

令和元年度  
修士学位論文

動的イオン架橋エラストマーを用いた  
誘電エラストマーアクチュエータの性能評価

岐阜大学大学院  
自然科学技術研究科  
物質・ものづくり工学専攻

安藤 領馬

# 目次

<b>第 1 章 緒言</b> .....	3
1.1 誘電エラストマーアクチュエータ.....	3
1.2 動的イオン架橋エラストマー.....	5
1.3 本研究の目的.....	7
<b>第 2 章 実験</b> .....	8
2.1 試料.....	8
2.2 試料の物性値測定.....	10
2.2.1 試料の弾性率測定.....	10
2.2.2 誘電率評価のためのインピーダンス測定.....	12
2.3 DEA の作製方法.....	14
2.4 DEA の長手方向のひずみ測定.....	16
2.5 DEA の発生応力測定.....	18
2.6 DIC エラストマーの CO <sub>2</sub> 環境下での可塑化方法.....	20
2.7 DIC エラストマーの自己修復方法と実験手順.....	22
2.8 DEA の長手方向のひずみと発生応力の予測式の導出.....	23
2.9 破壊電場の予測式の導出.....	24
<b>第 3 章 結果と考察</b> .....	25
3.1 引張試験による弾性率の結果.....	25
3.2 誘電率測定の結果.....	27
3.3 DEA の長手方向ひずみ.....	29
3.3.1 DEA の長手方向ひずみの電場依存性.....	29
3.3.2 可塑化前後の DEA の長手方向ひずみの電場依存性.....	32
3.3.3 DEA の長手方向ひずみの電圧印加速度依存性.....	35

3.4 DEA の長手方向発生応力.....	39
3.4.1 DEA の長手方向発生応力の電場依存性 .....	39
3.4.2 可塑化前後の DEA の長手方向発生応力の電場依存性 .....	43
3.4.3 DEA の長手方向発生応力の電圧印加速度依存性 .....	45
3.5 自己修復 DEA の性能.....	48
3.5.1 自己修復前後の DEA の長手方向ひずみの電場依存性 .....	48
3.5.2 自己修復前後の長手方向の発生応力の電場依存性.....	51
<b>第 4 章 結言.....</b>	<b>53</b>
<b>参考文献.....</b>	<b>54</b>
<b>謝辞.....</b>	<b>55</b>
<b>第 5 章 付録.....</b>	<b>56</b>
5.1 複素誘電率.....	56
5.2 誘電体の誘電率の導出過程 .....	57
5.3 ひずみ測定の詳細 .....	59
5.4 DIC エラストマーの吸湿防止策 .....	61
5.5 本実験で使用する機械の設定条件.....	63
5.5.1 ファンクションジェネレータ.....	63
5.5.2 発生応力測定の実験ロガー.....	64

# 第 1 章 緒言

## 1.1 誘電エラストマーアクチュエータ

誘電エラストマーアクチュエータ (Dielectric Elastomer Actuator: DEA) は、エラストマーを柔軟電極で挟んだ 3 層構造を持ったアクチュエータである (Fig. 1.1)。伸縮性が高く、柔軟である<sup>1)</sup>ため、モータ等のアクチュエータでは再現できない自由度の高い動きが可能なのが特徴であり、この特徴に着目して、人工筋肉として利用するための応用研究が多く行われてきた<sup>2)</sup>。

DEA を駆動するには、DEA の電極間に電位差を与える必要がある。電位差を与えると電極間にマクスウェル応力が発生し、エラストマーを圧縮変形させる。この時、エラストマーは変形しても体積が変化しないため、圧縮変形時に膜厚の減少に応じて四方へ伸長する。また、電圧の印加を止めれば、エラストマーは復元力により元の形状に回復する。これら一連の流れが DEA の駆動原理であり、マクスウェル応力の大きさによって得られる変形量や発生力は変化する。

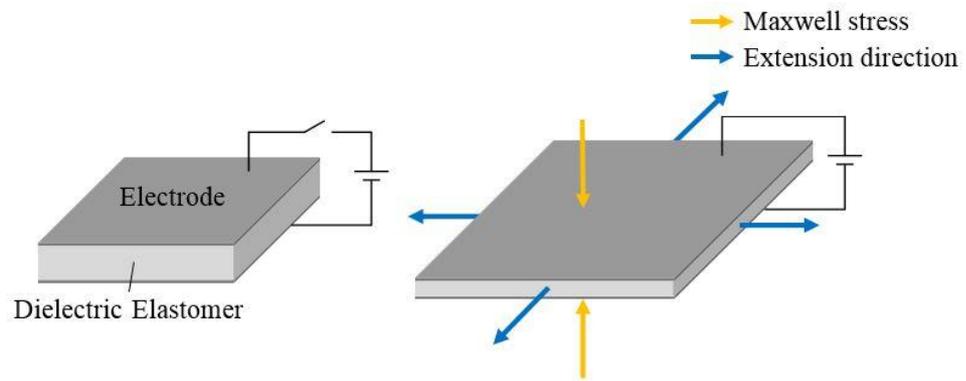
弾性率  $Y$  と比誘電率  $\epsilon_r$  を持つエラストマーと柔軟 (エラストマーよりも弾性率が低い) な電極から構成される DEA を考えると、マクスウェル応力による線形ひずみ  $S_z$  は真空の誘電率を  $\epsilon_0$ 、駆動電場を  $E$  とすれば、式 (1.1) のように表せる。

$$S_z = -\frac{\epsilon_0 \epsilon_r E^2}{Y} \quad (1.1)$$

また、電場は単位距離間の電位の変化で表すことができる。つまり、電場は印加電圧  $V$  を電極間距離  $d$  (DEA では試料の膜厚に相当) で除した値に等しいため、式 (1.2) のように表せる。

$$S = -\frac{\epsilon_0 \epsilon_r V^2}{Y d^2} \quad (1.2)$$

式 (1.1), (1.2) より DEA を駆動したときに高いひずみを得るためには低弾性率、高誘電率、高電場 (印加電圧を増加または膜厚を減少) にする必要がある。



**Fig. 1.1 Schematic diagrams of DEA.**

## 1.2 動的イオン架橋エラストマー

本節では三輪<sup>3)</sup>らが開発した動的イオン架橋 (Dynamic Ionic Crosslinks: DIC) エラストマーについて説明する. DIC エラストマーはリビングアニオン重合により合成したポリイソプレン (PI) をカルボキシ化した後、カルボキシ基を水酸化ナトリウムで中和することで得られる. 手順としては、PI をテトラメチルエチレンジアミンの存在下で *sec* ブチルリチウムを反応させて、繰り返し構造の 1.7 mol% にカルボキシ基を導入後に、水酸化ナトリウムを加え、カルボキシ基を 24~90 % の割合で中和する. Fig. 1.2 に DIC エラストマーの化学構造を示す.

DIC エラストマーのように疎水性高分子 (炭化水素を含む高分子) にイオン性官能基を導入したものはアイオノマーと呼ばれる. アイオノマーはイオン基が高分子マトリックス中で凝集する特徴をもっており、これがイオン凝集点を形成する. このイオン凝集点が物理架橋点として作用している. DIC エラストマーではカルボキシ基または中和されたカルボキシ基がイオン凝集点を形成している. これらのイオン基は、隣接するイオン凝集点間を自由に移動できる. この移動は DIC エラストマーの機械的特性を向上させることが分かっている. 具体的には引張変形を DIC エラストマーが受けた時、引張速度の速い変形ではイオン基は移動せず、かかる応力が上昇、引張速度の遅い変形ではイオン基の移動によってかかる応力が減少しひずみが高くなる (Fig. 1.3) .

DIC エラストマーには様々な性質がある. その一つが自己修復性である. 従来のエラストマーは破壊されれば、熱や光などの外部エネルギーや、可塑剤なしでは修復されなかった. 一方、DIC エラストマーは外部エネルギーや可塑剤を必要とせずに自己修復される. Fig. 1.4 に自己修復の例を示す. 図中にはクローバー型の DIC エラストマーが示してある. DIC エラストマーを切断した時、エラストマーの架橋構造は破壊されるが、直ちに切断面を再接触させるとイオン基の移動により新たな架橋構造を構築するため自己修復される. この時の機械的特性は切断前と同等の応力とひずみを示すことが報告されている. さらに、DIC エラストマーは CO<sub>2</sub> 環境下に置くとイオン基部分に CO<sub>2</sub> が吸着され、イオン凝集点の架橋が弱くなり、架橋構造の組み換えが加速されて、材料が可塑化するという性質を持っている<sup>4)</sup>. また、CO<sub>2</sub> 環境下では架橋構造の組み換えが加速されることによって、自己修復は大気中よりも加速される.

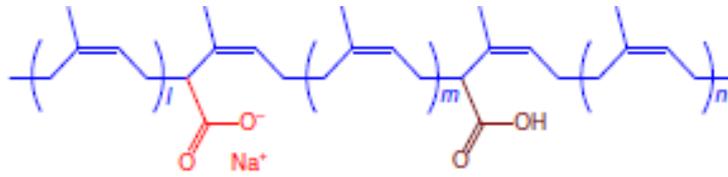


Fig. 1.2 Structure of DIC elastomer<sup>3)</sup>.

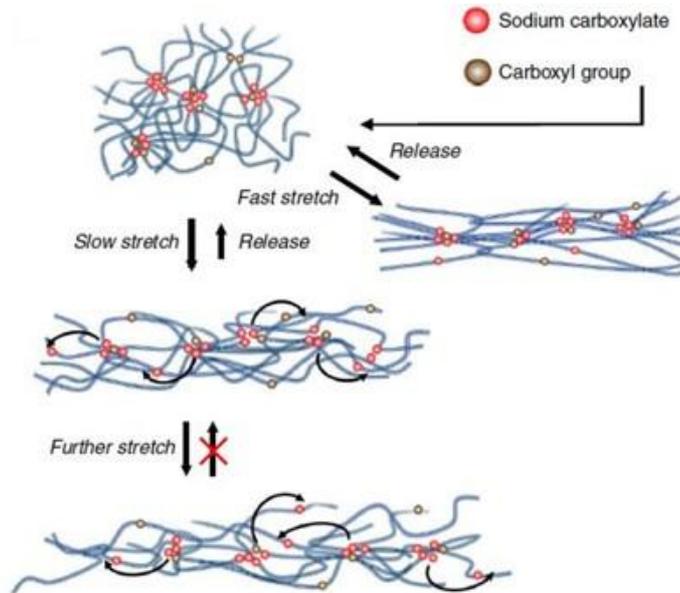


Fig. 1.3 Schematic description of proposed mechanisms for elastic response under rapid stretching and viscoelastic deformation under slow stretching<sup>3)</sup>.

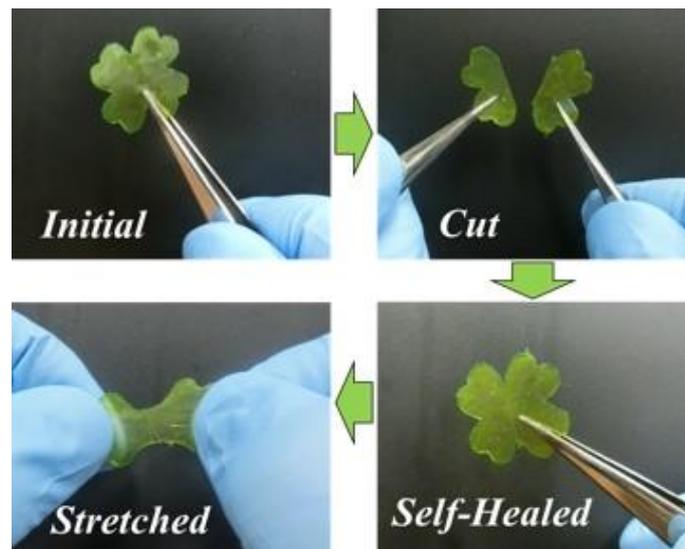


Fig. 1.4 Schematic diagrams of DIC elastomer self-healing procedure<sup>4)</sup>.

### 1.3 本研究の目的

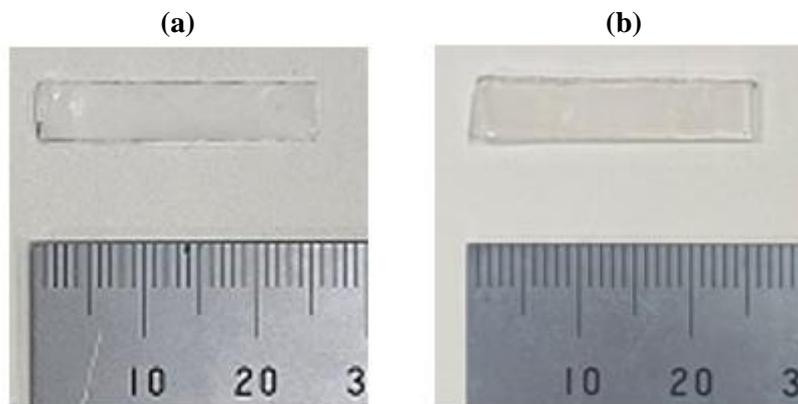
DEA の性能の評価指標に伸縮性と発生力があり、これらは誘電エラストマー (Dielectric Elastomer: DE) の弾性率や比誘電率, 駆動電場に依存して変化する. つまり, DE の物性が性能に影響する. そのため, DEA に使用される DE は目標とする性能に合わせて選択しなければならない. 例えば, 伸縮性の高い DEA を得るには式 (1.1) から分かるように弾性率の低さ, 比誘電率の高さ, または高電場で駆動できることが重要である. しかし, 既存の材料で上記の条件をすべて満たす DE を探すことには限界がある. そのため, DEA 研究の多くは複合材料によって新しい DE を作成し DEA の性能改善を目指している<sup>5),6)</sup>. 本研究では, 1.2 節に記載した DIC エラストマーを用いることで DEA の性能改善を試みた. 理由は DIC エラストマーの特徴的な二つの性質に着目したからである. その性質の一つが CO<sub>2</sub> 環境下で可塑化すること (弾性率の低下)<sup>3)</sup>である. 弾性率の低下は DE の柔軟性を増し, より大きい変形が得られると考えられる. もう一つの性質は自己修復性である. DEA に自己修復性が加われば, 一般的な DEA とは異なり, 壊れても再使用ができる, 環境に優しい DEA となるだろう. しかし, 自己修復後の性能が自己修復前と同等でなければ, 実用的ではないため, 自己修復前後の性能を明らかにする必要がある. 以上を踏まえて, 本研究では DIC エラストマーを DEA に応用し, 上記二つの性質が DEA 性能に与える影響を調べることを目的とした.

## 第2章 実験

### 2.1 試料

誘電エラストマーにはDICエラストマーの他に、性能比較用としてVHBテープ(3M製：VHB 4910)を使用した。Fig. 2.1にDICエラストマーとVHBテープの外観写真を示す。VHBテープは、柔軟で強靱なアクリルフォーム基材の両側に、高い粘着力を発揮するアクリル系の粘着材を重ねた3層構造の両面テープである。当然、通常は固定用テープとしての利用がほとんどであるが、その比誘電率がエラストマーの中では比較的高く、同じくヤング率が比較的低いため、DEAの研究においては変形層の材料として頻繁に使用されている。Table 2.1に本実験で使用するVHBテープの物性値<sup>7)</sup>を示す。ただし、膜厚、ヤング率、誘電率は実測値である。各測定方法は後の節で述べる。

DICエラストマーは1.2節に記載のとおり、リビングアニオン重合により合成したポリイソプレン (PI) をカルボキシル化した後に、カルボキシ基を水酸化ナトリウムで中和することで得られる高分子材料であり、水酸化ナトリウムで中和後、溶媒キャスト法で製膜される。その性質はカルボキシ基とナトリウムの中和度によって変化し、中和度が高ければ強度が高くなり、低ければ伸縮性が高くなる。また、中和度が高いほど自己修復力が高いため、本研究ではナトリウムの中和度が90%のDICエラストマーを使用した。Table 2.2に本実験で使用するDICエラストマーの物性値を示す。ただし、VHBテープと同様に膜厚、ヤング率、誘電率は実測値である。各測定方法は後の節で述べる。



**Fig. 2.1 Appearance of DE. (a) DIC elastomer. (b) VHB tape.**

**Table 2.1 Properties of VHB tape (VHB 4910).**

Material		Acrylic Form
Density <sup>7)</sup>	[g/cm <sup>3</sup> ]	0.96
Thickness	[mm]	0.98
Young's modulus	[MPa]	0.221
Relative dielectric constant		4.5

**Table 2.2 Properties of DIC elastomer.**

Composition formulae		PI-COONa
Number average molecular weight	[g/mol]	91800
Molecular weight distribution		1.07
Thickness	[mm]	0.10~0.34
Young's modulus	[MPa]	0.557
Relative dielectric constant		3.0
COOH molarity	[mol %]	2
Neutralization	[%]	90

## 2.2 試料の物性値測定

### 2.2.1 試料の弾性率測定

引張試験では応力とひずみの関係を得ることにより試料の弾性率，引張強度，伸びなどを求められる．よって，試料の弾性率を調べるために，テンシロン万能試験機（エー・アンド・デイ製：RTG-1310）（Fig. 2.2）により引張試験を行い，データ処理システム（エー・アンド・デイ製：TACT）を用いて記録した荷重および変位を元に応力，ひずみを算出した．

本実験では，最大荷重 50 N のロードセル（エー・アンド・デイ製：UR-50N-D）と掴み具（エー・アンド・デイ製：J-JFM-50N）を用いた．試験片形状および寸法は JIS K 7127 を参考とし，形状は短冊状，寸法は長さが 50 mm，幅が 5 mm，チャック間距離を 30 mm とした．また，引張速度は 100mm/min として，引張開始直後より荷重と変位の記録を開始するよう設定した．なお，本実験で用いる高分子材料は線形粘弾性を示す材料であるため，引張初期のひずみ領域では弾性体のような変形挙動をする．よって，弾性率は応力ひずみ（Stress-Strain：SS）曲線の初期勾配をもとに，次式より算出した．

$$Y = \frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (2.1)$$

ここで， $Y$  を試験片の弾性率， $\sigma$  を試験片の引張応力， $\varepsilon$  を試験片のひずみとする．

DEA の実験時は試料に高電圧が印加されるため，高圧電源（松定プレジジョン製：HAR-300W）（Fig. 2.3）を用いて高電圧を印加した状態での引張試験も行った．この時，VHB テープと DIC エラストマーの引張試験時の条件を一致させるため，ファンクションジェネレータ（エヌエフ回路設計ブロック製：WF1973）を使用した．ファンクションジェネレータは関数で表される波形を入力信号として送ることができるため，入力した波形に応じた電圧を印加できる．試料の膜厚を考慮してそれぞれの試料に印加される電場が 3.0 V/ $\mu\text{m}$  の一定値になるようにした．ファンクションジェネレータの詳細な条件は付録で述べる．



