

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6154658号
(P6154658)

(45) 発行日 平成29年6月28日(2017.6.28)

(24) 登録日 平成29年6月9日(2017.6.9)

(51) Int.Cl.

G O 1 N 17/00

(2006.01)

F I

G O 1 N 17/00

請求項の数 13 外国語出願 (全 10 頁)

(21) 出願番号 特願2013-99498 (P2013-99498)
 (22) 出願日 平成25年5月9日(2013.5.9)
 (65) 公開番号 特開2014-38084 (P2014-38084A)
 (43) 公開日 平成26年2月27日(2014.2.27)
 審査請求日 平成28年5月2日(2016.5.2)
 (31) 優先権主張番号 10 2012 103 777.9
 (32) 優先日 平成24年5月22日(2012.5.22)
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 514284095
 マシンファブリック ラインハウゼン
 ゲーエムベーハー
 ドイツ連邦共和国 レーゲンスブルク 9
 3059 ファルケンシュタインストラー
 セ 8
 (74) 代理人 110001807
 特許業務法人磯野国際特許商標事務所
 (72) 発明者 ステファン、ネットスハイム
 ドイツ連邦共和国、ベルリン 12205
 、カーデッテンヴェーク 51

審査官 山口 剛

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 耐候性試験方法および耐候性試験装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

少なくとも1つの材料サンプル(3)の耐候性試験方法であって、

- a) 試験室(2)内に前記少なくとも1つの材料サンプル(3)を配置するステップと、
 b) プラズマ発生器(4)内にプラズマ(10)を発生させ、前記試験室(2)内に前記少なくとも1つの材料サンプル(3)に向けられていないプラズマジェット(11)を放出するステップと、
 c) 試験環境(12)が前記少なくとも1つの材料サンプル(3)に作用するように、前記プラズマジェット(11)によって、前記試験室(2)内に予め定められた試験環境(12)を形成するステップと、
 d) 前記試験室(2)から試験環境(12)を取り出すステップと、
 e) 前記試験室(2)から取り出され、フィルタリングおよび/または調節をされた前記試験環境(12)の少なくとも一部を、プロセスガス(5G)として前記プラズマ発生器(4)に供給するステップと、を備えることを特徴とする耐候性試験方法。

【請求項 2】

前記試験環境(12)は、前記プラズマ(10)中および前記プラズマジェット(11)中の少なくとも1つのプロセスガス(5G)の変化によって形成され、

前記試験環境(12)の構成は、センサ(14)によって検知され、監視されることを特徴とする請求項1に記載の耐候性試験方法。

【請求項 3】

前記試験環境（１２）の所望の化学組成を得るために、少なくとも１つの追加物質（８Ｓ）が、前記プラズマ発生器（４）内の前記少なくとも１つのプロセスガス（５Ｇ）に加えられる

ことを特徴とする請求項２に記載の耐候性試験方法。

【請求項４】

前記少なくとも１つのプロセスガス（５Ｇ）に加えられた、前記少なくとも１つの追加物質（８Ｓ）は、エアゾールである

ことを特徴とする請求項３に記載の耐候性試験方法。

【請求項５】

前記エアゾールは、少なくとも１つの塩を含む

10

ことを特徴とする請求項４に記載の耐候性試験方法。

【請求項６】

前記試験室（２）内において、所定の向きの気流および／または渦が、前記試験環境（１２）に与えられる

ことを特徴とする請求項１に記載の耐候性試験方法。

【請求項７】

前記試験室（２）から取り出された前記試験環境（１２）の一部は、環境に放出される

ことを特徴とする請求項１に記載の耐候性試験方法。

【請求項８】

前記材料サンプル（３）および／または前記試験環境（１２）は、紫外線（２５）に暴露される

20

ことを特徴とする請求項１に記載の耐候性試験方法。

【請求項９】

前記試験環境（１２）の少なくとも１つのパラメータは、制御され、

前記少なくとも１つのパラメータは、前記試験環境の温度、圧力、湿度、pH値、オゾン含有量、化学組成のいずれかである

ことを特徴とする請求項１に記載の耐候性試験方法。

【請求項１０】

少なくとも１つの材料サンプル（３）の耐候性試験装置であって、

前記少なくとも１つの材料サンプル（３）を保持する試験室（２）と、

30

プラズマ（１０）の生成のための少なくとも１つのプロセスガス（５Ｇ）の供給系統（５）と、

予め定められた試験環境（１２）の形成のための前記試験室（２）への前記少なくとも１つの材料サンプル（３）に向けられていないプラズマジェット（１１）の放出口（９）と、を有するプラズマ発生器（４）と、

