

樹脂材料の応力ひずみ計測技術の開発

岸田佳大¹,木村英彦¹ 1株式会社 豊田中央研究所

キーワード:樹脂,応力,ひずみ,X線回折

1. 測定実施日

2018年11月7日 BL8S1 (2シフト) 2018年11月8日 BL8S1 (2シフト)

2. 概要

自動車の軽量化を推進するため、樹脂材料の応用ひずみ計測法の開発を進めている。本研究では、 BL8S1 ビームラインの多軸回折計と当所オリジナルの引張試験装置を用い、樹脂の引張負荷下における その場計測手法の構築をおこなった。本実験により、樹脂引張負荷下における回折線の計測精度を把握 し、代表的な結晶性樹脂のひとつであるポリフェニレンサルファイド(以下、PPSと記す)において実 部材による X 線応力定数の計測を実現した。

3. 背景と研究目的

自動車の軽量化は燃費性能及び走行性能の向上の観点から重要であり、従来の自動車用材料の大半を 占める鉄鋼材料の一部を樹脂や樹脂-金属接合材料に代替する軽量化技術が検討されている^[1]。樹脂や樹 脂-金属接合体は金属に比べると一般的に強度が低く、構造用材料として活用するには応力ひずみなど力 学挙動の理解が不可欠である。その評価法のひとつとして、X線回折法を用いた応力ひずみ計測法が挙 げられる。従来、金属やセラミックス材料の分野では多用されてきた実績のある手法であり、近年、樹 脂材料へも適用されはじめている^[2]。当所ではこれまでに、SPring-8の放射光等を用いた樹脂のX線応 力ひずみ計測法の基礎検討を行ってきた^[3,4]。本研究では、樹脂や樹脂-金属接合体のX線応力ひずみ計 測技術を確立することが目的である。本報告では、BL8S1における引張試験装置の導入及び計測精度の 評価と、代表的な構造用樹脂材料のひとつである PPSのX線応力定数の実測をおこなった結果を示す。

4. 実験内容

引張試験装置を設置した BL8S1 の X 線回折装置の外観、及 び試験片と検出器の配置イメージ等を図1に示す。当所オリジ ナルの引張試験装置は、BL8S1 既設の Z、Φ、XY ステージ上 に搭載可能な小型装置として開発した。入射 X 線は波長 1.35 Å (9.19 keV) とし、ビームサイズは4象限スリットにより縦 0.2 mm、横 0.5 mm に成形した。引張試験片は X 線透過する配 置とし、試験片から二次元検出器までの距離 (カメラ長) は 300 mm とした。二次元検出器は 2 θ 軸及び 2 θ χ 軸を(2 θ $_1$, 2 θ χ $_1$) = (17.5, 4)、(2 θ $_2$, 2 θ χ $_2$) = (13.2, 10)、(2 θ $_3$, 2 θ χ $_3$) = (7.5, 15) の 3 か所に移動させることで、水平面から約 90 deg の範囲のデ バイリングを計測できる配置とした。この計測システムを用い、 PPS 樹脂試験片における放射光 X 線回折計測の精度確認と、X 線応力定数の計測をおこなった。ここで計測精度とは、観測さ れる回折線の角度精度である。X 線入射方向 (図 1(b)における



図 1. (a)X 線回折装置の外観, (b) 試験片と検出器の配置イメージ,及 び(c)検出器の動作イメージ.

X 方向)における試験片位置にずれが生じた場合、回折角度の誤差となる。試験片位置のずれは、カメ ラ長と PILATUS 100K のピクセルサイズより概ね 500 μ m 以内に留める必要がある。試験片の位置ずれ は、引張負荷を印加する際に生じる可能性があるため、実際の計測セットアップにおいて引張負荷前後 の X 方向の位置を計測した。PPS の応力定数は、0, 10, 20, 30, 40 MPa の引張負荷を印加しながら各 2 θ , 2 θ χ 位置における計測をおこない、2 θ -sin² Ψ 法により算出した^[2]。

5. 結果および考察

図 2 に負荷前及び 40 MPa 負荷中における試験片の X 方向位置のずれを計測した結果を示す。引張負荷を印加することで試験片位置が移動し X 方向にずれを生じたが、最大でも約 60 μ m であった。要求値である約 500 μ m 以内に対し十分小さいことから、角度精度は十分に得られると考えられる。

次に、PPS のデバイリングの代表例を図 3 に示す。図 3 $\mathcal{O}(a)$, (b), (c)はそれぞれ図 1(c) $\mathcal{O}(2\theta_i, 2\theta_{\chi_i})$ (i = 1, 2, 3) の 位置における画像に相当する。200秒の露光により、PPSの 明瞭な回折線が観測された。図3中に示した通り、デバイ リングの同心円方向において、2 θ -sin² Ψ プロットの sin² Ψ が0.1間隔になるように、画像から1次元スペクトルの抽出 処理をおこなった。得られた1次元スペクトルは擬フォー クト関数によるピークフィッティングをおこなった。得ら れたピーク20値は sin^2 Ψに対してプロットし、そのプロッ トの傾きから X 線応力定数を算出することが出来る^[2]。本 実験では、図 3(a)に示した(2 θ₁,2 θ₂₁) = (17.5, 4)位置にお ける画像から抽出したスペクトルを解析に用い、PPS の X 線応力定数 K は-144 MPa/deg であると見積もられた。樹脂 はプロセスに依存して機械的特性が変化する場合が多いた め、このように実材料で応力定数を計測できる技術は重要 である。

6. 今後の課題

図 3(a~c)の計測画像において1次元スペクトルを抽出し た結果、各画像の原点位置がずれた。計測画像は統合して より広範囲なΨ範囲を解析に適用できることが望ましいた め、今後ずれの要因調査と改善を進める予定である。

7. 参考文献

- [1] 経済産業省ものづくり白書 2016 年版, http://www.meti.go.jp/report/whitepaper/mono/2016/html/honnbunn/101032_5.html
- [2] K. Tanaka, et al., Journal of the Society of Materials Science, Japan, 63, 514-520 (2014).
- [3] 瀬戸山ら,第15回 SPring-8 産業利用報告会,講演概要集 P37/T-04, SPring-8 実験課題番号:2017A7012, 2017B7012 (2018).
- [4] 岸田ら, 第15回 SPring-8 産業利用報告会, 講演概要集 P38/H-07, SPring-8 実験課題番号:2017B3213 (2018).



図 2. X 線回折その場引張負荷におけ る試験片位置ずれの検証結果.



図 3. PPS のデバイリング計測結果の 一例. (a) $(2 \theta_1, 2 \theta_{\chi_1}) = (17.5, 4)$, (b) $(2 \theta_2, 2 \theta_{\chi_2}) = (13.2, 10)$, (c) $(2 \theta_3, 2 \theta_{\chi_3}) = (7.5, 15)$ の各検出器位置における計測 画像.