**Fig. 2.2 Appearance of Universal testing machine (RTG-1310).**



**Fig. 2.3 Appearance of High voltage power supply (HAR-300W).**

## 2.2.2 誘電率評価のためのインピーダンス測定

試料の誘電率を評価するために、インピーダンス測定を行った。本節ではインピーダンスの測定方法を説明し、誘電率の算出方法については付録で述べる。材料によっては誘電率の電場依存性があるため<sup>8)</sup>、本研究では高電圧を印加した状態でも誘電率を求めることにした。ただし、本学にはこれを評価するための装置が無かったため、株式会社東陽テクニカに測定を依頼した。

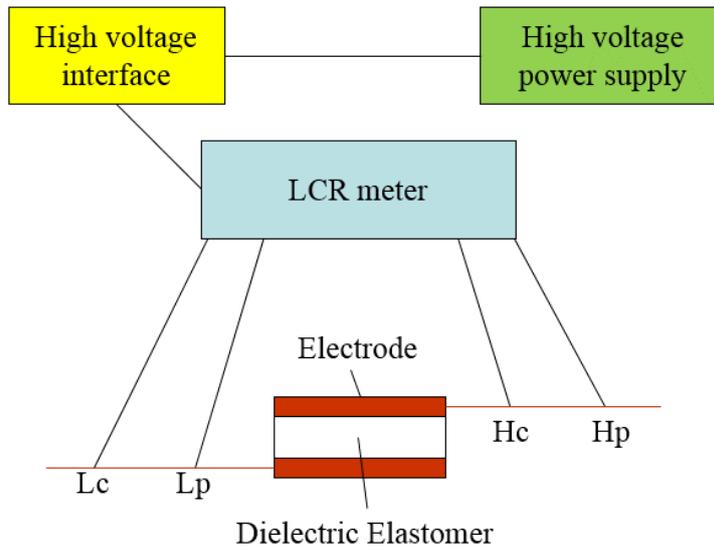
試料のインピーダンスを調べるために LCR メータ（キーサイトテクノロジー製：E4990A）（Fig. 2.4）を使用した。なお、本実験で用いる DEA は駆動時に常に高電圧を印加した状態であるため、実験時と同じ条件での誘電率を調べられるように、高電圧を印加しながらインピーダンスの測定が可能な高電圧インターフェース（東陽テクニカ製：6790）（Fig. 2.5）を LCR メータに接続した。高電圧インターフェース 6790 シリーズは、印加電圧範囲が DC 電圧で $\pm 2$  kV、AC 電圧で $\pm 400$  V、周波数範囲は 1 mHz $\sim$ 100 kHz、キャパシタンス範囲は 1 pF $\sim$ 1 nF で測定できる<sup>9)</sup>。ただし、周波数範囲はサンプルのキャパシタンスによって変化する。また、高電圧を印加するために高圧電源装置としてリニア・バイポーラ電源（KEPCO 製：BOP1000M）を高電圧インターフェースと繋いだ。試料は VHB テープと DIC エラストマーを使用する。寸法はキャパシタンスが 1 nF 以下に収まるように設定した。その寸法は VHB テープが直径 20.5 mm、厚さ 1.03 mm、DIC エラストマーが 10 mm $\times$ 10 mm、厚さ 0.37 mm である。電極には厚さ 0.5 mm の真鍮を用いた。試料と各機器の模式図を Fig. 2.6 に示す。Fig. 2.6 に示す様に LCR メータと試料は 4 端子法で接続した。本測定では、DIC エラストマーに対しては DC 電圧を 0 V、370 V、500 V、1 kV、AC 電圧は常に 1 V で印加し、周波数は 20 Hz $\sim$ 200 kHz で測定した。一方、VHB テープに対しては DC 電圧を 0 V、1 kV、AC 電圧は常に 1 V で印加し、周波数は 20 Hz $\sim$ 200 kHz で測定した。



**Fig. 2.4 Appearance of LCR meter<sup>9)</sup> (E4990A).**



**Fig. 2.5 Appearance of High voltage interface<sup>10)</sup> (6790).**



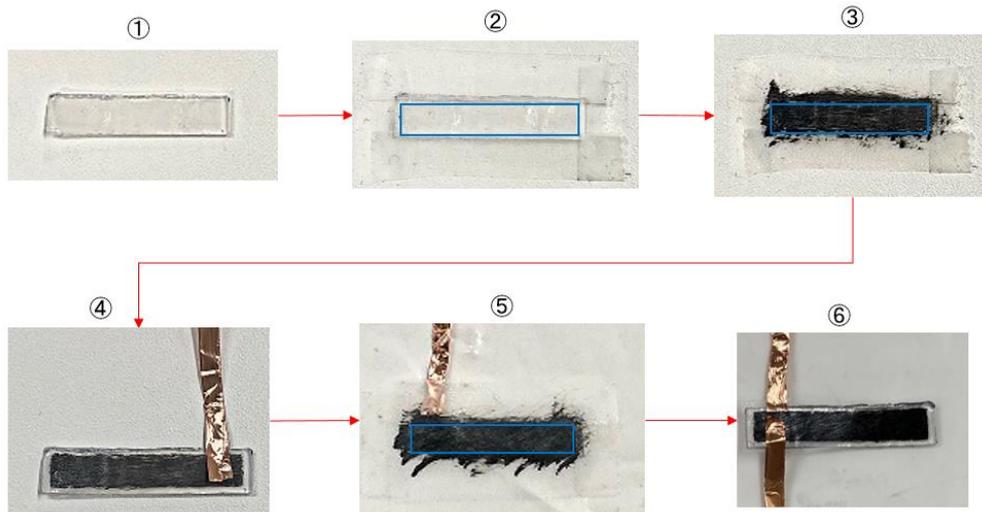
**Fig. 2.6 Schematic diagram of impedance measurement.**

## 2.3 DEA の作製方法

Fig. 2.7 は本実験で使用する試験片の作成手順を示した図である。図中の番号と対応した手順を以下に記す。VHB テープの場合は、①～⑥の手順に従い、DIC エラストマーの場合は、手順①の前に以下のことに注意する。それは DIC エラストマーの吸湿を防ぐことである。DIC エラストマーは吸湿しやすい材料であり、吸湿すると実験に影響を与えるためシリカゲルとともに袋に入れて冷蔵庫に保管してある。特に注意すべきは袋の開封時である。冷蔵庫から袋を取り出した直後に開封すると吸湿しやすいため、取り出した後、2時間置いてから袋を開封し、①～⑥の手順に従った。

- ① 試料を長さ 25 mm, 幅 5 mm, または長さ 40 mm, 幅 10 mm になるようにハサミまたはカッターナイフで切断した。切断後、試料の膜厚をマイクロメータで測定し記録した。
- ② 切断した試料の淵から約 1 mm の部分をテフロンテープで覆い、マスキングした(水色の四角形部分の外側)。
- ③ マスキングされていない部分に電極としてカーボングリス (キタコ製) を塗布した。図中、水色の四角形部分の内側が電極として使用する部分である。
- ④ テフロンテープをはがし、リード線として使用する銅テープを電極部分に接するようテープで貼り付けた。
- ⑤ 試料を裏返し、テフロンシートの上に置き、同様にしてテフロンテープでマスキングを行い、マスキングされていない部分に電極としてカーボングリス (キタコ製) を塗布した。
- ⑥ テフロンテープをはがし、リード線として使用する銅テープを電極部分に接するようテープで貼り付けた。

手順②の試料の淵をテフロンテープで覆いマスキングする操作は、電極を塗布した後、テフロンテープを剥がした際に試料に余白を作るための操作である。この余白があることで電極同士の不慮の導通を防げる。この試料を用いてひずみと発生応力を測定した。各測定方法は後の節で述べる。



**Fig. 2.7 DEA fabrication procedure.**

## 2.4 DEA の長手方向のひずみ測定

DEA の性能を評価するにあたり、伸縮性を調べるためレーザ変位計（キーエンス製：LK-H085）を使用して、DEA の長手方向の変位を測定した。

長手方向のひずみを得るための変位の測定方法を示す。Fig. 2.8 は 2.3 節で作成方法を示した DEA の模式図である。マクスウェル応力によって DEA は圧縮されて長手方向（図中の青矢印）へ伸張する。この時の変位を測定しひずみを得た。変位測定は Fig. 2.9 に示すように行った。まず、DEA の銅テープを取り付けた側を上端、逆側を下端として、上端にはプラスチックの板を取り付け、それをクランプで掴み、下端には重りを取り付けた。重りには主に二つの役割がある。一つ目はレーザの当たる面を大きくするためである。DEA の底面よりも広い面にすることでレーザを当てやすくしている。二つ目は DEA を地面に垂直に変位させるためである。重りが無ければ、地面に垂直に変位せず、レーザのスポット径（ $70\ \mu\text{m} \times 2500\ \mu\text{m}$ ）を外れ、測定ができない。ただし、重りが重すぎると実験に影響を与えるため、重りの質量は試料の比例限応力よりも小さくなるように調整した（付録参照）。各比例限応力とおもりの質量、その時加わる応力は付録で述べる。取り付けた重りにレーザが当たるようにレーザ変位計を設置し、電圧を印加した時の DEA の変位を得た。なお、VHB-DEA、DIC-DEA とともに 1 回の測定で破壊電場するまで電圧を印加するため、測定の度に試料を新しいものへ変えた。本実験では、3 回ずつ測定を行った。

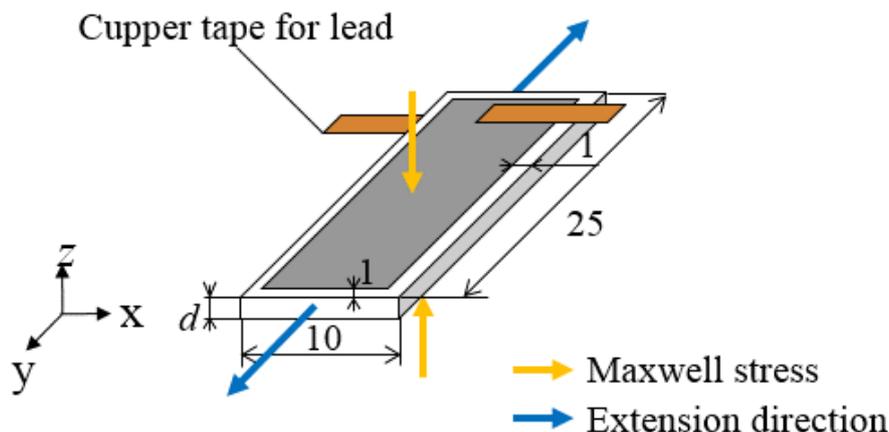
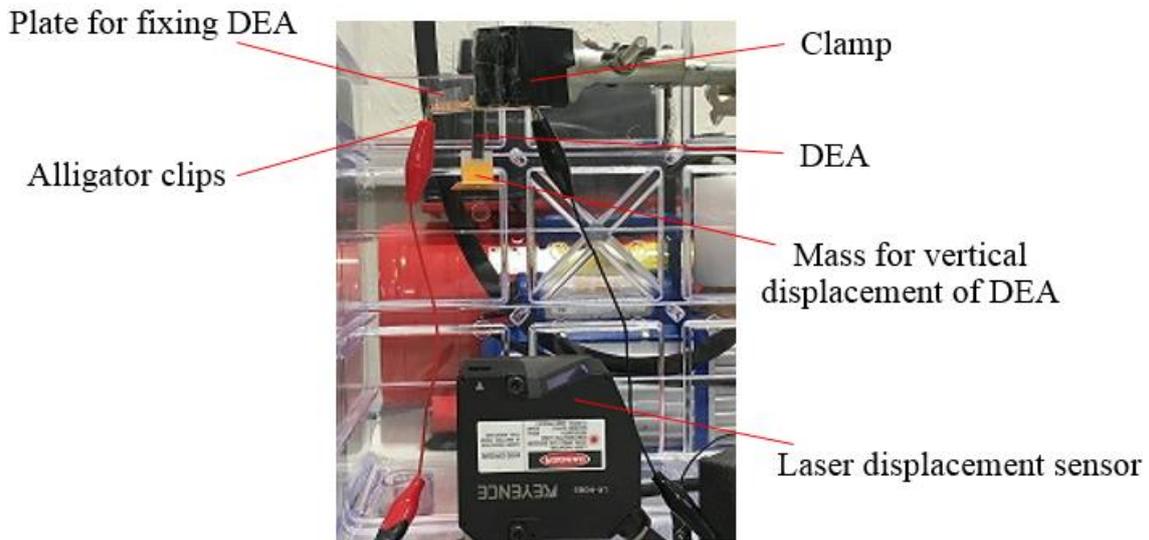
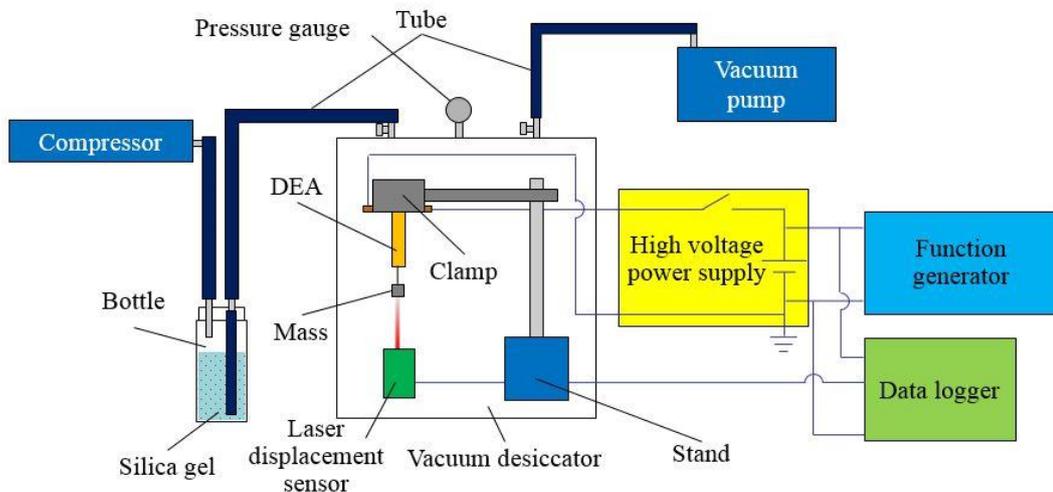


Fig. 2.8 Schematic diagram of DEA.



**Fig. 2.9 Strain measurement of DEA.**

Fig. 2.10 にひずみ測定のための装置の模式図を示す. DIC エラストマーは吸湿すると弾性率が変わるため, 実験は真空デシケータ (アズワン製: MVD-300) の中で行い, 真空ポンプとコンプレッサを用いて湿度が 20~25% になるように調整した. 吸湿防止の詳細は付録で述べる. 図中の高圧電源 (松定プレシジョン製: HAR-300W) は DEA に電圧を印加するために接続されており, 2.2 節に示した引張試験と同様にファンクションジェネレータ (エヌエフ回路設計ブロック製: WF1973) で印加電圧の制御を行った. ファンクションジェネレータを使用することで, 電圧印加速度を一定にできる. 本実験では 0.2 kV/s, 1 kV/s の電圧印加速度で実験を行った. また, 電圧や電流, ひずみを記録するためにデータロガー (HIOKI 製: LR8400) を高圧電源およびレーザー変位計に接続した. データロガーのサンプリング周期は 0.1 s である. 各条件でのファンクションジェネレータの詳細な設定は付録で述べる.



**Fig. 2.10 Schematic diagram of experimental set-up for strain measurement of DEA.**

## 2.5 DEA の発生応力測定

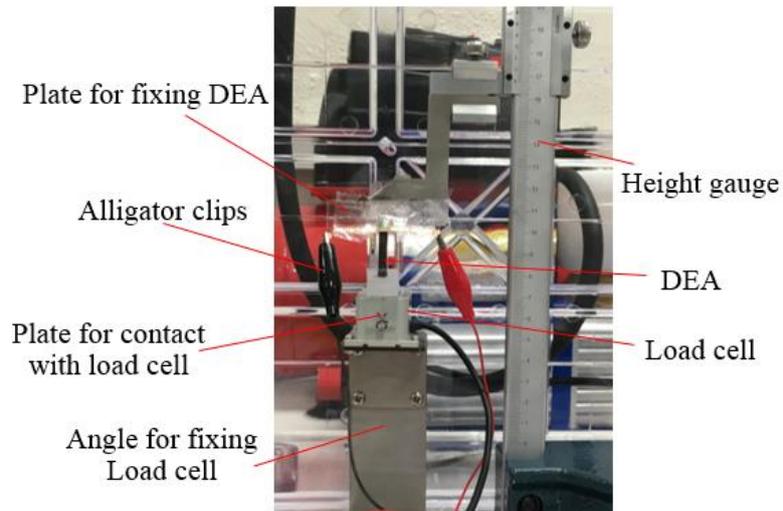
DEA の性能を評価するために定格荷重 100 mN のロードセル(共和電業製:LVS-10GA)を使用し, 発生応力を調べた. 発生応力は DEA が伸長した時に得られる長手方向の応力である.

発生応力測定は Fig. 2.11 に示すように行った. DEA の上端をプラスチックのプレートに固定してハイトゲージ(ミスミ製:C-HG-300)のはりの先端にテープで固定し, 下端にはプラスチックのプレートを取り付けた. このプレートはロードセルのカンチレバー部分と接触させるためのものである. 接触させる際はハイトゲージの目盛を見ながら, ミリメートル単位で接触距離を調節できる. 接触距離を調節できたら, 電圧を印加して荷重を得た. 得られた荷重を試験片の断面積で除すことにより発生応力が得られる.

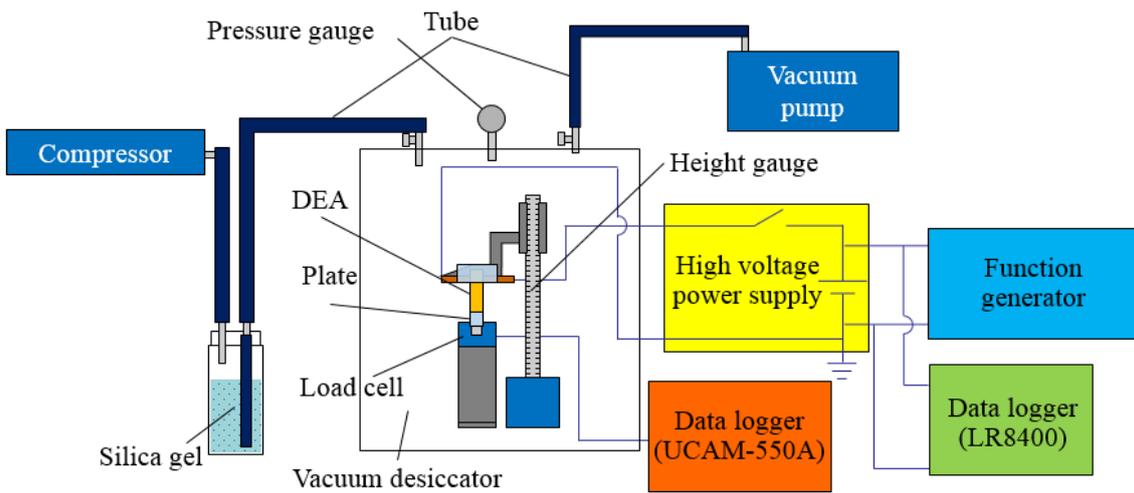
Fig. 2.12 に発生応力測定のための装置の模式図を示す. 電圧の印加方法は, 2.4 節のひずみ測定と同様にして, 高圧電源(松定プレジジョン製:HAR-300W)をファンクションジェネレータ(エヌエフ回路設計ブロック製:WF1973)で制御して 0.2 kV/s, 1 kV/s の電圧印加速度で実験を行った. 電圧や電流はサンプリング速度を 0.1 s としてデータロガー(HIOKI 製:LR8400)で記録した. ロードセルで測定される値はデータロガー(共和電業製:UCAM-550A)で記録した. UCAM-550A はパソコンと接続し, ダイナミックデータ集録ソフトウェア(共和電業製:DCS-100A)を使用することで測定値を記録できる. このソフトを用いて, サンプリング速度をデータロガー(LR8400)と合わせるため, 0.1 s と設定した. サンプリング速度が同じでも, 二つのデータロガーで記録されるデータに時間的ずれが生じる. 時間的ずれ無く値を評価する方法を付録で述べる. また, 記録される値はひずみで表されるため, 式(2.2)を用いてひずみを発生応力に変換した.

$$\sigma_y = \frac{\varepsilon}{A} \times K \quad (2.2)$$

ここで,  $\sigma_y$  を発生応力,  $\varepsilon$  を測定されたひずみ,  $A$  を試験片の断面積,  $K$  を校正係数とする.