前記試験室（２）から前記試験環境（１２）を取り出し、前記取り出された試験環境（１２）を調節し、前記調節した試験環境（１２）をプロセスガス（５Ｇ）として前記プラズマ発生器（４）に再供給するリサイクル系統（１６，１８，１９）と、

を備えることを特徴とする耐候性試験装置。

40

【請求項１１】

供給系統（８）が、前記プラズマ発生器（４）に追加物質（８Ｓ）を供給するために与えられる

ことを特徴とする請求項１０に記載の耐候性試験装置。

【請求項１２】

制御装置（１５）は、前記試験環境（１２）の少なくとも１つのパラメータを制御するように構成され、

前記少なくとも１つのパラメータは、前記試験環境（１２）の温度、圧力、湿度、pH値、オゾン含有量、化学組成のうちのいずれかであり、

前記試験室（２）は、前記少なくとも１つのパラメータのための少なくとも１つのセンサを備える

50

ことを特徴とする請求項 10 に記載の耐候性試験装置。

【請求項 13】

前記制御装置 (15) は、
少なくとも 1 つのプロセスガス (5G) のための前記供給系統 (5)、
少なくとも 1 つの追加物質 (8S) のための供給系統 (8)、
前記プラズマ発生器 (4) のための電源 (6)、
の少なくともいずれかに作用するように構成される
ことを特徴とする請求項 12 に記載の耐候性試験装置。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、材料サンプルを試験環境にさらす、材料の耐候性試験の方法に関する。同様に、本発明は、対応する装置に関する。

【背景技術】

【0002】

多くの技術分野において、材料の耐候性試験は、経済的に、また時には安全面に関しても、非常に重要である。耐候性試験において、材料サンプルは、通常、促進モードでは、例えば、材料の経年劣化現象を調査するための環境状況にさらされる。

【0003】

有機物質、例えば、特にエラストマーとポリマーの材料に関して、オゾン耐候性試験は、非常に重要である。オゾンへの暴露によって、これらの材料は、非常に速くもろくなる。暴露された表面上で、微細な線状部分にクラックが発生し、そのクラックが破壊につながる。そのような材料のオゾンと紫外線に対する安定性を確認するために、多くの試験方法や試験装置が、既知であり、商業化されている。

20

【0004】

安全に関連する寿命試験について、特に、自動車部門と航空機部門では、広範囲な腐食試験が実行される。塩水噴霧室によって、関係する国内基準および国際基準に基づく再現可能な腐食促進試験 (塩水噴霧試験) が可能になる。

【0005】

特定の装置を用いた有害ガス試験は、構成要素に対する腐食性ガスの影響を測定する既知の方法である。そのような構成要素は、例えば、化学工業施設に関する構成要素や、タービンまたはプロセスガス圧縮器の内部において高圧を加えられた構成要素である。

30

【0006】

耐候性試験のためのシステムは、例えば、ワイス・アンウェルテック社 (<http://www.wut.com>) によって提供される。

【0007】

独国特許第 4 1 1 5 5 8 6 号は、空気と気候の試験室の調整に関する方法を開示する。その中で、閉塞された空間内の空気は、その温度と湿度を設定することによって調整可能である。

【0008】

40

独国特許第 4 2 3 6 8 9 7 号は、材料サンプルに強酸液体をスプレーする耐候性装置を開示する。また、材料サンプルは、紫外線とさまざまなガスに暴露可能である。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

従来技術によるシステムでは、材料サンプルが暴露される対象のガスは、保存される必要がある。これらのガスが、腐食性ガスや有毒ガスであるとする。例えば、それらのガスを使って、環境汚染物質による材料サンプルに対する影響が、シミュレーションされる。したがって、そのようなガスの保管や取扱いが問題となる。通常の工業暴露状況において見られるいくつかの物質は不安定であり、例えば、オゾン、ラジカル (遊離基)、窒素酸

50

化物、過酸化物を必要とするなら、発生させる必要がある。

【 0 0 1 0 】

本発明の目的は、材料の耐候性試験を、高い費用対効果で、かつ、安全な方法で行う方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 1 1 】

