーも大きな影響を与えます。

周囲の環境や使用条件によりシール材の物性は刻々と変化します。経年劣化、熱酸化、機械的な劣化は避けることができません、ある一定期間後に交換する必要があります。費用対効果の面ではシール材は製品寿命の範囲内で行える限り長く使用することが望ましく、シール材の交換は早すぎず、かといって性能低下の漏れによる損傷が発生するほど長く使用することは避ける必要があります。

シール材の損傷の進行度合いは複数種の試験機で得られたデータから総合的に判断することが可能ですが、これら試験機のほとんどは構造が複雑で高価です。

シール材摩耗のモニタリング

シール材の損傷状態をより容易に特定する方法を紹介致します。エラストマーに必要な強化用フィラーは導電性があります。この導電性を持つフィラーがゴム母材に充填され、その充填量が特有のパーコレーションしきい値を超えるとシール材は導電性が得られます。導電体を通過する電流値の変化はフィラーのネットワーク状態と関連しているため、この特性変化からシール材の劣化状態を推測することができます。

試験条件

動的粘弾性測定と誘電率の同時測定によるシール材の機械的損傷の進行度合いを評価するため SBR に 70 重量部のカーボンブラック (N234) を充填したサンプルを用意しました。母材のゴムは絶縁体ですが N234 カーボンブラックはその表面がナノ結晶構造グラファイトのため導電体です。パーコレーションしきい値を超えることが試験に必須の条件であり、70 重量部の充填量はこれを満たしており、サンプル内部で導電性を得るためのネットワークを形成します。

動的粘弾性と誘電率の同時測定は NETZSCH 社の DMA GABO EPLEXOR[®]を使用します。誘電率測定を行うための専用ホルダーと Novocontrol GmbH の広帯域誘電率スペクトロメーターを装備します。測定は室温で圧縮モード行われます。この組み合わせの装置は DIPLEXOR(Fig1.)と呼ばれます。

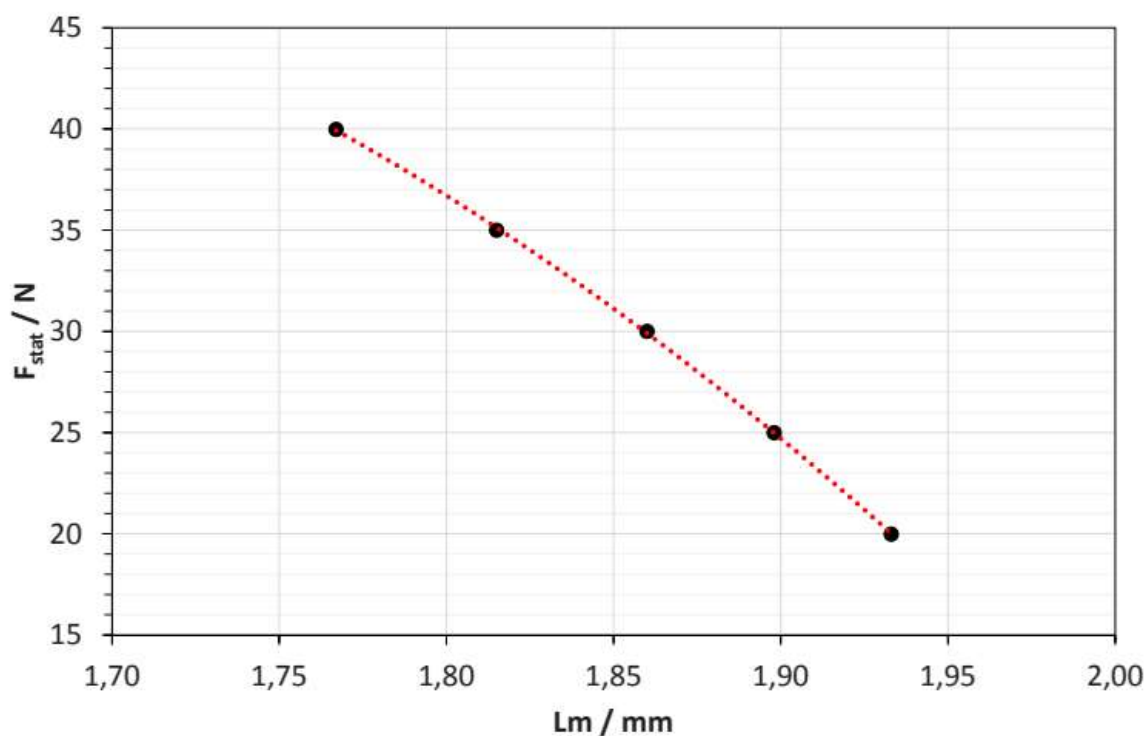


Fig2. SBR に 70phr のカーボンブラック N234 を充填したサンプルの静荷重とサンプル厚みの変化

圧縮用ホルダーは電極としての役割を持ちます。装置の他の部位と電気的に絶縁することで測定される誘電特性はサンプル SBR 固有のものとなります。

サンプルは直径 10mm、厚み 2mm の円盤状で、表面には電極との接触面を良好にし、漂遊電界を減少させるため薄い銀のコーティングをします。測定周波数 1Hz~105Hz 間の誘電スペクトルを記録します。また静荷重は 20N~40N の範囲を 5N 刻みでステップ状に変化させます。