**Fig. 2.11 Blocking stress measurement.**



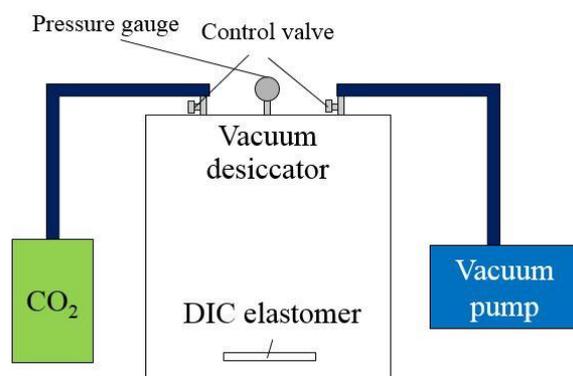
**Fig. 2.12 Schematic diagram of experimental set-up for blocking stress measurement of DEA.**

## 2.6 DIC エラストマーの CO<sub>2</sub> 環境下での可塑化方法

本実験では DIC エラストマーの性質の一つである CO<sub>2</sub> 環境下で可塑化することに着目し、可塑化した DEA でもひずみ測定と発生応力測定を行った。測定方法は 2.4 節および 2.5 節と同様である。可塑化のための装置として Fig. 2.13 の様に真空デシケータに真空ポンプと CO<sub>2</sub> ガスボンベを繋いだ。DIC エラストマーの可塑化方法を手順毎に示す。

- ① DIC エラストマーを 2.3 節の手順で DEA 化する。ただし、サイズが長さ 40 mm, 幅 10 mm の試験片は可塑化後に DEA 化した。
- ② DEA 化した試料を真空デシケータの中に入れる。この時、デシケータの 2 つの調節バルブは閉じておく。
- ③ 真空デシケータを密閉し、真空ポンプ側の調節バルブを開け、真空ポンプを起動させてデシケータ内部を真空引きする。
- ④ 圧力計を確認して内圧が-0.1 MPa (ゲージ圧) まで低下後、調節バルブを閉じ、CO<sub>2</sub> ガスボンベ側の調節バルブを開く。
- ⑤ CO<sub>2</sub> ガスボンベの一次側バルブを開き、Fig. 2.14 に示したレギュレータ (阪口製作所製: R-6F\_CO<sub>2</sub>) の圧力調整バルブを開く。このバルブは CO<sub>2</sub> ガスボンベから送られる CO<sub>2</sub> の流量を調節できるバルブである。
- ⑥ レギュレータの二次側バルブはデシケータに送られる CO<sub>2</sub> の流量を調節できるバルブである。このバルブを開き、流量が 10 L/min になるように調整し、デシケータの CO<sub>2</sub> ガスボンベ側の調節バルブを徐々に開くことで CO<sub>2</sub> を充満させる。
- ⑦ ③~⑥の操作を 2 回繰り返した。
- ⑧ CO<sub>2</sub> 環境下で DIC エラストマーを可塑化させるためには最低でも 2 時間は必要である<sup>4)</sup>ため、本実験では時間的な余裕を見て手順⑦の後、12 時間以上デシケータ中に静置した。
- ⑨ デシケータから DIC-DEA を取り出し、ひずみおよび発生応力を測定した。ひずみ測定に関しては試験片サイズが長さ 25 mm, 幅 5 mm のものを 3 つ、長さ 40 mm, 幅 10 mm のものを 2 つ測定し、発生応力測定は試験片サイズが長さ 25 mm, 幅 5 mm のものを 3 つ測定した。

なお、以上に示した手順では DEA 化した後に可塑化しているが、実験当初は、DEA 化する前の状態で可塑化していた。こちらの場合は手順⑧の後に手順①が来ることを除けば、後の手順は同じである。次章に、DEA 化した後に可塑化したときの DEA 性能の結果と可塑化後に DEA 化したときの DEA 性能の結果をそれぞれ示す。



**Fig. 2.13 Schematic diagram of plasticization procedure of DIC**



**Fig. 2.14 Appearance of regulator (R-6F\_CO<sub>2</sub>) .**

## 2.7 DIC エラストマーの自己修復方法と実験手順

本実験では、DIC エラストマーの性質の一つである自己修復性に着目し、自己修復前後の DEA についてもひずみ測定と発生応力測定を行った。測定方法は 2.4 節および 2.5 節と同様である。以下に DIC エラストマーの自己修復方法と実験手順を示す。

- ① DIC エラストマーを 2.3 節の手順で DEA 化する。
- ② ひずみと発生応力を測定する。この時の最大印加電場は約  $6.0 \text{ V}/\mu\text{m}$  として、試験片が破壊電場しないようにする。
- ③ 試料の中央部分に剃刀の刃を押し当て切断する (Fig. 2.15)。
- ④ 切断後に切断面を再接触させる。ただし、切断面が元の位置からずれると修復しないため、手順③で切断した後、DEA の両切り片を離さないようにする。
- ⑤ 手順④で再接触させた状態で放置しても自己修復は可能だが  $\text{CO}_2$  環境下に置いた方が、自己修復速度が速いため、切断した DEA をデシケータに入れて DIC エラストマーの可塑化と同様の方法でデシケータを  $\text{CO}_2$  で満たした。なお、修復時間については、44 時間で元の試料と同程度の引張り特性を得られる<sup>4)</sup>ことを参考にし、本実験では、修復時間を 44 時間以上とした。
- ⑥ 自己修復完了後、再度、ひずみと発生力を測定する。ただし、実験する際は、修復直後の DEA は可塑化した状態であるため、可塑化後、12 時間ほど大気中に置いてから実験を行った。

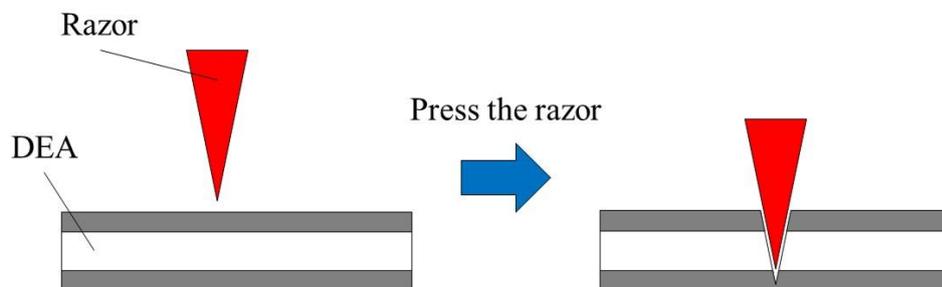


Fig. 2.15 Schematic diagram of cutting method for DIC elastomer.

## 2.8 DEA の長手方向のひずみと発生応力の予測式の導出

性能評価を行うにあたり，DEA のひずみと発生応力は予測が可能である．本実験のモデルを Fig. 2.16 に示す．DEA は電圧印加時にマクスウェル応力によって膜厚方向に圧縮力を受けるため，長手方向（図中  $y$  方向）に伸長する．この時の長手方向に生じるひずみを  $S_y$ 、発生応力を  $\sigma_y$  とする．

まず，マクスウェル応力による膜厚方向のひずみ  $S_z$  を考える．真空の誘電率を  $\epsilon_0$  [F/m]，エラストマーの比誘電率を  $\epsilon_r$ ，印加電圧を  $V$  [V]，エラストマーの膜厚を  $d$  [mm] とすると式 (2.3) の様に表せる．

$$S_z = -\frac{\epsilon_0 \epsilon_r V^2}{Y d^2} \quad (2.3)$$

長手方向のひずみは横ひずみであるため，長手方向のひずみを  $S_y$  としてポアソン比  $\nu$  を用いて式 (2.4) で表せる．

$$\nu = \left| \frac{S_y}{S_z} \right| \quad (2.4)$$

この式を  $S_y$  について解くと式 (2.5) と表せる．

$$S_y = \frac{\nu \epsilon_0 \epsilon_r V^2}{Y d^2} \quad (2.5)$$

この式からひずみを予測した．

フックの法則を用いれば，長手方向の発生応力  $\sigma_y$  は式 (2.6) と表せる．

$$\sigma_y = \frac{\nu \epsilon_0 \epsilon_r V^2}{d^2} \quad (2.6)$$

この式から発生応力を予測した．本実験では真空の誘電率  $\epsilon_0$  を  $8.85 \times 10^{-12}$  F/m，エラストマーのポアソン比  $\nu$  は 0.5 として予測を行った．

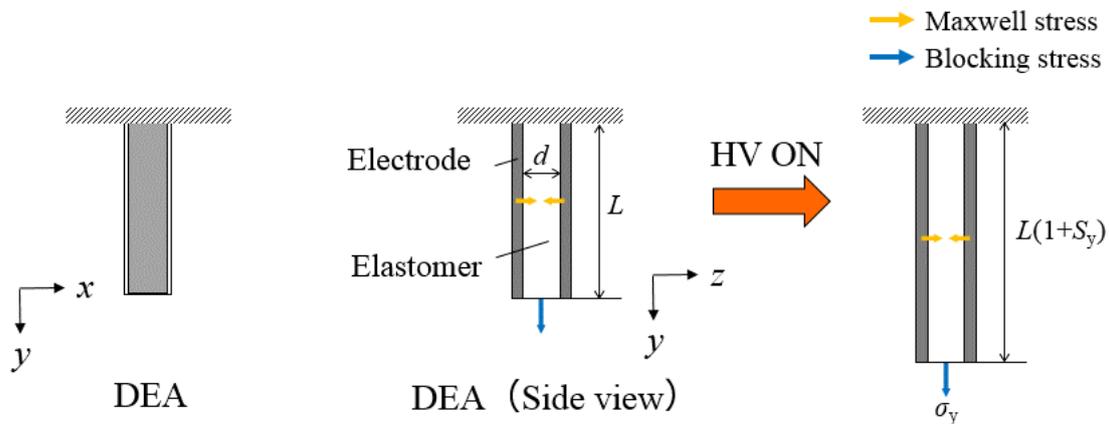


Fig. 2.16 Schematic diagrams of stretching DEA.

## 2.9 破壊電場の予測式の導出

誘電体を電極で挟み、電場を印加していくと、誘電体はいずれ破壊電場する。その破壊形態は材料中に含まれる電子やイオンが原因で引き起こされる電子的破壊、ジュール熱が原因である熱的破壊、マクスウェル応力による材料変形が原因である機械的破壊の3つに分けられる<sup>1)</sup>。機械的破壊はマクスウェル応力の式から破壊電場の予測ができるため、本節では、以下に予測式および導出過程を示す。

比誘電率  $\epsilon_r$ 、ヤング率  $Y$  の誘電体を DEA にした場合を考える。DEA に電場を印加すると電極間に電荷  $Q$  が電極に帯電する。この時の印加電場を  $E$  とすると電場によって発生する静電力  $F$  は式 (2.7) で表せる。

$$F = \frac{1}{2}QE \quad (2.7)$$

真空の誘電率を  $\epsilon_0$ 、電極の表面積を  $A$  とすれば、電荷  $Q$  は式 (2.8) で表せる。

$$Q = \epsilon_0\epsilon_rAE \quad (2.8)$$

以上より電極間にかかるマクスウェル応力  $\sigma$  は式 (2.9) で表せる。

$$\sigma = \frac{1}{2}\epsilon_0\epsilon_rE^2 \quad (2.9)$$

また、マクスウェル応力によって、材料が変形した後の電極間距離を  $d$ 、変形前の電極間距離を  $d_0$ 、とすれば、フックの法則よりマクスウェル応力は式 (2.10) のようにあらわせる。

$$\sigma = Y \cdot \ln\left(\frac{d_0}{d}\right) \quad (2.10)$$

式 (2.9)、式 (2.10) より、式 (2.11) のように表せる。

$$\frac{1}{2}\epsilon_0\epsilon_rE^2 = Y \cdot \ln\left(\frac{d_0}{d}\right) \quad (2.11)$$

式 (2.11) を電場  $E$  について解くと式 (2.12) のように表せる。

$$E = \left(\frac{2Y}{\epsilon_0\epsilon_r}\right)^{\frac{1}{2}} \sqrt{\ln\left(\frac{d_0}{d}\right)} \quad (2.12)$$

ここで、式 (2.12) を  $d$  について微分すると  $V (=Ed)$  は  $d/d_0 = \exp(-1/2) = 0.6$  の時に最大になる。よって、印加電場がこの値以上の場合、試料は不安定になり壊れる。この時の電場を破壊電場  $E_b$  とすると、 $E_b$  は以下のように表せる。

$$E_b = \frac{d}{d_0} \left(\frac{2Y}{\epsilon_0\epsilon_r}\right)^{\frac{1}{2}} \sqrt{\ln\left\{\exp\left(-\frac{1}{2}\right)^{-1}\right\}} = 0.6 \left(\frac{Y}{\epsilon_0\epsilon_r}\right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.13)$$

式 (2.13) より機械的破壊による破壊電場を予測できる。

## 第3章 結果と考察

### 3.1 引張試験による弾性率の結果

DEA がマクスウェル応力を受けた時の変形量を予測するために、材料の弾性率を調べた。なお、DIC エラストマーは CO<sub>2</sub> 環境下で可塑化するため可塑化した時の弾性率と自己修復した時の弾性率も測定した。Table 3.1 に VHB テープおよび DIC エラストマーに電場を印加しない時 (0 V/ $\mu\text{m}$ ) の弾性率と 3.0 V/ $\mu\text{m}$  の電場を印加した時の弾性率、可塑化した DIC エラストマーの弾性率、自己修復後の弾性率をまとめた。なお、可塑化した DEA と自己修復した DEA は電場を印加しない場合のみ測定を行った。

**Table 3.1 Young's modulus of VHB tape and DIC elastomer.**

		Y at 0 V/ $\mu\text{m}$	Y at 3.0 V/ $\mu\text{m}$
VHB tape	Avg. [MPa]	0.221	0.211
	S.D. [MPa]	0.008	0.020
	C.V.	0.036	0.095
DIC elastomer	Avg. [MPa]	0.557	0.657
	S.D. [MPa]	0.074	0.056
	C.V.	0.133	0.086
Plasticized DIC elastomer	Avg. [MPa]	0.307	-
	S.D. [MPa]	0.102	-
	C.V.	0.332	-
DIC elastomer after self-healing	Avg. [MPa]	0.499	-
	S.D. [MPa]	0.071	-
	C.V.	0.142	-

Y is Young's modulus. Avg., S.D., and C.V. means average, standard deviation and coefficient of variation, respectively.

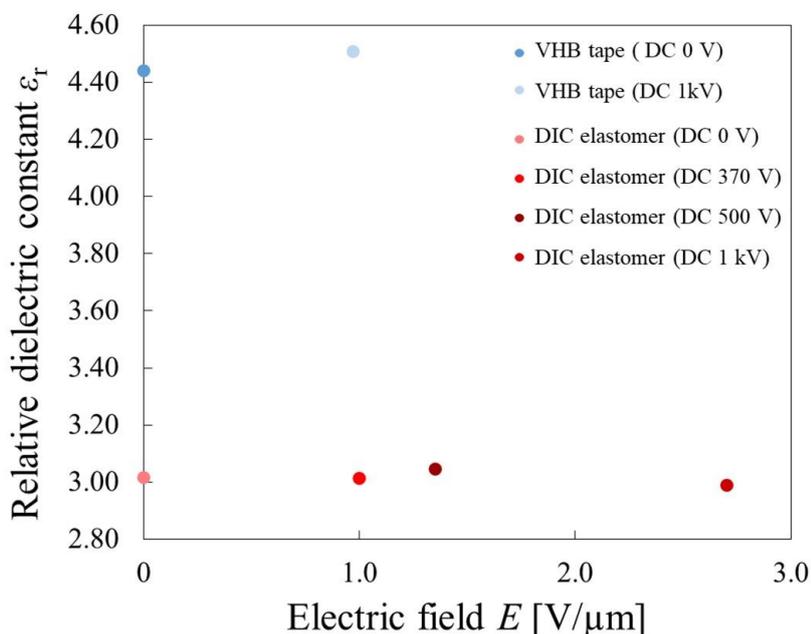
まず、電圧を印加しない場合の結果を見ると VHB テープは 0.221 MPa の弾性率であり、これは文献値<sup>12)</sup>とも一致している。可塑化前の DIC エラストマーは 0.512 MPa であるのに対して、可塑化後は 0.307 MPa であり、可塑化すると約 0.6 倍の弾性率になった。また、自己修復後の弾性率は 0.499 MPa となり、自己修復前の弾性率の約 0.9 倍であり、ほとんど変わっていない。

次に 3.0 V/ $\mu\text{m}$  の電場を印加した時の弾性率について見ると、VHB テープの弾性率は 0.211 MPa であり、電場を印加しない時と比べてほとんど変わらず誤差の範囲内である

といえる。一方、DIC エラストマーの弾性率は 0.657 MPa であり、約 1.3 倍増加した。これについての原因は特定できていない。しかし、VHB テープでは、弾性率が増加していないことから、DIC エラストマー特有の変化が生じていたと考えられる。

## 3.2 誘電率測定の結果

2.2.2 項より得られたインピーダンスと付録の式 (5.17) を用いて誘電率を求めた。DEA の実験は、静電場 (つまり, 0Hz) で行われるため, 本実験では測定範囲内で周波数が最小 (20 Hz) の時の比誘電率を用いることとした。Fig. 3.1 に VHB テープと DIC エラストマーの周波数に対する比誘電率を示す。青色のプロットが VHB テープ, 赤色のプロットが DIC エラストマーを示している。



**Fig. 3.1** Relative dielectric constant of VHB tape and DIC elastomer under DC voltage. (Blue plots are VHB tape. Red plots are DIC elastomer.)