この目的は、請求項 1 の方法によって実現される。

【 0 0 1 2 】

本発明のさらなる目的は、材料の耐候性試験を、高い費用対効果で、かつ、安全な方法で行う装置を提供することである。

【 0 0 1 3 】

この目的は、請求項 1 0 の装置によって実現される。

【 0 0 1 4 】

本発明による方法では、材料サンプルは、試験室に入れられる。材料サンプルは、1 または複数の材料から成るアイテム（試験対象物）であればよく、例えば、接着、結合、はんだ付けされた材料、または、単一の材料試料である。

【 0 0 1 5 】

プラズマは、プラズマ発生器内で発生して、プラズマジェットとして試験室内へ放出される。プラズマジェットによって、予め定められた試験環境は、材料サンプルが試験環境にさらされる試験室内に作られる。

【 0 0 1 6 】

試験環境は、所定の物質を含む。材料サンプルの耐候性は、その所定の物質に関して試験される。試験環境の材料サンプルに対する影響が、分析される。分析結果から、材料サンプルに対する試験環境の構成要素による影響（通常、有害であるという影響）が、得られる。信頼できる結果を得るために、少なくとも 1 つの材料サンプルが、好ましくは、予め定められたプロトコルに従って試験環境にさらされる。複数の材料から構成されたアイテムの場合、材料サンプルに対する試験環境の有害な影響は、アイテムを構成する少なくとも 1 つの材料に対して見られるか、あるいは、アイテムの構成要素間の接続部分、例えば、溶接の境界部分や、はんだや接着による接続部分にのみ見られるかもしれない。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 1 7 】

【図 1】本発明による第 1 実施形態の装置を示す図である。

【図 2】本発明による第 2 実施形態の装置を示す図である。

【図 3】本発明による装置の概略図であり、試験環境に与えられる気流を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【 0 0 1 8 】

本発明による方法が使われる特定の種類の耐候性試験は、腐食促進試験による寿命試験および / またはすでに前記した他の経年劣化促進試験である。それらの試験のために、関係する国内基準や国際基準が存在する。本発明による方法は、これらの基準に従う寿命試験を行い、プラズマを伴う試験環境を創出する。本発明によれば、試験環境は、試験室から取り出される。そして、取り出された試験環境の少なくとも一部は、フィルタリングおよび / または調整をされ、その後、プロセスガスとしてのプラズマの生成に供給される。

【 0 0 1 9 】

実施形態において、プラズマは、少なくとも 1 つのプロセスガスから生成可能であり、プラズマ中およびプラズマジェット中の少なくとも 1 つのプロセスガスの変化によって、試験環境の所望の構成要素を形成する。都合よく、試験環境の構成は、センサによって検知され、監視される。前記した変化は、例えば、プラズマ化学プロセス、または、高温プロセスによって可能である。ここで、プロセスガスとして、すなわち、試験環境の生成のための原材料として、従来技術によって試験環境のために要求された物質よりも、より簡単に取り扱い保存できる物質が使用されるのは、適切である。

【0020】

実施形態において、少なくとも1つのプロセスガスは、空気、または、予め定められた湿度の空気である。酸素も、プロセスガスになりえる。試験環境の所望の構成によっては、他のプロセスガスも、また、考えられる。例えば、試験環境の所望の構成要素は、オゾン、窒素酸化物、過酸化物、特に、過酸化水素、塩化水素、硝酸、または、ラジカル（遊離基）である。

【0021】

例えば、酸素や空気から、オゾンは、誘電体バリア放電から非熱プラズマによって生成可能である。電気アーク中で、窒素酸化物を、プラズマ化学的に変化させて空気から生成可能である。湿った空気を、プラズマ化学的に、過酸化物を含む所定の雰囲気に変化させることができる。

10

【0022】

実施形態において試験環境の所望の化学組成を得るために、少なくとも1つの追加物質が、少なくとも1つのプロセスガスに加えられる。少なくとも1つの追加物質は、好ましくは、プラズマ発生器内に追加される。特に、追加物質は、エアゾールとして追加可能である。特定の実施形態において、エアゾールは少なくとも1つの塩を含む。塩は、有機塩でもよいし、無機塩でもよい。特に、塩をプロセスガスに加えることによって、腐食試験環境や酸性試験環境を創出することができる。

【0023】

試験室内では、所定の向きの気流や渦が、試験環境に与えられる。このように、試験環境への材料サンプルの暴露は、影響を受ける。

20

【0024】

プラズマは、例えば、パルス的あるいは連続的な誘電体バリア放電によって、または、連続的あるいはパルス的な電気アークによって、生成可能である。放電やアークは、それぞれ、少なくとも1つのプロセスガス内で発生する。そして、このように発生するプラズマにおいて、少なくとも1つのプロセスガスにおける少なくとも一部は、例えば、プラズマ化学的に、または、高温プロセスによって、変化させる。プロセスガスの変化は、実施形態の方法によっては、また、プロセスに加えられる物質の変化を含む。