測定結果

SBR サンプルに一定の静荷重を圧縮方向に与えると厚みは変化します。与える静荷重が増えるほどサンプル厚みは小さくなる挙動を表したグラフが Fig2.になります。

実際の使用状況では機械的な負荷により最大 30%程度の厚みの変化が製品に発生することもあります。機械的な負荷が増えると圧縮方向に沿ったフィラー粒子

の再配列や移動、拡散により SBR サンプルの内部摩擦は増えます。フィラーのネットワークの破壊が進行し、サンプル強度は低下します。そのため、徐々に進行するシール材の損傷（強度の低下）はサンプル内の単位面積当たりの導電経路の減少との関連性で評価できます。

外部より正弦電場 $E(\omega)$ を与えると SBR サンプル内部に電流が発生します。これは内部の自由な電荷キャリアがカーボンブラック・クラスター表面を移動する能力が増加することで電場を与える両端をつなぐ連続性のある導電パスができることによります。電流密度 $J(\omega)$ は与える電場に比例し、以下の式で表されます。

$$J(\omega) = \sigma^* \cdot E(\omega)$$

σ^* は複素導電率で $\omega = 2\pi f$ は角周波数です。複素導電率 σ^* はある時間辺りの単位面積当たりの移動した電荷を表します。

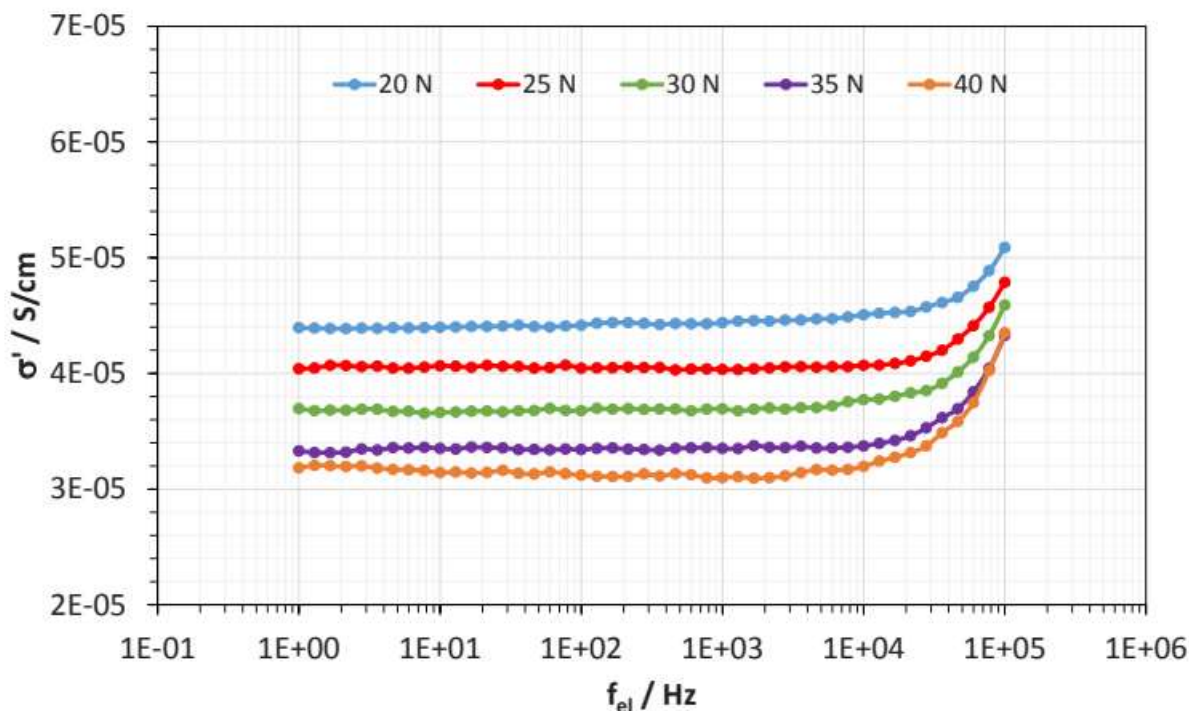


Fig3. 室温における SBR 複素誘電率と周波数のグラフ。静的荷重を数水準で変化。

Figure3 のグラフは与える静荷重による複素導電率 σ^* の変化を表しています。

また、2000Hz まで σ' には周波数依存性が見られない平坦な値で推移し、この値は直流電導度として知られています。より高い周波数では σ' の周波数依存性が現れ、この領域は誘電分散と呼ばれ、電場内におけるこの値の変化はサンプル内の即時の分極化とは関連性がないためです。