まず, VHB テープの比誘電率を見ると, 無電場 (直流電圧が 0 V) の時は 4.44, 1.0  $V/\mu m$  (直流電圧が 1 kV) の電場を印加した時は 4.51 であり, 比誘電率はほとんど変わらない。次に, DIC エラストマーの周波数に対する比誘電率を見ていく。無電場 (直流電圧が 0 V) の時は 3.02 であり 2.7  $V/\mu m$  (直流電圧が 1 kV) の電場を印加した時は 2.99 となる。ほかの電場においても, 比誘電率は約 3.0 となり, VHB テープと同様に電場を増加させても誘電率に大きな変化は現れなかった。VHB テープについては比誘電率が変わらないのは予想通りである, 一方, DIC エラストマーは予想と反している。誘電率は分極に依存して変わるため, 予想では, 高電場を印加した時, DIC エラストマーは電子に加えてイオンが分極するため, 分極が大きくなり, 誘電率が増加すると考えたが, 実際は, 誘電率は電場を印加する前後で変わらなかった。これは, DIC エラストマーが固体材料であるため, イオンの分極に制限があるからだと考えられる。Fig. 3.2 に示し

たように電場を印加すれば、イオンは、その極性に依じて、陽イオンは負に帯電した電極の方向へ、陰イオンは正に帯電した電極の方向へ極微量ではあるが変位するはずである。しかし、高分子の場合、固体中のイオンは分子鎖によって移動が制限される。これが、誘電率の増加を阻害していると考えられる。よって、本測定での電場下では、VHBテープと DIC エラストマーともに誘電率の電場依存性は無いといえる。ただ、本測定は最大で約  $2.7 \text{ V}/\mu\text{m}$  の電場しか印加しておらず、実験では、これよりも高い電場を印加しており、より高電場にしたときは誘電率が增加する可能性は考えられる。実際、高電場下で誘電率が変化している材料は存在する。例えば、ポリエチレンの場合、直流電場下での静電容量の増加<sup>8)</sup>が確認されており、電極間距離や電極面積の変化はない場合、これは誘電率が増加していることを意味している。さらに、この実験では低電場では暫く同じ静電容量を示し、ある電場まで達すると静電容量が増加していく。本実験と同じ材料ではないため、一概には言えないが、誘電体の比誘電率が增加する際の印加電場に閾値が存在している可能性がある。

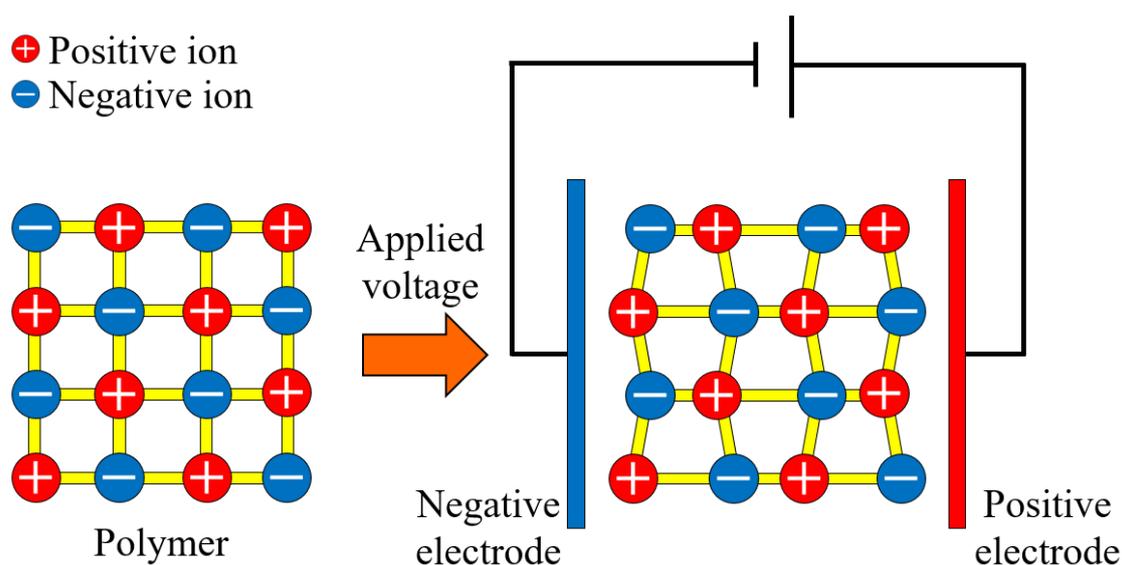


Fig. 3.2 Schematic diagram of ion polarization.

### 3.3 DEA の長手方向ひずみ

#### 3.3.1 DEA の長手方向ひずみの電場依存性

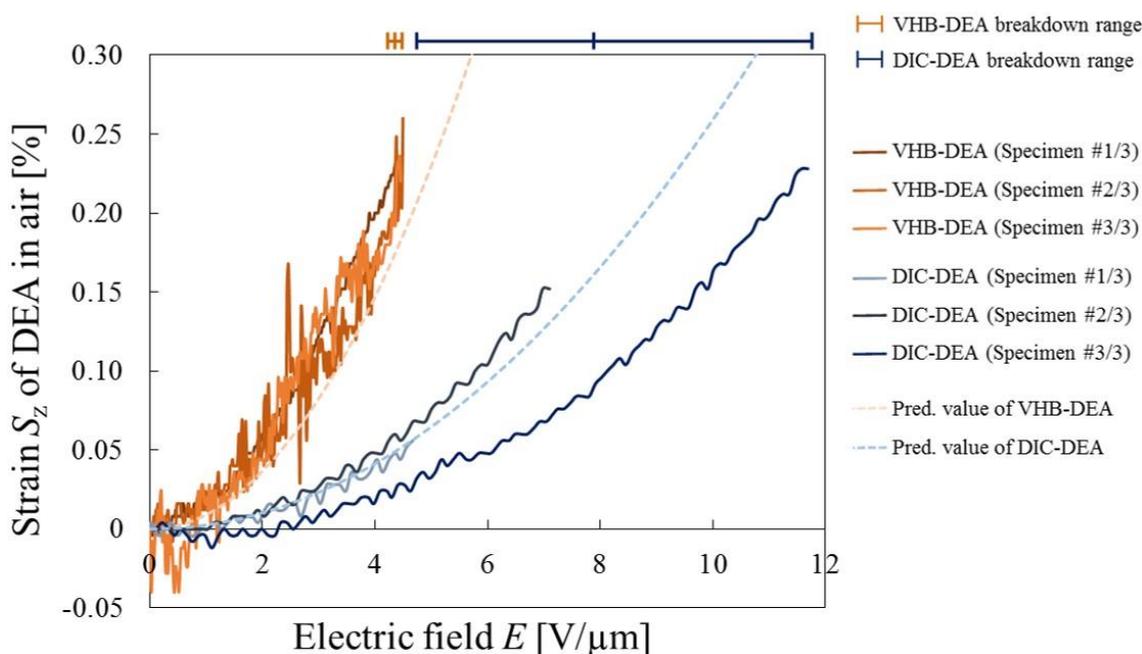
VHB テープで作成した DEA (VHB-DEA) と DIC エラストマーで作成した DEA (DIC-DEA) の両者に対し、電圧印加時のひずみと破壊電場を調べた。Table 3.2 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.3 に電圧印加速度 0.2 kV/s の時の VHB-DEA と DIC-DEA のひずみの電場依存性を示す。図中、茶系の線が VHB-DEA、青系の線が DIC-DEA であり、実線が実測値、破線が予測値を表す。また、枠外の H 型バーは破壊電場範囲を表し、バーの左端は最小値、右端は最大値、中央は平均値を示している（実線、破線、枠外の H 型バーが表すものは以降の項でも同様である。）。なお、図中のデータが波線状になっている理由は、DEA が変形する際に、取り付けた重りが振動するためである。

**Table 3.2 Properties of DEA.**

	VHB-DEA	DIC-DEA
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	1.03	0.18
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.221	0.557
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	4.5	3.0

まず、VHB-DEA と DIC-DEA の破壊電場を比較する。図より、VHB-DEA の破壊電場が  $4.4 \text{ V}/\mu\text{m}$  (標準偏差 (S.D.) :  $0.1 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) である一方、DIC-DEA の破壊電場は  $7.9 \text{ V}/\mu\text{m}$  (S.D. :  $2.8 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) となり、VHB-DEA の約 1.8 倍の値を示した。この時、破壊電場の予測値は、VHB-DEA では  $44.2 \text{ V}/\mu\text{m}$ 、DIC-DEA では  $83.3 \text{ V}/\mu\text{m}$  であり、実測値は予測値よりも大幅に小さかったが、VHB-DEA の実測値に対する DIC-DEA の実測値の比率は予測値のそれとほぼ一致した。実測値が予測値に比べて大幅に小さくなった理由は、材料の破壊電場が種々の原因から起こる複雑な現象であり、定量的な予測が難しいからである。2.9 節でも説明したが、破壊電場の種類は 3 つある。一つ目は材料中の電子やイオンが原因で引き起こされる電子的破壊、二つ目はジュール熱が原因である熱的破壊、三つ目はマクスウェル応力による材料変形が原因である機械的破壊である。材料に電圧

を印加すると、材料中の電子は加速されて動き出し、動き出した電子が材料の原子や分子に衝突して電子正孔対が作られる<sup>13)</sup>。この電子正孔対が材料中に複数作られると材料中に電流が流れやすくなり、破壊電場が起きやすくなるため、材料の破壊電場よりも低い値での破壊電場が起きる。これが、破壊電場の低下の主な原因であるだろう。また、DIC-DEA において破壊電場がバラついた理由は、材料中の電場集中、あるいは DIC エラストマーの中和度のバラつきが影響した可能性がある。電場集中とは材料表面の傷や材料内部の空隙などに電場が集中する現象であり、電場集中が起きると、やがて、その部分で放電が起き、瞬時に放電が材料全体に広がり破壊電場する<sup>14)</sup>。実験時に明らかな傷や空隙がある試料は結果から外してあるが、一見、欠陥が無いように見えても微小な欠陥が生じていた可能性は否定できない。また、DIC エラストマーは、その製作過程においてナトリウム中和度の制御が難しいため、常に同じ精度での製膜が難しく、試料ごとの中和度の微妙な違いが絶縁耐力のバラつきに影響した可能性がある。



**Fig. 3.3 Electric field dependency of strain of DEA (Voltage application speed is 0.2 kV/s). Brownish color lines are VHB-DEAs, and blueish color lines are DIC-DEA. Dashed lines represent predicted value. The H-shaped bar outside the frame indicates the electrical breakdown range. The right end, left end and center of the bar represents its maximum, minimum and average value, respectively.**

次に、VHB-DEA と DIC-DEA のひずみを比較する。図より、VHB-DEA のひずみは予測値に近い値を示し、最大ひずみ（絶縁破壊直前のひずみ）は 0.24 %（S.D. : 0.02 %）であった。一方、DIC-DEA のひずみは実測値同士のバラつきも実測値と予測値との差

も大きく、最大ひずみは 0.15 % (S.D. : 0.07 %) であった。なお、同電場 (4.0 V/ $\mu\text{m}$ ) で比較した場合には、DIC-DEA のひずみは VHB-DEA のひずみの 19.9 %程度であったが、絶縁破壊直前の電場で比較した場合には、DIC-DEA のひずみは VHB-DEA のひずみの 61.2 %程度にまで近づいた。まず、DIC-DEA のひずみの実測値同士がバラついた原因および実測値と予測値の差が大きくなった原因について考える。これは、DIC エラストマーの弾性率が試料ごとに異なる場合があるためである。DIC エラストマーの弾性率は、ナトリウム中和度や温度、湿度によって変化する。特に、ナトリウム中和度の調整は難しく、作成者が違えばもちろんのこと、常に同じ中和度を目指して作成を試みたとしても、完全に同じものを作るのは難しい。また、製膜時に試料の膜厚などの細かな差異によって弾性率が変わる。したがって、実測値と予測値が一致しないのは、実験で使用する試料と予測値に使用した試料の弾性率に差が生じているからであると考えられる。次に、VHB-DEA と DIC-DEA の最大ひずみについて考える。DIC-DEA は破壊電場にバラつきがあるため、最大ひずみにもバラつきが生じ、最大ひずみを比較した時、VHB-DEA の 61.2 %程度までしか近づいていない。しかし、DIC-DEA の 3 つの試料の中の最大ひずみ (0.23 %) と VHB-DEA の 3 つの試料の中の最大ひずみ (0.26 %) を比較すると、DIC-DEA のひずみは VHB-DEA のひずみの 88.5 %程度まで近づくことが分かる。以上のことから、DIC-DEA は VHB-DEA の 80 %以上の伸縮性を発揮できる。しかし、破壊電場がバラついているため、現状では安定した伸縮性を得ることは難しいと考えられる。

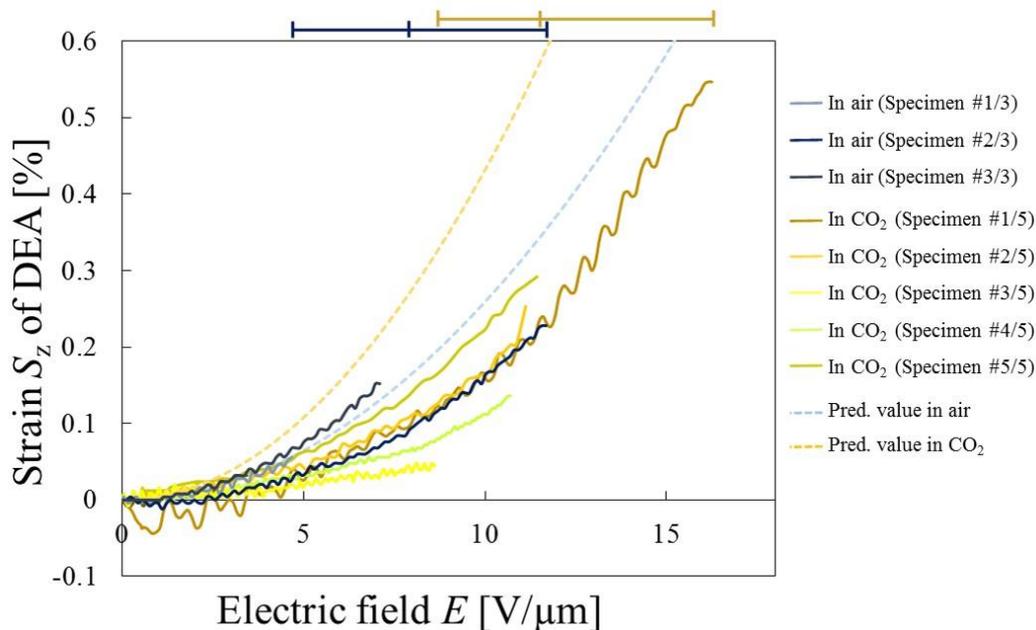
### 3.3.2 可塑化前後の DEA の長手方向ひずみの電場依存性

2.6節の方法でCO<sub>2</sub>環境下に置き可塑化させた DIC-DEA のひずみと破壊電場を調べ、可塑化前の試料と比較した。Table 3.3 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.4 に DIC-DEA のひずみの電場依存性を示す。なお、CO<sub>2</sub> 環境下での比誘電率は測定していないため、予測には大気中での比誘電率を使用した。青系の線が可塑化せずに大気中で駆動した DIC-DEA (DIC-DEA in air)、黄系の線が CO<sub>2</sub> 環境下に置き可塑化させた後に駆動させた DIC-DEA (DIC-DEA in CO<sub>2</sub>) である。

まず、DIC-DEA の破壊電場を比較する。図より、DIC-DEA in air の破壊電場が 7.9 V/μm (S.D. : 2.8 V/μm) であった。一方、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> の破壊電場は 11.6 V/μm (S.D. : 2.5 V/μm) となり、DIC-DEA in air の破壊電場の約 1.5 倍の値を示した。この時、破壊電場の予測値は、DIC-DEA in air では 83.3 V/μm、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> では 64.5 V/μm であり、前節同様、実測値は予測値よりも大幅に小さくなった。実測値では DIC-DEA in air の方が DIC-DEA in CO<sub>2</sub> よりも破壊電場は小さくなったのに対して、予測値では逆になっている。これは CO<sub>2</sub> がイオンの移動を阻害するためであると考えられる。DIC エラストマーを可塑化させる際にイオン基に CO<sub>2</sub> が吸着する。固体中のイオンが移動するには分子間に隙間が必要である<sup>15)</sup>。しかし、吸着現象によって隙間が埋まるとイオンが移動できない。これが、破壊電場の予測と傾向が一致しなかった原因であると考えられる。

**Table 3.3 Properties of DEA.**

	DIC-DEA in air	DIC-DEA in CO <sub>2</sub>	
		Specimen #1/5~2/5	Specimen #3/5~5/5
Length $L$ [mm]	25	25	40
Width $w$ [mm]	5	5	10
Blank $b$ [mm]	1.0		
Thickness $d$ [mm]	0.18	0.29	0.18
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	0.307	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0		



**Fig. 3.4 Electric field dependency of strain of DEA (Voltage application speed is 0.2 kV/s). Blueish color lines are DIC-DEA in air, and yellowish color lines are DIC-DEA in CO<sub>2</sub>. Dashed lines represent predicted value. The H-shaped bar outside the frame indicates the electrical breakdown range. The right end, left end and center of the bar represents its maximum, minimum and average value, respectively.**

次に、ひずみを比較する。図より、DIC-DEA in air の最大ひずみは 0.15 % (S.D.: 0.07 %) であった。一方、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> の最大ひずみは 0.27 % (S.D.: 0.18 %) であった。なお、同電場 (4.0 V/μm) で比較した場合には、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> のひずみは DIC-DEA in air のひずみの約 0.6 倍であったが、絶縁破壊直前の電場で比較した場合には、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> のひずみは DIC-DEA in air のひずみの約 1.8 倍になる。また、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> のひずみは S.D.が 0.18 %あり、値のバラつきが大きいことが分かる。まず、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> のひずみが同電場では DIC-DEA in air より低く、最大ひずみでは、DIC-DEA in air より高くなった原因と DIC-DEA in CO<sub>2</sub> のひずみがバラつく原因について考える。これらは全て、可塑化後の試料の弾性率の影響によるものと考えられる。前節でも述べた様に可塑化前の DIC エラストマーの弾性率がバラついているため、可塑化後の弾性率もバラつく。試料ごとに弾性率が異なれば、得られるひずみは変化する。これによって値のバラつきが大きくなったと考えられる。また、引張試験の際は弾性率が低下しているため、予測値では可塑化後の DEA の方が、可塑化前の DEA よりもひずみが高い傾向にある。しかし、実測値では、その傾向を示さなかった。これは、試料によって CO<sub>2</sub> の吸着に差が出ており、引張試験の時よりも弾性率の低下が起きていなかった可能性がある。CO<sub>2</sub> 吸着による可塑化の進行は Na 中和度や CO<sub>2</sub> 濃度に依存すると考えられる。CO<sub>2</sub> の

吸着に差が出ていると可塑化の度合いが試料ごとに異なる。可塑化の度合いが小さければ、それに応じて弾性率の低下も小さくなるため、DEA を駆動させた際のひずみが予測値の傾向に合わなくなると考えられる。