【0025】

実施形態の方法における試験環境への材料サンプルの暴露に加えて、材料サンプルは、紫外線にさらされる。紫外線は、好ましくはアーク放電によって生成され、特定の実施形態においては、プラズマも発生させる電気アークによって生成される。

30

【0026】

実施形態の方法において、少なくとも、試験環境の温度、圧力、湿度、pH値、オゾン含有量、より一般的な化学組成のいずれかは、制御される。

【0027】

本発明による少なくとも1つの材料サンプルの耐候性試験のための装置は、その少なくとも1つの材料サンプルを保持するための試験室を有する。その装置は、さらに、プラズマの生成のための少なくとも1つのプロセスガスの供給系統と、予め定められた試験環境の形成のための試験室へのプラズマジェットの放出口と、を有するプラズマ発生器を備える。さらに、その装置はリサイクル系統を含む。リサイクル系統は、試験室から試験環境を取り出し、取り出された試験環境を調節し、そして、調節した試験環境をプロセスガスとしてプラズマ発生器に再供給するように、構成される。取り出された試験環境を調節することには、試験環境のフィルタリングおよび/または触媒を用いた処理を含んでいてもよい。

40

【0028】

実施形態において、装置は、プラズマ発生器への追加物質の供給系統を備える。

【0029】

有利な実施形態において、試験室は、試験環境の温度、圧力、湿度、pH値、オゾン含有量、化学組成といった試験環境のパラメータの少なくとも1つを測定する、少なくとも

50

1 台のセンサを含む。その中で、制御装置は装置内に備えられ、制御装置は少なくとも 1 つのパラメータを制御するように構成される。制御装置は、例えば、プロセスガスの供給および / または特にもちろん少なくとも 1 台のセンサによって得られる測定値に依存して、プラズマ発生器に対する追加物質を、制御することができる。同様に、電源は、プラズマの生成のために必要な電圧を提供するが、制御装置によって制御される。制御装置は、例えば、AC 電圧またはパルス DC 電圧の周波数、振幅、信号形を制御することができる。

【0030】

特に、本発明による装置は、本発明による方法を実行可能である。

【0031】

以下、本発明について、実施形態と添付図面を参照して説明する。同様の機能の同様の要素は、同一の参照符号で示される。

【0032】

図 1 は、材料サンプル 3 の耐候性試験のための第 1 の実施形態の装置 1 を表す。材料サンプル 3 は、試験室 2 内に配置される。装置 1 は、プラズマ発生器 4 を備えている。プロセスガス 5 G は、供給系統 5 (例えばパイプ) を介してプロセスガス供給部からプラズマ発生器 4 に供給される。電源 6 は、プラズマ発生器 4 内で、プロセスガス 5 G からプラズマ 10 を生成するために必要な電圧を提供する。示される実施形態の装置 1 において、プラズマ発生器 4 は、少なくとも 1 つの追加物質 8 S のためのインジェクタ 7 を有する。追加物質 8 S は、プラズマ発生器 4 内でプロセスガス 5 G と一緒に混合される。追加物質 8 S は、供給系統 8 (例えばパイプ) を介して、対応する供給部からインジェクタ 7 に供給される。インジェクタ 7 は、供給された追加物質 8 S がエアゾールとしてプロセスガス 5 G 内に含まれるように、例えば、供給された追加物質 8 S のスプレーを発生させることができる。

【0033】

プラズマ発生器 4 の放出口 9 を通って、プラズマ 10 は、プラズマジェット 11 として試験室 2 内に入る。このプラズマ 10 は、変化されたプロセスガスを含んでいて、試験室 2 内の試験環境 12 をこのように形成し、維持する。

【0034】

示される実施形態において、センサ 14 は試験室 2 内に備えられている。センサ 14 は、試験環境 12 の少なくとも 1 つのパラメータ (例えば温度や化学組成) を測定して、その少なくとも 1 つのパラメータの測定値を制御装置 15 に送る。それにより、装置 1 は、少なくとも 1 つのパラメータが予め定められた変動許容範囲内で所望の値になるように、制御される。このために、制御装置 15 は、少なくとも、プロセスガス 5 G の供給系統 5、または、追加物質 8 S の供給系統 8、または、電源 6 を制御可能である。