明らかに全ての周波数領域において与える静荷重が大

きくなるほど複素導電率 σ^* の実部である σ' は低くなります。与えられる静荷重によりフィラーネットワークの機械的な破壊が進行し、SBR サンプル全体において導電パス密度が減少することに関係しています。

そのため、使用しているエラストマーシール材の σ' の変化から損傷の状態をモニターすることができます。誘電率測定である一定の周波数 f_{el} において静荷重を変化させることで複素導電率の実部である σ' の変化をより顕著に捉えることができます。

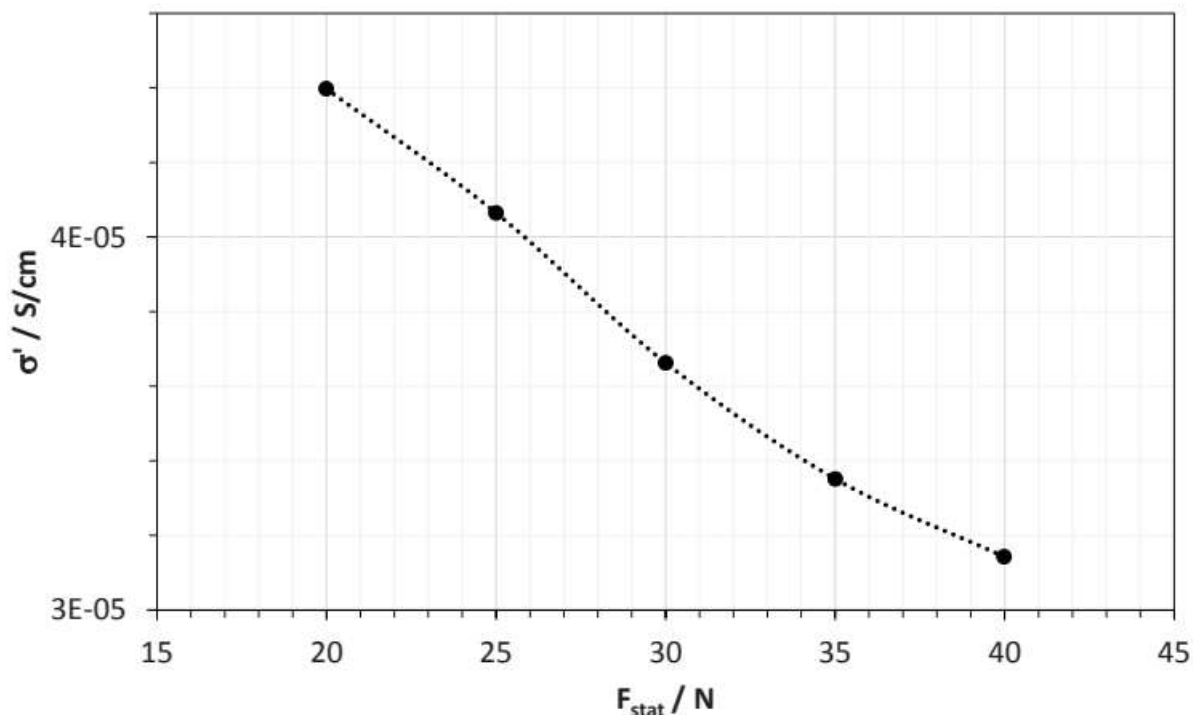


Fig4. カーボンブラック(N234)を70phr 充填した SBR の複素誘電率と静的荷重のグラフ

Fig4.は誘電率測定で周波数 f_{el} を 10Hz に固定した測定データで静荷重への依存性を表しています。与える静荷重が大きくなるほど導電率は低下することがグラフから明らかです。これは SBR 内で静荷重の増加により導電パス密度が低下することによるもので、フィラーネットワークの損傷度を考察することになります。

結論

動的粘弾性測定 (DMA) は製品に機械的な負荷を与え品質管理において主流な装置です。これに誘電分析 (DEA) を加えることで品質管理や製品開発において更なる物性評価を可能にします。誘電解析においては動的粘弾性では得れないほど高周波数レンジまでカバーすることで分子構造などを解明することができます。導電性のフィラーが充填されている限り、サンプルのマイクロ構造を観察するこの貴重な情報により使用している製品の損傷状態を容易に確認できます。

誘電分析における電流値の変化は内部フィラーネットワーク構造の変化、つまりシール材の損傷度合いに関連し

ています。

DIPLEXOR500N は他にないユニークな特長である高い機械的負荷を与えた状態での誘電特性を特定することができるため、材料物性のみならず使用状況下での性能も評価することができます。