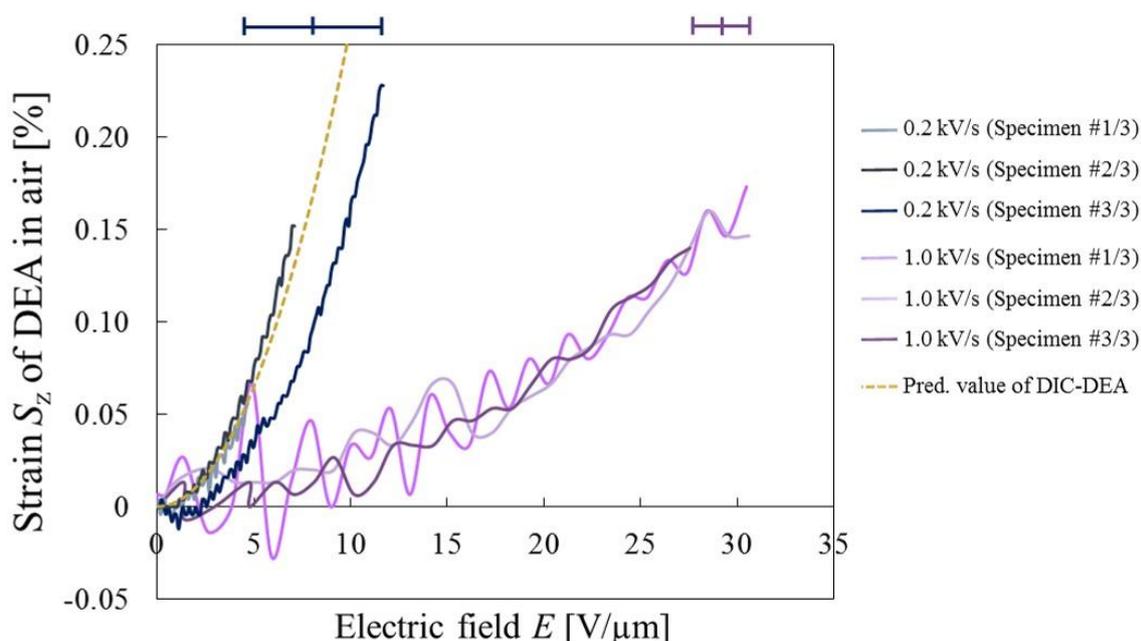
### 3.3.3 DEA の長手方向ひずみの電圧印加速度依存性

DIC-DEA の電圧印加速度に対するひずみと破壊電場を調べた。Table 3.4 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.5 に DIC-DEA のひずみの電場依存性を示す。青系の線が 0.2 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 0.2 kV/s)、紫系の線が 1.0 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 1.0 kV/s) である。電圧印加速度を増加させると、DEA のひずみ速度が速くなる。これにより DEA に取り付けられている重りの振動が大きくなるため、図中のデータの波線が大きくなる。なお、DIC-DEA at 0.2 kV/s のひずみ速度は  $1.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (伸張速度は 0.1 mm/min) に対して、DIC-DEA at 1.0 kV/s のひずみ速度は  $4.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (伸張速度は 0.4 mm/min) である。

まず、DIC-DEA の破壊電場を比較する。図より、DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場が  $7.9 \text{ V}/\mu\text{m}$  (S.D. :  $2.8 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場は  $29.6 \text{ V}/\mu\text{m}$  (S.D. :  $1.4 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) となり、DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場の約 3.7 倍の値を示した。なお、破壊電場の予測値は電圧印加速度に依らないため、ともに  $83.3 \text{ V}/\mu\text{m}$  であり、前節同様、実測値は予測値よりも大幅に小さくなった。DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場が DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場よりも大きくなった理由は、DIC エラストマーを含む高分子材料に、SS 曲線の初期応答に対する速度依存性があるためである。つまり、DIC エラストマーの SS 曲線の初期勾配が変形速度の増加に伴い増加（つまり、見かけの弾性率が増加）したためである。本実験では電圧印加速度を増加させたことにより、時間当たりのマクスウェル応力が増加し、変形速度が増加している。これにより DIC エラストマーの見かけの弾性率が増加したため、式 (2.13) が示す様に、破壊電場が増加した。

**Table 3.4 Properties of DEA.**

	DIC-DEA at 0.2 kV/s	DIC-DEA at 1.0 kV/s
Voltage application speed [kV/s]	0.2	1.0
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.18	0.10
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	



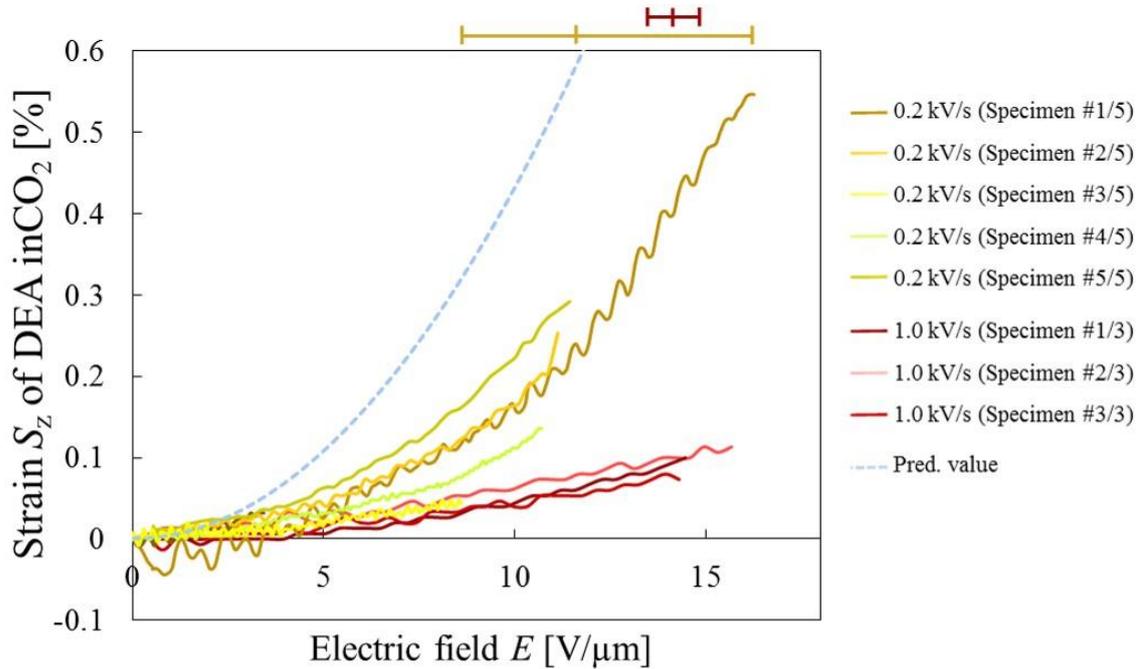
**Fig. 3.5 Voltage application speed dependency of strain of DIC-DEA in air. Blueish color lines are DIC-DEA at 0.2 kV/s, and purplish color lines are DIC-DEA at 1.0 kV/s. Dashed lines represent predicted value. The H-shaped bar outside the frame indicates the electrical breakdown range. The right end, left end and center of the bar represents its maximum, minimum and average value, respectively.**

次に、ひずみを比較する。図より、DIC-DEA at 0.2 kV/s の最大ひずみは 0.15 % (S.D. : 0.07 %) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の最大ひずみは 0.16 % (S.D. : 0.01 %) であった。両者の最大ひずみは近い値になったが、DIC-DEA at 1.0 kV/s は最大ひずみに至るまでの電場が大きく、予測値を大きく外れた。予測値を大きく外れた理由は、破壊電場が高くなった理由と同様に DIC エラストマーの SS 曲線の初期応答に速度依存性があり、変形速度の増加に伴い SS 曲線の初期勾配から得た弾性率が増加したからである。誘電率や印加電場が変わらず、弾性率が増加すれば、ひずみは減少することは式 (2.4) から明らかである。

続いて、可塑化された DIC-DEA の電圧印加速度に対するひずみと破壊電場を調べた。Table 3.5 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.6 に DIC-DEA のひずみの電場依存性を示す。黄系の線が 0.2 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 0.2 kV/s)、赤系の線が 1.0 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 1.0 kV/s) である。なお、DIC-DEA at 0.2 kV/s のひずみ速度は  $1.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (伸張速度は 0.1 mm/min) に対して、DIC-DEA at 1.0 kV/s のひずみ速度は  $2.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  (伸張速度は 0.2 mm/min) である。

**Table 3.5 Properties of DEA.**

	DIC-DEA at 0.2 kV/s		DIC-DEA at 1.0 kV/s
	Specimen #1/5~2/5	Specimen #3/5~5/5	
Voltage application speed [kV/s]	0.2		1.0
Length $L$ [mm]	25	40	25
Width $w$ [mm]	5	10	5
Blank $b$ [mm]	1.0		
Thickness $d$ [mm]	0.29	0.18	0.28
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.307		
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0		



**Fig. 3.6 Voltage application speed dependency of strain of DIC-DEA in  $\text{CO}_2$ .** Yellowish color lines are DIC-DEA at 0.2 kV/s, and reddish color lines are DIC-DEA at 1.0 kV/s. Dashed lines represent predicted value. The H-shaped bar outside the frame indicates the electrical breakdown range. The right end, left end and center of the bar represents its maximum, minimum and average value, respectively.

まず、DIC-DEA の破壊電場を比較する。図より、DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場は  $11.6 \text{ V}/\mu\text{m}$  (S.D. :  $2.5 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場は  $14.8 \text{ V}/\mu\text{m}$  (S.D. :  $0.6 \text{ V}/\mu\text{m}$ ) となり、DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場の約 1.3 倍の値を示した。破壊電場の予測値は、 $64.5 \text{ V}/\mu\text{m}$  である。前節で述べたように、DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場が高くなった理由は DIC エラストマーの変形の見かけの弾性率が増加したからである。

次に、ひずみを比較する。図より、DIC-DEA at 0.2 kV/s の最大ひずみは  $0.27\%$  (S.D. :  $0.18\%$ ) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の最大ひずみは  $0.07\%$  (S.D. :  $0.01\%$ ) となり、DIC-DEA at 0.2 kV/s の最大ひずみの約 0.3 倍の値を示した。破壊電場が高くなったのと同様の理由で、DIC エラストマーの変形の見かけの弾性率が増加したため、同電場で比較した時のひずみが低下した。

### 3.4 DEA の長手方向発生応力

#### 3.4.1 DEA の長手方向発生応力の電場依存性

VHB-DEA と DIC-DEA の発生応力を調べた。Table 3.6 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.7 に電圧印加速度  $0.2 \text{ kV/s}$  の時の VHB-DEA と DIC-DEA の発生応力の電場依存性、Fig. 3.8 にその拡大図（電場範囲： $0\sim 4.0 \text{ V}/\mu\text{m}$ ）を示す。Fig. 3.7 において線が階段状になっている理由は、ロードセルのデータロガー（共和電業製：UCAM-550A）に測定されるひずみの分解能が  $1 \times 10^{-6}$  ひずみであるためである。電圧印加速度が  $0.2 \text{ kV/s}$  の時、サンプリング速度（ $0.1 \text{ s}$ ）と DIC エラストマーの膜厚（ $0.1 \text{ mm}$ ）を考慮すると、 $0.2 \text{ V}/\mu\text{m}$  の電場が印加される。この時の荷重値をひずみにした時に分解能以下であると、連続して同じ値を得ることになり、階段状の波形ができる。茶系の色でまとめたものが VHB-DEA で、青系の色でまとめたものが DIC-DEA である。実測値を実線、予測値を破線で表した。

**Table 3.6 Properties of DEA.**

	VHB-DEA	DIC-DEA
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	1.03	0.10
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.221	0.557
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	4.5	3.0

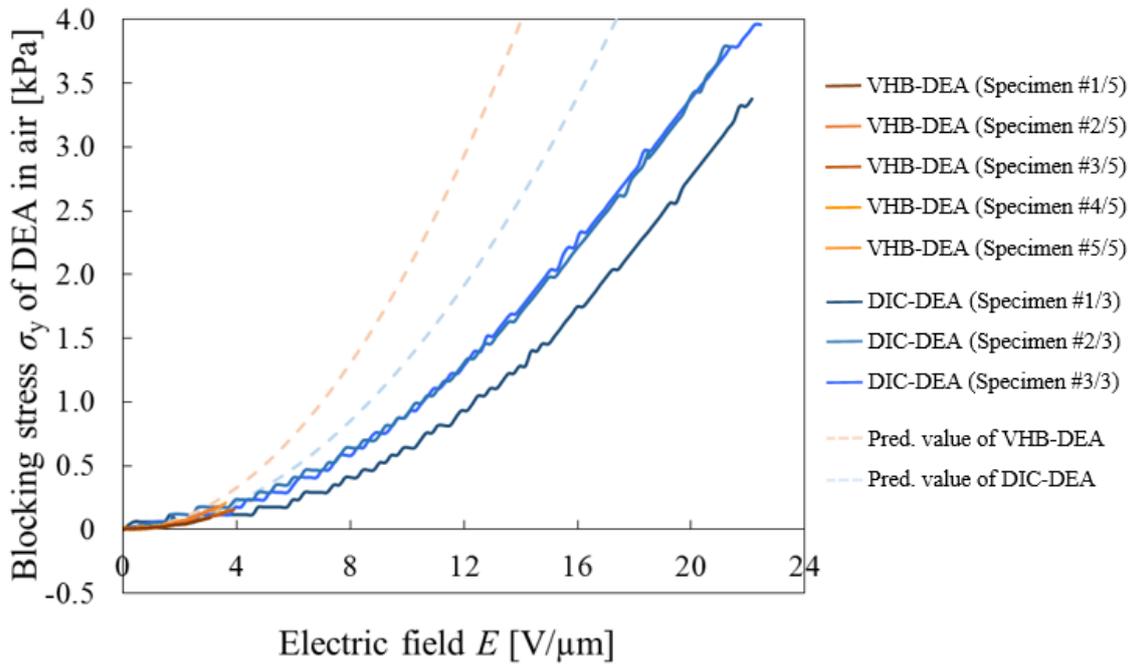


Fig. 3.7 Electric field dependency of blocking stress of DEA. (Voltage application speed is 0.2 kV/s). Brownish color lines are VHB-DEAs, and blueish color lines are DIC-DEA. Dashed lines represent predicted value.

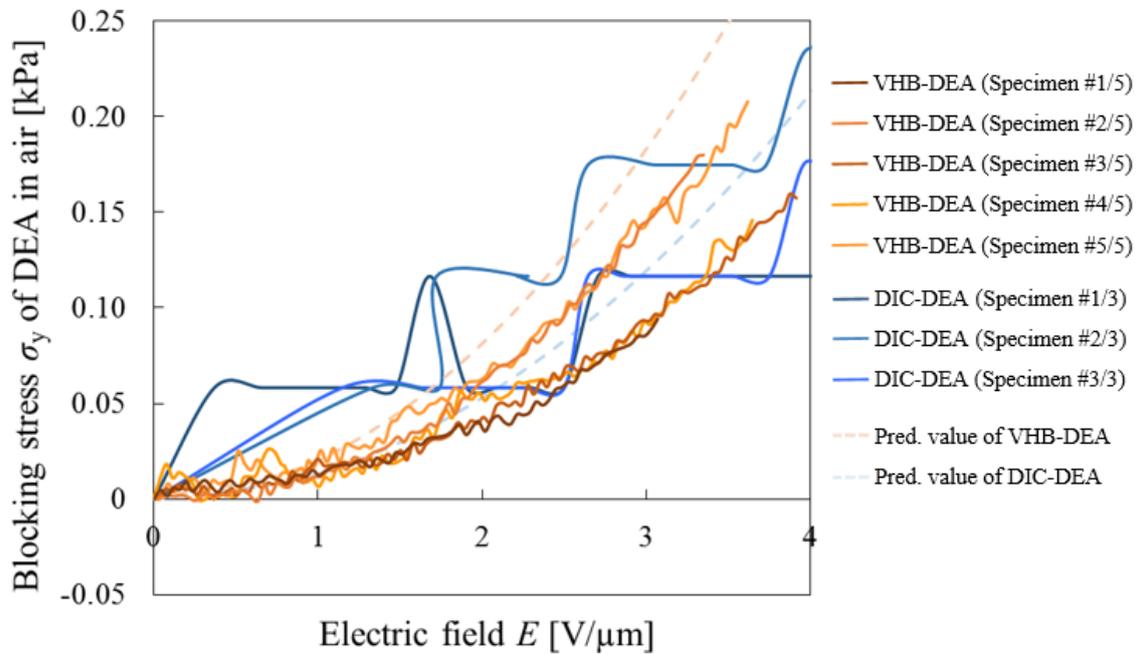
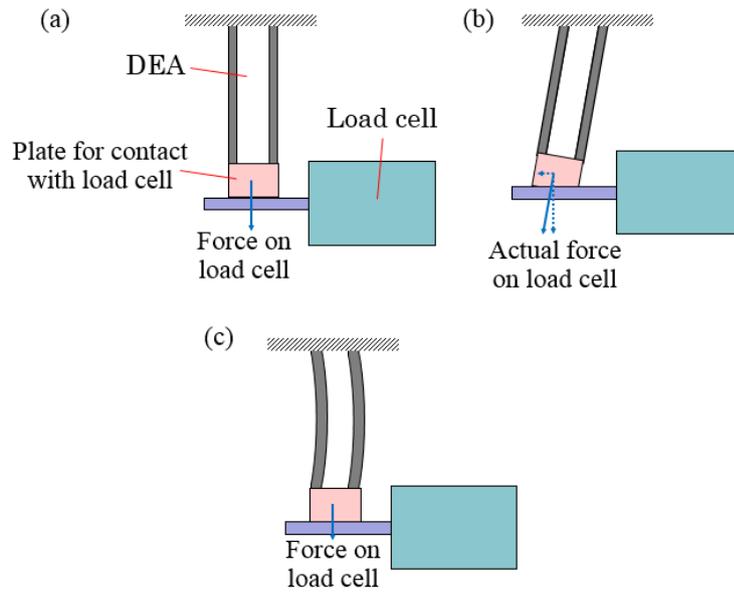


Fig. 3.8 Enlarged view (range of electric field: 0 to 4 V/μm) of Fig. 3.6. (Voltage application speed is 0.2 kV/s)