【0035】

試験環境 12 は、試験室 2 から取り出されて、調節ユニット 16 に供給される。調節ユニット 16 は、試験環境 12 から、さらなるプロセスに対して有害な物質を取り除くためのフィルタおよび / または触媒を含んでもよい。圧力発生器 18 は、プロセスガス 5 G として供給系統 5 を介してプラズマ発生器 4 に供給されるように、調整された試験環境の圧力を必要な値まで上げる。

【0036】

取り出されたか調節された試験環境のための調節ユニット 16 と圧力発生器 18 は、対応する送達系統 19 (例えばパイプ) とともに、試験環境のためのリサイクル系統である。

【0037】

装置 1 の動作のために、試験室 2 は、所定の雰囲気 (例えば供給部からのプロセスガス 5 G) でまず満たされる。その所定の雰囲気から、所望の予め定められた試験環境 12 が、プラズマ 10 中およびプラズマジェット 11 中の変化によって形成される。この雰囲気は、リサイクル系統によってプラズマ発生器 4 に通され、そこで少なくとも 1 つの追加物

10

20

30

40

50

質 8 S の追加が可能である。試験室 2 の最初の充填もまた、駆動したプラズマ発生器 4 によってなされてもよい。また、追加物質 8 S がその中に加えられてもよい。試験環境 1 2 の潜在的損失は、例えばリサイクル系統によって、プロセスガス 5 G の供給部から補填されてもよい。

【 0 0 3 8 】

示される実施形態において、さらに、紫外線 2 5 の光源 2 6 が、与えられる。耐候性試験の一部として、材料サンプル 3 および / または試験環境 1 2 は、紫外線 2 5 に暴露可能である。紫外線 2 5 は、試験環境 1 2 および / または材料サンプル 3 において化学反応を引き起こしたり化学反応に影響したりする場合がある。その化学反応は、耐候性試験（例えば日光の影響を考慮した寿命試験）に適切である。示される実施形態において、紫外線 2 5 のための独立した光源 2 6 が、使われる。紫外線 2 5 は、特に光源 2 6 内の電気アークによって発生するようにしてもよい。電気アークがプラズマの生成のために使われる実施形態において、紫外線の生成のためにこの電気アークを使うことも、考えられる。もし、プラズマ生成のために使われるアークによって発生する紫外線が当該耐候性試験のすべての必要条件を満たすならば、この場合、独立した紫外線源は必要ない。プラズマを生み出している電気アークを紫外線源として使うために、紫外線が、プラズマ発生器 4 から放出され、場合によっては、材料サンプル 3 に向けられる必要があることは、当業者にとって明らかである。その中で、紫外線はフィルタに通されてもよい。

【 0 0 3 9 】

図 2 は、本発明による装置 1 のさらなる実施形態を表す。示される装置 1 の構成要素の多くは、図 1 の説明で、すでに記述された。

【 0 0 4 0 】

ここで示される実施形態において、試験室 2 から取り出された試験環境 1 2 の一部は、排気処理装置 1 6 A に送られる。排気処理装置 1 6 A は、フィルタおよび / または触媒を含んでもよい。排気処理装置 1 6 A 内で処理された試験環境は、排気 1 7 として環境に排出される。その処理は、試験環境 1 2 から来たプロセスガス 5 G 中の、プラズマ 1 0 によってつくられる化合物を、例えばフィルタリングや触媒処理によって除去するために、主に行われる。耐候性試験では、これらの化合物の材料サンプル 3 に対する影響は、特に重要である。これらの化合物は、しばしば汚染物質である。そのため、それらの汚染物質は、環境（大気）に放出する前に、試験環境 1 2 から除去する必要がある。ここでも、あるいは、環境に対して処理後の試験環境の部分的な放出による損失を補償するために、供給部からプロセスガス 5 G を与えることは、前記したように、試験環境の形成の初期にプロセスガス 5 G だけであったとしても、可能である。

【 0 0 4 1 】

示される実施形態の変形例では、排気 1 7 は、また、調節ユニット 1 6 から分離されてもよい。この場合、試験環境 1 2 の化学組成と調節ユニット 1 6 の構成によっては、独立した排気処理装置 1 6 A が必要な場合がある。

【 0 0 4 2 】

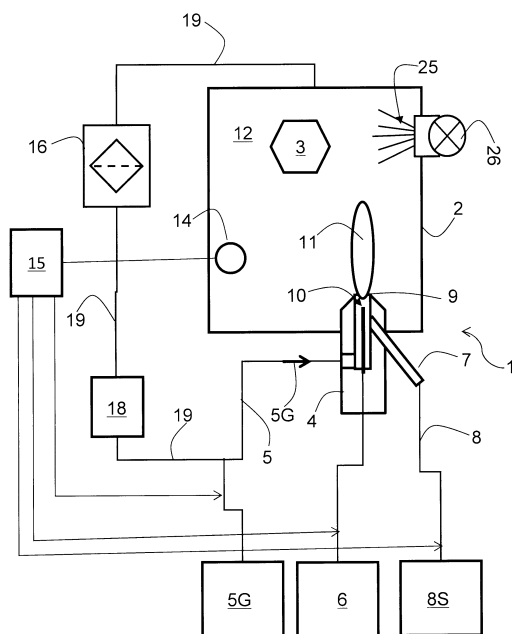
図 3 は、概略的で、試験室 2、プラズマ発生器 4 および材料サンプル 3 の図示に限定したものである。図 3 において、試験室 2 内で、所定の向きの流れ 2 2 と渦 2 3 が、試験環境 1 2 に与えられる。このように、試験環境 1 2 への材料サンプル 3 の暴露は、影響される。もちろんまた、図 3 のような実施形態において、試験環境 1 2 の渦 2 3 および / または所定の向きの流れ 2 2 とともに、図 1 と図 2 においてすでに説明した装置 1 の各要素は、与えられる。所定の向きの流れ 2 2 は、例えば、ファンによって発生可能で、あるいは、リサイクル系統によって試験環境 1 2 に与えることも可能である。渦 2 3 は、プラズマ発生器 4 から試験室 2 内へのプラズマジェット 1 1 としてプラズマの入口で発生可能である。なぜなら、最初の所定の向きの流れ 2 2 に対する障害物や妨害物を意図的に設けることが可能だからである。

【 0 0 4 3 】

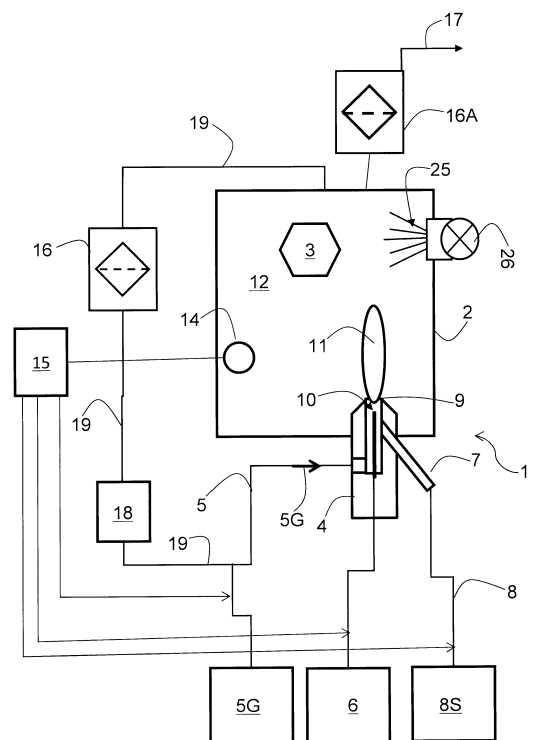
本発明は、特定の実施形態に関して記述された。変更や改造が以下の特許請求の範囲を

逸脱することなく可能であることは、当業者にとって明らかである。

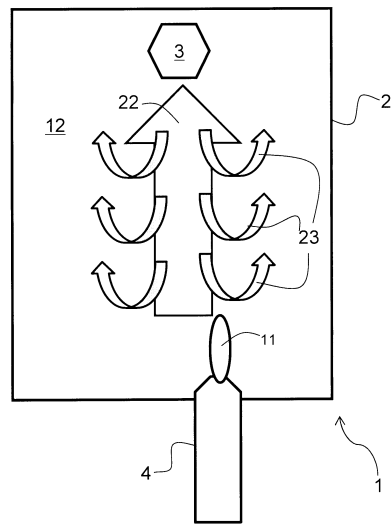
【図 1】



【図 2】



【図 3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開2008-241292(JP,A)
特開平07-053298(JP,A)
特表2007-529905(JP,A)
特表平05-503314(JP,A)
特開2001-337031(JP,A)
米国特許第05281535(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
G01N 17/00 - 17/04