発生応力は、VHB-DEA と DIC-DEA、ともに予測値よりも小さくなった。特に印加する電場を増加させていくと予測値との差は大きくなっていく。また、VHB-DEA の最大発生応力（絶縁破壊直前の発生応力）は 0.16 kPa (S.D. : 0.04 kPa) であった。一方、DIC-DEA の最大発生応力は 3.69 kPa (S.D. : 0.27 kPa) となり、VHB-DEA の発生応力の約 23 倍を示した。また、同電場 (3.0 V/ $\mu\text{m}$ ) のときの発生応力は、VHB-DEA が 0.12 kPa (S.D. : 0.03 kPa)、DIC-DEA が 0.14 kPa (S.D. : 0.03 kPa) であり、ほとんど差はなかった。まず、実測値が予測値より小さくなった理由は、DEA が駆動した時に力がロードセルのカンチレバーに対して垂直方向に 100 % かかっていなかったからである。Fig. 3.9 にロードセルへの力のかかり方の模式図を示す。(a) が垂直方向に 100 % 変位した場合、(b) が DEA とロードセルの接触がずれた場合、(c) が DEA 駆動時に DEA がたわむ場合である。(a) の時は実測値と予測値が一致するはずだが、ロードセルと DEA の接触は手動で行うため、(b) のように、DEA とカンチレバーの軸がずれる場合がある。この場合にはロードセルへかかる力が青矢印の破線の様に分解されるため、実測値が小さくなる。それから、カンチレバーは図中のピンクで表した樹脂の板で接触させており、DEA に使用する材料よりも剛性が高いため、DEA 駆動時に DEA が (c) の様にたわむ場合が考えられる。この場合もロードセルにかかる力が小さくなる。また、今まで述べてきたように試料ごとに弾性率が異なることも理由の一つと考えられる。発生応力は式 (2.6) より弾性率に依存しない値であるが、弾性率に依存するひずみの実測値が予測値よりも小さければ相対的に、得られる発生応力も予測値より小さくなる。ただ、本実験ではひずみと発生応力を同時に測定できないため、この影響があったかは断定できない。次に、DIC-DEA の最大ひずみが VHB-DEA よりも高くなった理由を考える。DIC-DEA の最大ひずみが VHB-DEA よりも大幅に大きくなった理由は破壊電場が VHB-DEA よりも高いからである。DIC-DEA は VHB-DEA よりも弾性率が高く誘電率が低いため破壊電場が高い。これにより、VHB-DEA よりも高電場で DEA を駆動することができるため、発生応力が大幅に高くなった。また、同電場では発生応力にほとんど差がなかった理由を考える。式 (2.6) から発生応力は弾性率には依らず、真空の誘電率とポアソン比が両者ともに同じであるとすれば、同電場において発生応力は材料の比誘電率によって決定される。VHB-DEA の方が DIC-DEA よりも比誘電率が 1.5 倍大きいため、VHB-DEA の方が DIC-DEA よりも発生応力が大きくなるはずである。しかし、同電場 (3.0 V/ $\mu\text{m}$ ) では、ほとんど差がない。この理由は、発生応力のバラつきが大きいためである。実際に Fig. 3.8 を見ると VHB-DEA と DIC-DEA とともに 3.0 V/ $\mu\text{m}$  の電場下で実測値がバラついている。



**Fig. 3.9 Schematic diagram of contact between load cell and DEA. (a) Blocking force of DEA was applied perpendicular to the axis of the cantilever of the load cell. (b) Blocking force of DEA was not applied perpendicular to the axis of cantilever of the load cell. (c) Blocking force of DEA was reduced due to warp during displacement.**

### 3.4.2 可塑化前後の DEA の長手方向発生応力の電場依存性

2.6 節の方法で CO<sub>2</sub> 環境下に置き可塑化させた DIC-DEA の発生応力を調べ、可塑化前の試料と比較した。Table 3.7 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.10 に電圧印加速度 0.2 kV/s の時の発生応力の電場依存性、Fig. 3.11 にその拡大図（電場範囲：0~10 V/μm）を示す。青系の線が可塑化せずに大気中で駆動した DIC-DEA (DIC-DEA in air)、黄系の線が CO<sub>2</sub> 環境下に置き可塑化させた後に駆動させた DIC-DEA (DIC-DEA in CO<sub>2</sub>) である。なお、発生応力は式 (2.6) より弾性率に依存しない値であり、可塑化前と可塑化後の誘電率を同じとしているため、予測値の破線は DIC-DEA in air と DIC-DEA in CO<sub>2</sub> で同じである。

発生応力は、DIC-DEA in air と DIC-DEA in CO<sub>2</sub>、ともに予測値よりも小さくなった。また、DIC-DEA in air の最大発生応力は 3.71 kPa (S.D. : 0.24 kPa) であった。一方、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> の最大発生応力は 0.16 kPa (S.D. : 0.03 kPa) となり、DIC-DEA in air の発生応力は DIC-DEA in CO<sub>2</sub> の約 23 倍を示した。また、同電場 (5.0 V/μm) のときの発生応力は、DIC-DEA in air が 0.23 % (S.D. : 0.05 %), DIC-DEA in CO<sub>2</sub> が 0.10 kPa (S.D. : 0.06 kPa) であり、DIC-DEA in air の発生応力は DIC-DEA in CO<sub>2</sub> の約 2.3 倍を示した。まず、実測値が予測値より小さくなった理由は、前節でも述べた様に力がロードセルのカンチレバーに対して垂直方向に 100% かかっていなかったからである。次に、最大発生応力と同電場 (5.0V/μm) での発生応力がともに、DIC-DEA in CO<sub>2</sub> よりも DIC-DEA in air の方が大きくなった理由は、CO<sub>2</sub> 吸着により誘電率の変化が起きていた可能性が考えられる。実際、ガス吸着によって誘電率の変化などを起こす事例は報告されている<sup>16)</sup>。また、最大発生応力に関しては、破壊電場が DIC-DEA in air よりも大きいため、大きくなったといえる。

**Table 3.7 Properties of DEA.**

	DIC-DEA in air	DIC-DEA in CO <sub>2</sub>
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.10	0.29
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	0.307
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	

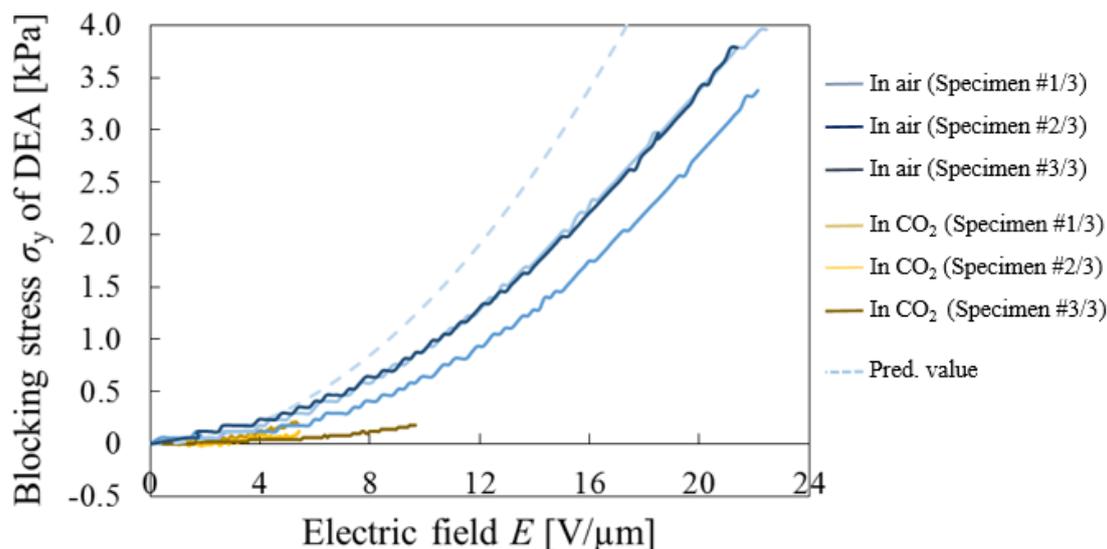


Fig. 3.10 Electric field dependency of blocking stress of DEA. (Voltage application speed is 0.2 kV/s) Blueish color lines are DIC-DEA in air, and yellowish color lines are DIC-DEA in CO<sub>2</sub>. Dashed lines represent predicted value.

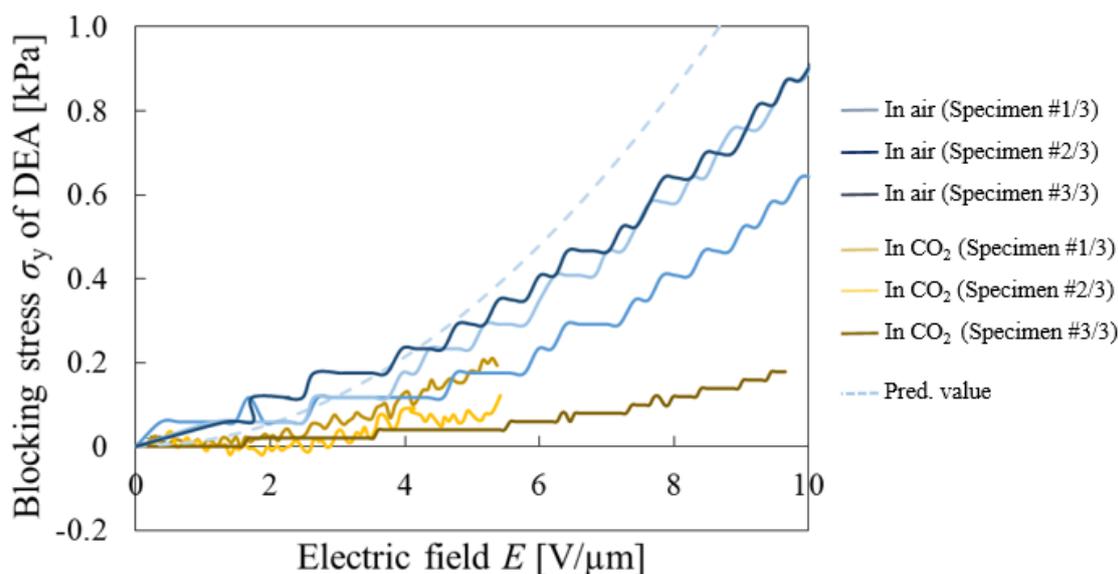


Fig. 3.11 Enlarged view (range of electric field: 0 to 10 V/μm) of Fig. 3.8. (Voltage application speed is 0.2 kV/s).

3.3.2 節のひずみ測定では、可塑化後の DEA の破壊電場が可塑化前の DEA の破壊電場よりも増加していたのに対して、本節の結果は逆の傾向となっている。これは、試料によって破壊電場に差があるためである。本実験ではひずみと発生応力を同時には測定できないため、ひずみを測定した時と発生応力を測定したときで試料の違いが影響し破壊電場が異なった。

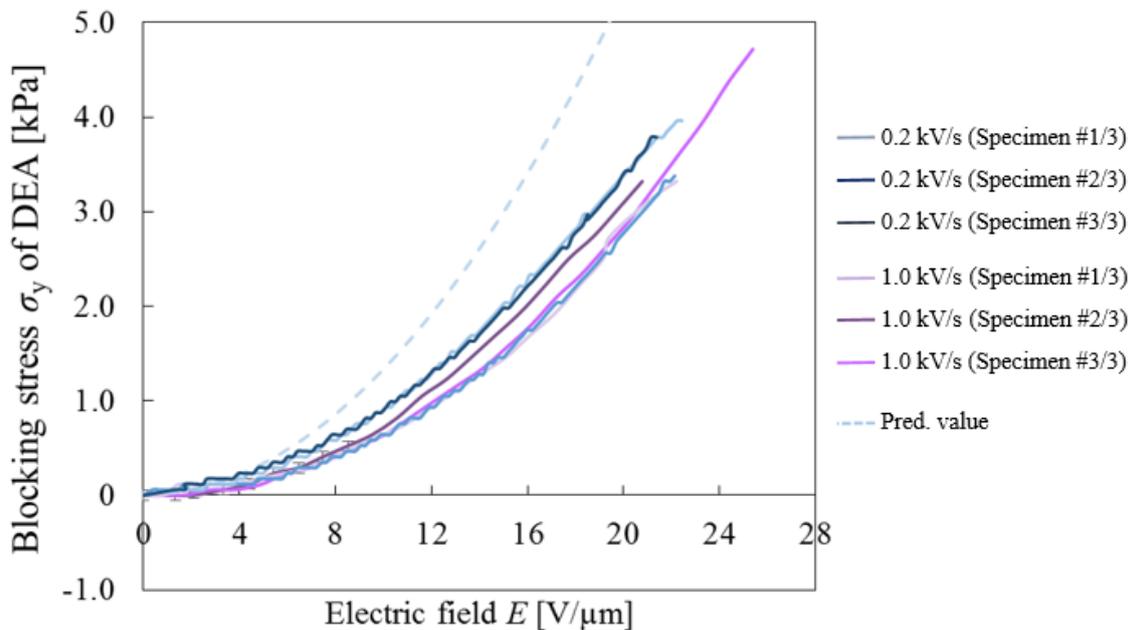
### 3.4.3 DEA の長手方向発生応力の電圧印加速度依存性

まず、VHB-DEA と DIC-DEA の発生応力を調べた。Table 3.8 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.12 に電圧印加速度 0.2 kV/s の時の VHB-DEA と DIC-DEA の発生応力の電場依存性を示す。青系の線が 0.2 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 0.2 kV/s)、緑系の線が 1.0 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 1.0 kV/s) である。

電圧印加速度に依らず、実測値は発生応力の予測値よりも小さくなった。DIC-DEA at 0.2 kV/s の最大発生応力は 3.69 kPa (S.D. : 0.27 kPa) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の最大発生応力は 3.92 kPa (S.D. : 0.59 kPa) となり、DIC-DEA at 1.0 kV/s の発生応力は DIC-DEA at 0.2 kV/s の約 1.1 倍であり、ほとんど差がなかった。また、同電場 (18 V/μm) のときの発生応力は、DIC-DEA at 0.2 kV/s が 2.62 % (S.D. : 0.29 %), DIC-DEA at 1.0 kV/s が 2.45 kPa (S.D. : 0.08 kPa) となり、DIC-DEA at 1.0 kV/s の発生応力は DIC-DEA at 0.2 kV/s の約 0.9 倍であり、同電場においてもほとんど差がなかった。まず、発生応力の実測値が予測値よりも小さくなった理由は、前節でも述べた様に力がロードセルのカンチレバーに対して垂直方向に 100 %かかっていなかったからである。次に、最大発生応力と同電場 (18 V/μm) での発生応力が電圧印加速度に依存せず、ほとんど差がなかった理由を考える。これは、発生応力が弾性率に依存しない値であるためである。電圧印加速度を増加させると、DEA の変形速度が増加するため、DIC エラストマーの SS 曲線の初期応答の速度依存性により見かけの弾性率が増加する。しかし、発生応力は弾性率に依存せず、材料の誘電率は変形速度に依らず一定であるため、電圧印加速度を増加させても発生応力に差は出なかった。

**Table 3.8 Properties of DEA.**

	DIC-DEA at 0.2 kV/s	DIC-DEA at 1.0 kV/s
Voltage application speed [kV/s]	0.2	1.0
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.10	
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	



**Fig. 3.12 Voltage application speed dependency of blocking stress of DEA. Blueish color lines are DIC-DEA at 0.2 kV/s, and purplish color lines are DIC-DEA at 1.0 kV/s. Dashed lines represent predicted value.**

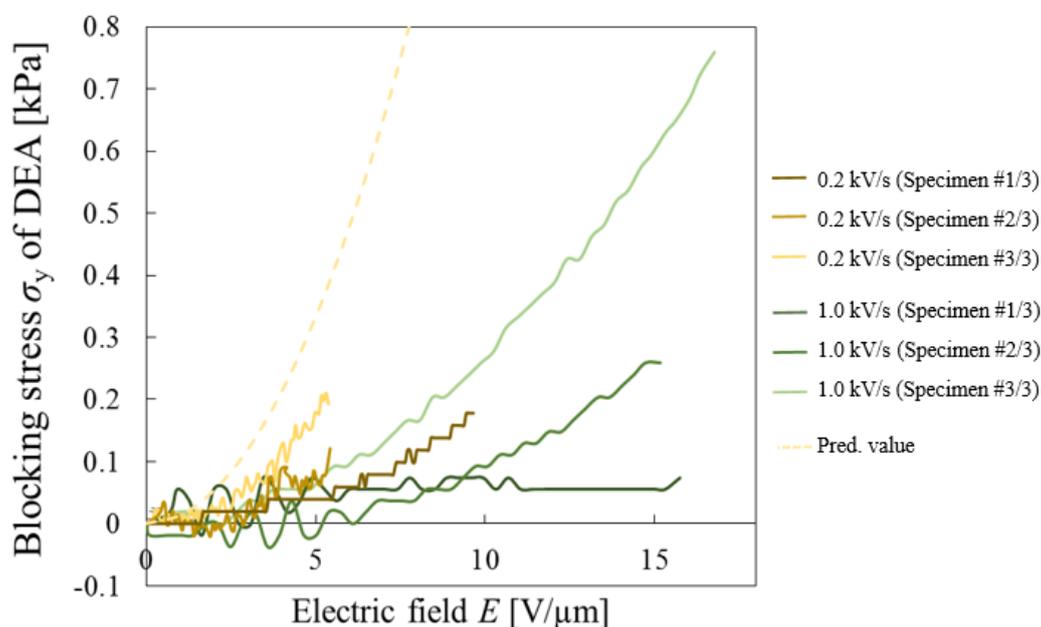
次に、可塑化後の DIC-DEA の電圧印加速度に対する発生応力を調べた。Table 3.9 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.13 に DIC-DEA の発生応力の電場依存性を示す。黄系の線が 0.2 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 0.2 kV/s)、緑系の線が 1.0 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA (DIC-DEA at 1.0 kV/s) である。

可塑化前の DEA と同様に電圧印加速度に依らず、実測値は発生応力の予測値よりも小さくなった。DIC-DEA at 0.2 kV/s の最大発生応力は 0.10 kPa (S.D. : 0.06 kPa) であった。一方、DIC-DEA at 1.0 kV/s の最大発生応力は 0.36 kPa (S.D. : 0.29 kPa) となり、DIC-DEA at 1.0 kV/s の発生応力は DIC-DEA at 0.2 kV/s の約 3.6 倍を示した。また、同電場 (5.0 V/μm) では DIC-DEA at 0.2 kV/s の発生応力が 0.10 kPa (S.D. : 0.06 kPa)、DIC-DEA at 1.0 kV/s の発生応力が 0.05 kPa (S.D. : 0.02 kPa) となり、DIC-DEA at 1.0 kV/s の発生応力は DIC-DEA at 0.2 kV/s の約 0.5 倍を示した。まず、発生応力の実測値が予測値よりも小さくなった理由は、力がロードセルのカンチレバーに対して垂直方向に 100% かかっていなかったからである。次に、最大発生応力が DIC-DEA at 1.0 kV/s の方が DIC-DEA at 0.2 kV/s よりも大きくなった理由を考える。これは、DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場の方が DIC-DEA at 0.2 kV/s よりも高いからである。最大発生応力はポアソン比、誘電率、印加電場に依存するため、破壊電場が高ければ、高い発生応力を得られる。また、DIC-DEA at 1.0 kV/s の破壊電場の方が DIC-DEA at 0.2 kV/s の破壊電場よりも高くなる理由は、3.3.3 節で述べた様に、DIC エラストマーの見かけの弾性率が増加したからで

ある。次に同電場（ $5.0 \text{ V}/\mu\text{m}$ ）では DIC-DEA at  $1.0 \text{ kV/s}$  の発生応力が DIC-DEA at  $0.2 \text{ kV/s}$  よりも小さくなった理由を考える。これは、発生応力のバラつきが大きいためである。 $5.0 \text{ V}/\mu\text{m}$  の電場下で S.D.を考慮すると、値が重なる部分が存在する。誤差が大きいため平均値に差が生じた。

**Table 3.9 Properties of DEA.**

	DIC-DEA at $0.2 \text{ kV/s}$	DIC-DEA at $1.0 \text{ kV/s}$
Voltage application speed [kV/s]	0.2	1.0
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.10	0.34
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	



**Fig. 3.13 Voltage application speed dependency of blocking stress of DEA. Yellowish color lines are DIC-DEA at  $0.2 \text{ kV/s}$ , and greenish color lines are DIC-DEA at  $1.0 \text{ kV/s}$ . Dashed lines represent predicted value.**

## 3.5 自己修復 DEA の性能

### 3.5.1 自己修復前後の DEA の長手方向ひずみの電場依存性

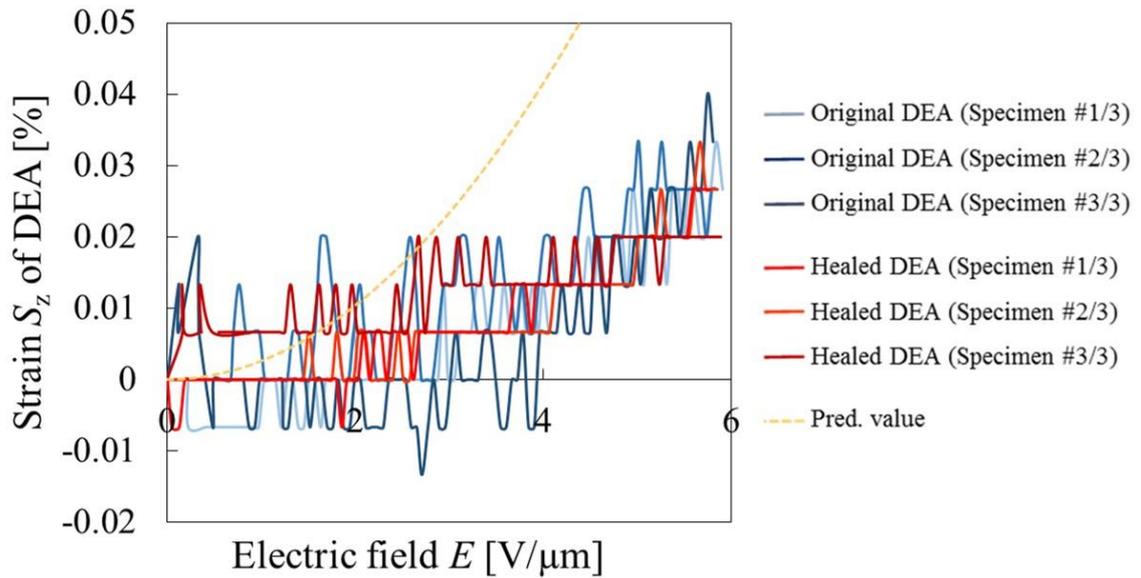
電圧印加速度 0.2 kV/s および 1.0 kV/s の時の自己修復前後の DIC-DEA のひずみを調べた。2.7 節で述べた様に、自己修復前の DEA が絶縁破壊すると自己修復後の測定ができないため、比較的低い電場である 0~6.0 V/μm の範囲の電場で実験を行った。Table 3.10 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.14 に電圧印加速度 0.2 kV/s の DIC-DEA のひずみの電場依存性、Fig. 3.15 電圧印加速度 1.0 kV/s の DIC-DEA のひずみの電場依存性を示す。図中、青系の線が電圧印加速度 0.2 kV/s の時の自己修復前の DIC-DEA (Original DEA)、赤系の線が電圧印加速度 0.2 kV/s の時の自己修復後の DIC-DEA (Healed DEA) である。また、緑系の線が電圧印加速度 1.0 kV/s の時の Original DEA、黄系の線が電圧印加速度 1.0 kV/s の時の Healed DEA である。なお、波形が上下に大きく変動しているが、これは、測定領域の変位が微小 (0~6.0 μm) であるのに対して、レーザ変位計の精度が 7.2 μm であるため起こる。つまり、値の信頼性は落ちるが、自己修復前後のひずみの傾向を知ることは可能である。

まず、電圧印加速度が 0.2 kV/s の時の自己修復前後の DEA のひずみを比較する。6.0 V/μm の電場を印加した時の Original DEA のひずみは 0.029 % (S.D. : 0.003 %) であった。一方、Healed DEA の最大ひずみは 0.024 % (S.D. : 0.003 %) となり、Original DEA の約 0.8 倍の値を示した。つまり、自己修復後も自己修復前と同等のひずみを得られている。

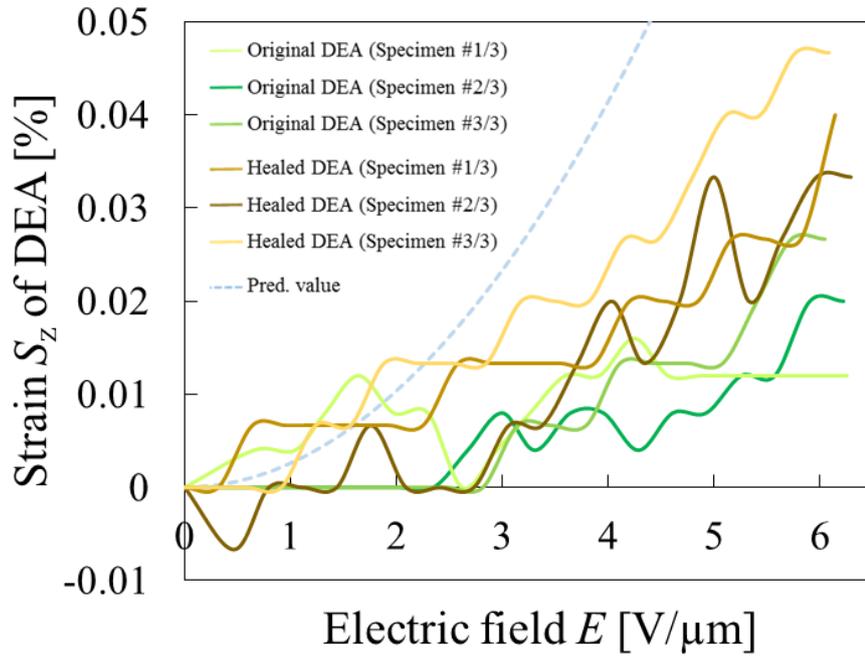
次に、電圧印加速度 1.0 kV/s の時の自己修復前後の DEA のひずみを比較する。6.0 V/μm の電場を印加した時の Original DEA のひずみは 0.020 % (S.D. : 0.006 %) であった。一方、Healed DEA の最大ひずみは 0.036 % (S.D. : 0.008 %) となり、Original DEA の約 1.8 倍の値を示し、Healed DEA の方が Original DEA よりもひずみが高くなった。自己修復しても弾性率は、ほとんど変わらなかったため、自己修復時の架橋点の組み換えが影響したか、自己修復前に電場を印加した時に、材料の一部が劣化した可能性は考えられる。

**Table 3.10 Properties of DEA.**

	DEA at 0.2 kV/s	DEA at 1.0 kV/s
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.34	0.31
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	



**Fig. 3.14 Electric field dependency of the strain of DEA before and after self-healing. (Voltage application speed is 0.2 kV/s.) Blueish color lines are Original DEA, and reddish color lines are Healed DEA. Dashed lines represent predicted value.**



**Fig. 3.15 Electric field dependency of the strain of DEA before and after self-healing.** (Voltage application speed is 1.0 kV/s.) Greenish color lines are Original DEA, and yellowish color lines are Healed DEA. Dashed lines represent predicted value.

### 3.5.2 自己修復前後の長手方向の発生応力の電場依存性

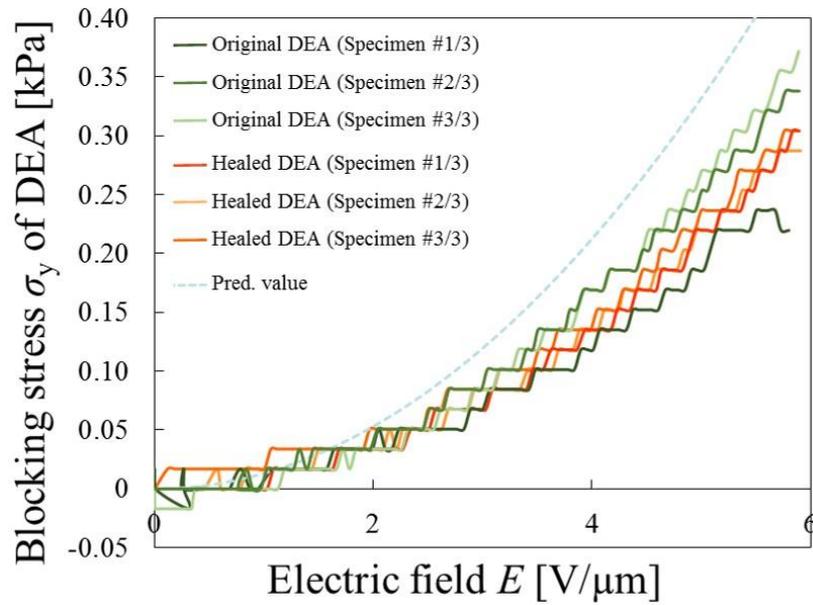
電圧印加速度 0.2 kV/s および 1.0 kV/s の時の自己修復前後の DIC-DEA の発生応力を調べた。Table 3.11 に使用した DEA の寸法および物性値を示し、Fig. 3.16 に電圧印加速度 0.2 kV/s の DIC-DEA の発生応力の電場依存性、Fig. 3.17 に電圧印加速度 1.0 kV/s の DIC-DEA の発生応力の電場依存性を示す。図中、緑系の線が電圧印加速度 0.2 kV/s の時の Original DEA、橙系の線が電圧印加速度 0.2 kV/s の時の Healed DEA である。また、青系の線が電圧印加速度 1.0 kV/s の時の Original DEA、黄系の線が電圧印加速度 1.0 kV/s の時の Healed DEA である。

まず、電圧印加速度が 0.2 kV/s の時の自己修復前後の DEA の発生応力を比較する。6.0 V/ $\mu\text{m}$  の電場を印加した時の Original DEA の発生応力は 0.31 kPa (S.D. : 0.07 kPa) であった。一方、Healed DEA の発生応力は 0.30 kPa (S.D. : 0.01 kPa) となり、同程度の発生応力が得られた。よって、前節のひずみの結果も踏まえれば、0.2 kV/s では、自己修復前後で同等の性能を発揮できることが分かった。

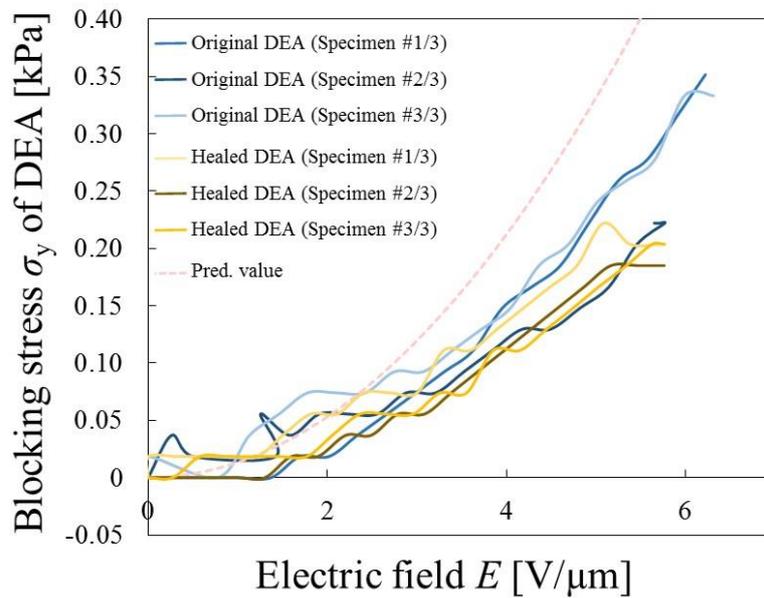
次に、電圧印加速度 1.0 kV/s の時の自己修復前後の DEA の発生応力を比較する。6.0 V/ $\mu\text{m}$  の電場を印加した時の Original DEA の発生応力は 0.27 kPa (S.D. : 0.04 kPa) であった。一方、Healed DEA の発生応力は 0.20 kPa (S.D. : 0.01 kPa) となり、Original DEA の約 0.7 倍の値を示した。つまり、電圧印加速度が 0.2 kV/s のときと傾向が異なった。これについては、原因を特定できなかった。

**Table 3.11 Properties of DEA.**

	DEA at 0.2 kV/s	DEA at 1.0 kV/s
Length $L$ [mm]	25	
Width $w$ [mm]	5	
Blank $b$ [mm]	1.0	
Thickness $d$ [mm]	0.34	0.31
Young's modulus $Y$ [MPa]	0.557	
Relative dielectric constant $\epsilon_r$	3.0	



**Fig. 3.16** Electric field dependency of the blocking stress of DEA before and after self-healing. (Voltage application speed is 0.2 kV/s.) Greenish color lines are Original DEA, and orangeish color lines are Healed DEA. Dashed lines represent predicted value.



**Fig. 3.17** Electric field dependency of the blocking stress of DEA before and after self-healing. (Voltage application speed is 1.0 kV/s.) Blueish color lines are Original DEA, and yellowish color lines are Healed DEA. Dashed lines represent predicted value.

## 第4章 結言

本研究では、CO<sub>2</sub> 環境下で可塑化する性質と自己修復性を持つ DIC エラストマーに注目し、これを DEA に用いた時の、ひずみと発生応力を調査した。その結果以下のことが明らかとなった。

### 1. 基本性能

破壊電場は予測傾向と一致し、DIC-DEA の方が VHB-DEA よりも高くなった。また、このことが影響し、最大発生応力も DIC-DEA の方が高くなった。一方、ひずみは、同電場では DIC-DEA の方が小さくなった（VHB-DEA の 19.9 %）が、DIC-DEA の方が破壊電場が大きいため、最大ひずみは VHB-DEA の 61.2 %まで近づいた。

### 2. 可塑化前後の性能

最大ひずみと同電場におけるひずみは、どちらも可塑化前の DIC-DEA（DIC-DEA in air）よりも可塑化後の DIC-DEA（DIC-DEA in CO<sub>2</sub>）の方が高くなった。一方、最大発生応力は DIC-DEA in air の方が高くなった。これは、発生応力測定時の破壊電場はひずみ測定時と異なり、DIC-DEA in air の方が破壊電場が高いため起こる。

### 3. 電圧印加速度を変えた時の性能

同電場でひずみを比較した場合、0.2 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA は 1.0 kV/s の電圧印加速度で印加した DIC-DEA よりもひずみが小さくなった。これは、電圧印加速度を増加させると DIC エラストマーの見かけの弾性率が増加するためである。一方、最大ひずみで比較した場合は、見かけの弾性率の増加に伴い破壊電場が増加するため、同等のひずみを得られた。なお、最大発生応力は電圧印加速度に依らず同等の値を示した。

### 4. 自己修復前後の性能

電圧印加速度が 0.2 kV/s の時の自己修復後のひずみと発生応力は、自己修復前後で同等の値を示した。

以上、本研究により、DIC-DEA は CO<sub>2</sub> により高性能化し、再利用可能なまでに自己修復する DEA であることが明らかとなった。今後、DIC-DEA が、その特徴を活かして、医療や介護など様々な分野で応用されることが期待される。

## 参考文献

- 1) R. Perine, et al., *Science*, 287, 836-839 (2000).
- 2) J. Shintake, et al., *Adv. Mater.* 30, 1707035 (1 of 33) (2018).
- 3) Y. Miwa, et al., *Commun. Chem.*, **1** (5), 1-8 (2018).
- 4) Y. Miwa, et al., *Commun. Chem.*, **10** (1828), 1-6 (2019).
- 5) M. Molberg, et al., *Adv. Funct. Mater.* 20, 3280-3291 (2010)
- 6) DM. Opris, et al., *Adv. Funct. Mater.* 21, 3531–3539 (2011).
- 7) 3M VHB™ Tape Specialty Tapes <https://docs.rs-online.com/aac3/0900766b81142063.pdf>
- 8) 坂本豪信他, 電気学会論文誌A, 95 (10), 439-446 (1975)
- 9) E4990A インピーダンス・アナライザ <https://www.keysight.com/ja/pd-2405177-pn-E4990A/impedance-analyzer-20-hz-to-10-20-30-50-120-mhz?cc=JP&lc=jpn>
- 10) 6790シリーズ 高電圧インターフェース  
<https://www.toyo.co.jp/material/products/detail/6790.html>
- 11) 志賀徹也, 日本ゴム協会誌, 53, 658-665 (1980)
- 12) M. Bozlar et al., *Appl. Phys. Lett.* 101, 091907, 1-5 (2012)
- 13) 鷹野致和他, 電気学会雑誌, 90 (11), 79-88 (1970)
- 14) 西島茂弘他, プラズマ・核融合学会誌, 83 (1), 39-43 (2007)
- 15) 堀内弘之, 鉱物学雑誌, 16 (6), 467~475 (1984)
- 16) W. Kosaka, et al, *Journal of the American Chemical Society*, 2014 (136), 12304-12313 (2014)
- 17) 三谷友彦, 日本電磁波エネルギー応用学会機関誌, 3 (1), 7-10 (2017)
- 18) 複素誘電率 [https://hapislab.org/public/makino/materials/20071030\\_TanDel.pdf](https://hapislab.org/public/makino/materials/20071030_TanDel.pdf)

## 謝辞

本研究を進めるにあたり、終始懇切なるご指導をいただきました内藤圭史助教、屋代如月教授に心より深く感謝申し上げます。また、試料である DIC エラストマーを御提供くださった三輪洋平准教授を始め、試料の誘電率測定をして頂いた株式会社東陽テクニカ様、数々の有益な助言を下された岐阜大学の玉川浩久准教授に厚く御礼申し上げます。最後に、常日頃の議論を通じて多くの知識や示唆をいただいた屋代・内藤研究室の学友の皆様に感謝致します。

## 第5章 付録

### 5.1 複素誘電率

コンデンサに誘電体を挿入した場合、電場を印加すると、誘電体に分極が発生する。この分極が大きいほど誘電率は高くなる。また、分極する際は、電子やイオンの移動が抵抗となるため、分極の応答は電場に対して遅れることが分かっている。式(5.1)に誘電率と印加電場の関係式を示す。

$$\mathbf{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \mathbf{E} \quad (5.1)$$

$\mathbf{D}$  は電束密度のベクトル場、 $\epsilon_0$  は真空の誘電率、 $\epsilon_r$  は誘電体の比誘電率、 $\mathbf{E}$  は印加電場のベクトル場である。一般的に誘電率は交流電場下で測定されるため、印加電場を時間関数の交流電場  $E(t)$ 、それに応答する電束密度を  $D(t)$  として、 $D(t)$  が  $E(t)$  に対して位相  $\delta$  の遅れを生じると仮定すると  $E(t)$  と  $D(t)$  はそれぞれ式(5.2)、式(5.3)と表せる。式中の  $j$  は虚数単位、 $\omega$  は角周波数、 $E_0$  は直流電場、 $D_0$  は  $E_0$  に対する電束密度である。

$$E(t) = E_0 e^{j\omega t} \quad (5.2)$$

$$D(t) = D_0 e^{j(\omega t - \delta)} \quad (5.3)$$

式(5.1)から式(5.3)より  $E(t)$  と  $D(t)$  は以下の関係式で表せる。

$$D(t) = \epsilon_0 \epsilon_r E(t) \quad (5.4)$$

これを解くと誘電体の比誘電率は以下の式で表せる。

$$\epsilon_r = \epsilon_r' - j\epsilon_r'' \quad (5.5)$$

$\epsilon_r$  は複素誘電率<sup>17)18)</sup>と呼ばれ、実部は誘電体の比誘電率、虚部は誘電損失を表している。この時の誘電率の実部  $\epsilon_r'$  と誘電率の虚部  $\epsilon_r''$  は、それぞれ以下の式で表せる。

$$\epsilon_r' = \frac{D_0}{\epsilon_0 E_0} \cos \delta \quad (5.6)$$

$$\epsilon_r'' = \frac{D_0}{\epsilon_0 E_0} \sin \delta \quad (5.7)$$

これらの比をとると、式(5.8)で示すような誘電正接  $\tan \delta$  を得られる。さらに、 $\tan \delta$  はコンデンサの損失係数と一致するため、式(5.9)の様にも表せる。

$$\frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} = \tan \delta \quad (5.8)$$

$$\tan \delta = \frac{G}{\omega C} \quad (5.9)$$

$\tan \delta$  は位相の遅れにより生じる誘電体内部のエネルギー損失の割合を表しており、温度や周波数に依存する。特に高温と低周波であるほど値が大きくなる。

## 5.2 誘電体の誘電率の導出過程

2.2.2 節より得られたインピーダンスから誘電体の誘電率を導出するさいの導出過程を示す。まず，DEA を Fig. 5.1 に示す等価な RC 並列回路と置き換える。この時，DEA のキャパシタンスを  $C$ ，コンダクタンスを  $G (=1/R)$  とすると，アドミタンス  $Y$  は以下の式で表せる。式中の  $j$  は虚数単位， $\omega$  は角周波数である。

$$Y = G + j\omega C \quad (5.10)$$

また，電極間距離を  $d$ ，電極面積を  $A$ ，誘電体の比誘電率を  $\epsilon'_r$  とすれば，キャパシタンス  $C$  は式 (5.11) で表せる。

$$C = \frac{\epsilon_0 \epsilon'_r A}{d} \quad (5.11)$$

式 (5.9) と式 (5.11) よりコンダクタンス  $G$  は式 (5.12) で表せる。

$$G = \omega \frac{\epsilon_0 \epsilon''_r A}{d} \quad (5.12)$$

よって，アドミタンス  $Y$  は式 (5.5)，(5.11)，(5.12) を用いると以下の式で表せる。

$$\begin{aligned} Y &= \omega \frac{\epsilon_0 \epsilon''_r A}{d} + j \frac{\epsilon_0 \epsilon'_r A}{d} \\ &= \omega \frac{\epsilon_0 (j\epsilon'_r + \epsilon''_r) A}{d} \\ &= j\omega \frac{\epsilon_0 \epsilon_r A}{d} \end{aligned} \quad (5.13)$$

次に，この RC 並列回路の合成インピーダンス  $Z$  を以下の式で定義する。

$$Z = \text{Re}(Z) - j\text{Im}(Z) \quad (5.14)$$

インピーダンス  $Z$  はアドミタンス  $Y$  の逆数で表せるため，式 (5.15) のように表せる。

$$Z = \frac{1}{Y} = \frac{d}{j\omega \epsilon_0 \epsilon_r A} \quad (5.15)$$

式 (5.14) と式 (5.15) を用いて， $\epsilon_r$  について解くと

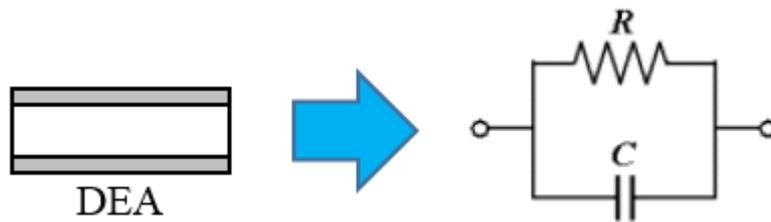
$$\begin{aligned} \epsilon_r &= \frac{d}{j\omega \epsilon_0 A \{\text{Re}(Z) - j\text{Im}(Z)\}} \\ &= \frac{d}{j\omega \epsilon_0 A \{\text{Re}(Z)^2 + \text{Im}(Z)^2\}} \{\text{Re}(Z) + j\text{Im}(Z)\} \\ &= \frac{d}{\omega \epsilon_0 A \{\text{Re}(Z)^2 + \text{Im}(Z)^2\}} \{\text{Im}(Z) - j\text{Re}(Z)\} \end{aligned} \quad (5.16)$$

式 (5.2) と式 (5.10) の実部と虚部をそれぞれ比較すると，

$$\epsilon'_r = \frac{d \cdot \text{Im}(Z)}{\omega \epsilon_0 A \{\text{Re}(Z)^2 + \text{Im}(Z)^2\}} \quad (5.17)$$

$$\varepsilon_r'' = \frac{d \cdot \text{Re}(Z)}{\omega \varepsilon_0 A \{ \text{Re}(Z)^2 + \text{Im}(Z)^2 \}} \quad (5.18)$$

式 (5.17) と式 (5.18) を解くことで誘電体の誘電率を得られる.



**Fig. 5.1 Replaced DEA model with RC parallel circuit.**

### 5.3 ひずみ測定の詳細

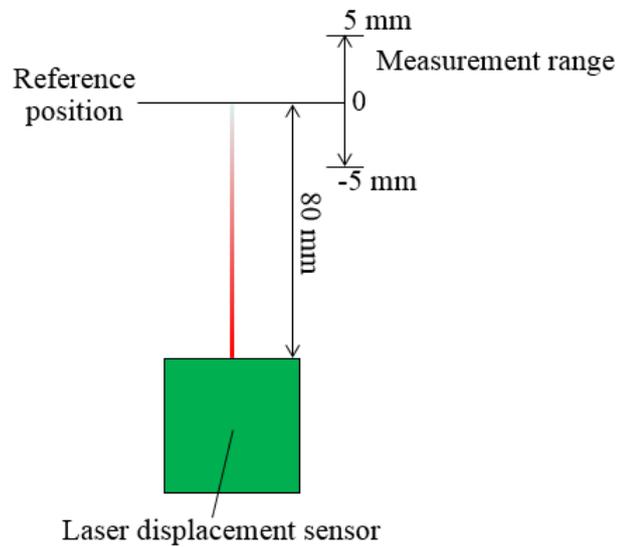
本節では、2.4 節で説明した長手方向のひずみ測定の詳細を示す。ひずみを得るためにレーザ変位計（キーエンス製：LK-H085）を使用して、DEA の長手方向の変位を得た後、変位をひずみに変換した。LK-H085 の性能を列挙する。サンプリング周期が 20  $\mu$ s 以上のとき、測定範囲が  $\pm 18$  mm であり、直線性は  $\pm 0.02\%$  of F.S. (F.S.=36mm) である。変位測定では直線性が精度と一致するため、測定の際の最大誤差は  $\pm 7.2$   $\mu$ m である。

レーザ変位計は、対象物にレーザを当てた時の反射光を反射板が受光しセンサによって位置を読み取る。対象物が移動すれば、その移動量をセンサが検知する。検知される移動量をモニタリングまたは記録するには記録可能な機器が必要なためデータロガー（HIOKI 製：LR8400）をレーザ変位計のコントローラ（キーエンス製：LK-G5000）と接続した。接続されたデータロガーには電圧値に変換された値が表示される。その値は Fig. 5.2 に示す基準点を 0 V としたときの相対位置であり  $\pm 10.5$  V の電圧範囲まで検知できる。この相対位置と電圧値は設定支援ソフト（キーエンス製：LK-H2）を用いてスケーリングが可能であるため、1.0 V あたり 1.0 mm の変位になる様にスケーリングした。この時、測定範囲は基準点から  $\pm 5$  mm とした。

レーザ変位計の設定は設定支援ソフト（キーエンス製：LK-H2）を使用して設定を行った。設定できる項目は多々ある。例えば、対象物の材質や表面状態に合わせた測定モードの選択やレーザ変位計の設置方法に応じた設置モードの選択、測定の種類などの設定ができる。測定モードには、材質や表面状態を考えない場合に使用する標準モード、半透明の樹脂や、光がにじむ対象物を測定するときに使用する半透明体モード、ガラスやフィルムのような透明体の変位測定や厚み測定の時に使用する透明体モードなどがあり、設置モードにはレーザ変位計を対象物に対して垂直に設置するときに使用する拡散反射モードとレーザ変位計を対象物に対して傾けて設置する正反射モードがある。測定の種類は変位、速度、加速度から選択できる。本実験では測定モードは標準モード、設置モードは拡散反射モード、測定は変位とした。

試料に取り付けた重りの質量は試料の比例限度をもとに決めた。比例限度はそれぞれ、VHB テープで  $3.1 \times 10^2$  MPa、可塑化前の DIC エラストマーは  $7.2 \times 10^2$  MPa、可塑化後の DIC エラストマーは  $4.2 \times 10^2$  MPa である。可能な限り重りを軽量にするため VHB テープ製 DEA (VHB-DEA) には 0.3 g の重りを取り付けた。VHB-DEA は断面積が 4.9 mm<sup>2</sup> であるため、重りによる応力は比例限度の 1.9 % の  $5.9 \times 10^{-4}$  MPa である。同様に DIC エラストマー製 DEA (DIC-DEA) には実験を始めた当初は 0.3 g の重りを取り付けていたが、可塑化後の DIC-DEA は 0.3 g の重りで変位し続けてしまうため、可塑化後の DIC-DEA と一部の DIC-DEA (自己修復性を調べた DEA) は 0.1 g の重りを取り付け測定した。0.3 g の重りを取り付けた DIC-DEA は断面積が 0.9 mm<sup>2</sup> であるため、おもりによる応力は比例限度の 4.5 % の  $3.3 \times 10^{-3}$  MPa である。0.1 g の重りを取り付けた場合

は、DIC-DEA の断面積が  $0.5\sim 1.7\text{ mm}^2$  の範囲にあることを考慮し、一番応力が大きくなる  $0.5\text{ mm}^2$  で考えると、おもりによる応力は比例限度力の  $2.7\%$  の  $2.0\times 10^{-3}\text{ MPa}$  である。また、可塑性後の DIC-DEA は断面積が  $0.5\text{ mm}^2$  で考えると  $0.1\text{ g}$  の重りを取り付けた場合、重りによる応力は比例限度力の  $4.7\%$  の  $2.0\times 10^{-3}\text{ MPa}$  である。



**Fig. 5.2 Schematic diagram of Reference position for strain measurement by laser displacement sensor. Measurement range is  $\pm 5\text{ mm}$  from reference point**

## 5.4 DIC エラストマーの吸湿防止策

DIC エラストマーの吸湿を防ぐため、真空デシケータの内部に DEA とレーザ変位計を密閉し、デシケータにつながれた真空ポンプ（アズワン製：AOP42C）を使ってデシケータの内圧を低下させたあとに、乾燥空気を送り込むことで、デシケータ内の湿度を部屋の湿度よりも低く調整できる。乾燥空気を送り込むための詳しい手順を以下に示す。なお、Fig. 5.3 は吸湿防止に用いる装置である。

- ① デシケータが密閉状態であることとデシケータにつながれている調節バルブが閉じてあることを確認する。
- ② 真空ポンプ側の調節バルブを開放して、真空ポンプでデシケータを真空引きした。
- ③ 圧力計を確認して内圧が-0.1 MPa（ゲージ圧）まで低下後、調節バルブを閉じる。
- ④ コンプレッサ（モノタロウ製：MCP-120）側の調節バルブを開放して、コンプレッサからデシケータの中に空気を送り込む。この時、コンプレッサの空気はシリカゲルの入ったボトルを通るため、乾燥空気を送り込むことができる。
- ⑤ ②～④の操作を 2 回繰り返し行い、デシケータ内の湿度を 20～25 %程度になるようにした。

①でデシケータを密閉状態にするために、高圧電源と DEA は Fig. 5.4 の様にして繋いだ。デシケータの側面には穴が 3 つ開いており、密閉するためにボルトを穴に通しナットで固定する必要がある。この固定用ナットに銅テープを貼りデシケータの外側まで延長することで、外側の高圧電源と DEA を繋いだ。具体的には、デシケータの内側は、DEA に取り付けられた銅テープとナットに巻き付けた針金を挿し込み（Fig. 5.3 (a)）、外側では延長された銅テープを高圧電源の高電位側と低電位側でそれぞれ繋いだ（Fig. 5.3 (b)）。なお、3 つの穴のうちの中央の穴はレーザ変位計のケーブルを通すために使用した。

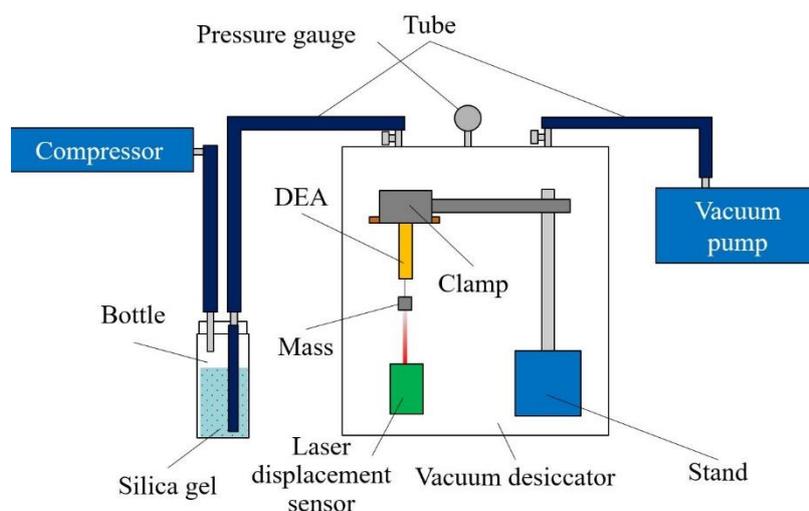
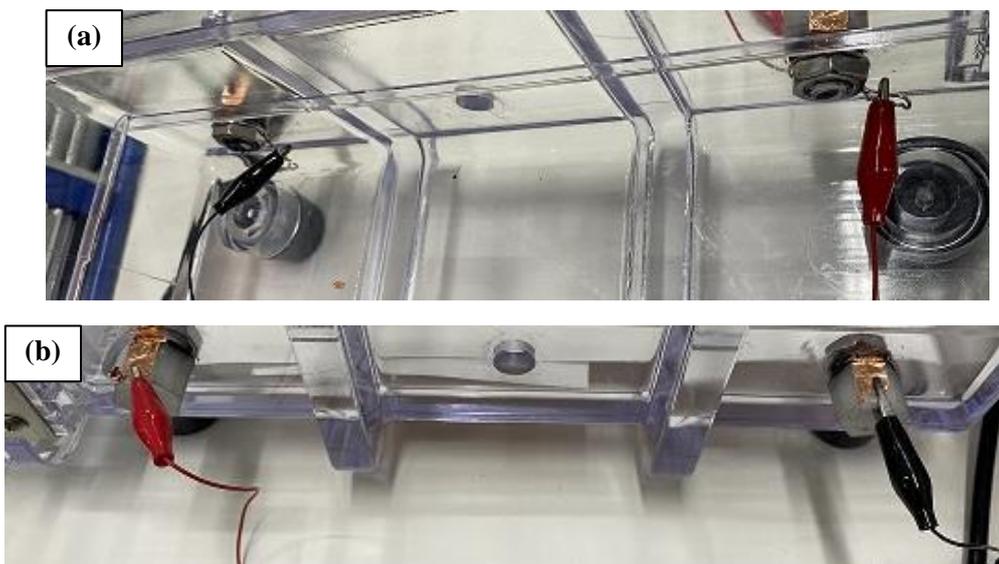


Fig. 5.3 DIC elastomer moisture absorption prevention device.



**Fig. 5.4** How to connect DEA and high voltage power supply. (a) Inside the vacuum desiccator. (b) Outside the vacuum desiccator.

## 5.5 本実験で使用する機械の設定条件

### 5.5.1 ファンクションジェネレータ

本実験では、引張試験やひずみ測定、発生応力測定をする際はファンクションジェネレータを任意波形モードにして、高圧電源に波形を送り印加電圧の制御をした。任意波形は時間に依存する関数で表されるが、本実験では  $y=1$  の関数を用いた。まず、ファンクションジェネレータの使用モードを引張試験は一定の電圧を印加するために **Continuous Mode**、ひずみ測定と発生応力測定は **Sweep Mode** に設定した。次に、印加電圧の周期と振幅は、引張試験は常に一定の電圧を印加するため周期は 10000 s、振幅は 0.75 Vpk とした。振幅は高圧電源の最大出力を振幅の単位が Vpk の場合は 0~10Vpk の範囲で換算した値であり、本実験で使用する高圧電源の印加できる最大電圧が 40 kV であることを考慮すると 10 Vpk は 40 kV に相当する。ひずみ測定と発生応力測定に関しては、電圧印加速度が 0.2 kV/s、1.0 kV/s になるように、印加する最大電圧を考慮して周期と振幅を決定した。Table 5.2 にファンクションジェネレータの設定条件をまとめた表を示す。

**Table 5.2 Function generator setting conditions.**

	Tensile test		Strain measurement				Blocking stress measurement			
	VHB tape	DIC elastomer	0.2 kV/s		1.0 kV/s		0.2 kV/s		1.0 kV/s	
Mode	Continuous		Sweep							
Period [s]	10000		10	100	2.0	100	10	100	2.0	100
Amptd [Vpk]	0.75	0.25	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0	0.5	5.0

### 5.5.2 発生応力測定のためのデータロガー

2.5 節で、発生応力測定の際に発生応力を記録するデータロガー（共和電業製：DCS-100A）と印加電圧および電流を記録するデータロガー（HIOKI 製：LR8400）が異なるため、データに時間的なズレが生じることを述べた。この節では、データロガーの設定条件とデータ処理の方法を示す。

まず、DCS-100A と LR8400 のサンプリング速度を決める。サンプリング速度が異なるとデータを統合するときに電圧と発生応力のズレが生じる可能性があるため、同じサンプリング速度にした。本実験では 0.1 s である。次に、ロードセルや試料のセッティングが完了したら発生応力を測定していく。測定する際は、まず、片方のデータロガーを起動する。本実験では、DCS-100A を先に起動させた。起動したら、もう片方のデータロガーを起動させる。この時両方のデータロガーの記録時間を確認し、その時間差をメモする。電圧を印加していき発生応力を測定した後、DCS-100A はパソコン上へデータが保存されるが、LR8400 は USB メモリへ保存されるようにしてあるため、測定後パソコン上にデータを移した。移したデータを見て、メモした時間差の分のデータを差し引くことで、電圧と電流および発生応力のデータを時間的なズレなく統合できる。