

平成27年 3月31日

プログラム名：超薄膜化・強靱化「しなやかなタフポリマー」の実現

PM名：伊藤 耕三

プロジェクト名：破壊機構の分子的解明プロジェクト

委 託 研 究 開 発

実 施 状 況 報 告 書 (成 果)

平成26年度

研究開発課題名：高分子材料に特徴的な時空間階層構造を考慮した

タフポリマーの力学物性の新規解析法の開発

研究開発機関名：

九州大学

研究開発責任者

高原 淳

I 当該年度における計画と成果

1. 当該年度の担当研究開発課題の目標と計画

当該グループの研究開発課題は、高分子材料の破壊現象評価の基盤技術として、1) バルジ試験法、2) 二軸伸長法、3) 粘弾性追従型疲労試験法、4) スクラッチ試験法を、階層的な構造解析法である放射光小角 X 線散乱 (SAXS)・広角 X 線回折 (WAXD)、X 線吸収微細構造 (XAFS)、ラマン散乱分光測定、放射光赤外吸収分光法、動的複屈折測定、さらには実空間観察と組み合わせた解析手法を確立することを目標としている。得られた知見に基づき、タフネス発現のために必要な高分子材料の高次構造因子とその制御方法を解明し、材料設計やシミュレーションの粗視化理論構築などにフィードバックする。

平成 26 年度は、放射光測定用バルジ試験法、二軸伸長法、粘弾性追従型疲労試験法を確立するための装置を設計・開発し、予備的な測定まで行うことを目標とした。

2. 当該年度の担当研究開発課題の進捗状況と成果

2-1 進捗状況

放射光用バルジ試験装置

バルジ試験装置に関しては、放射光施設での広角・小角 X 線散乱測定が張り出し変形過程でその場測定可能な装置を試作した。試作装置による通常のバルジ試験測定（応力-ひずみ曲線の取得）が可能であることを今期のビームタイムで確認する。

放射光用二軸伸長および粘弾性追従型疲労試験装置

両装置について、装置設計と試作担当企業との協議を綿密に行い、仕様書の策定を完了した。事務手続きに進み、購入準備を進めている。

疲労試験過程における放射光試験測定

疲労試験過程における放射光測定を行うための予備実験として、SPring-8 BL40XU において周期的ひずみ印加下における放射光動的 X 線回折測定を行った。

2-2 成果

ナイロン 12 膜のバルジ試験とオフラインでの X 線解析

結晶性のモデル薄膜としてナイロン 12 膜をヘキサフルオロイソプロパノール溶液から溶媒キャストにより調製した。自作のバルジ試験機で膜厚 7 μm 程度のナイロン 12 膜を直径 3 mm の孔の開いた銅板上に接着剤で固定し、片側から圧力を加え、圧力とその時の膜の変位の関係を測定することで応力-ひずみ曲線をプロットした。放射光を用いた広角 X 線回折 (WAXD; 波長 0.1 nm、カメラ長 53 mm) 測定およびフーリエ変換偏光顕微赤外分光法により張出変形後の孔内の種々の位置において分子鎖凝集構造を評価した。Fig. 1 に、ナイロン 12 膜の応力-ひずみ曲線を示す。応力-ひずみ曲線の初期スロープから弾性率

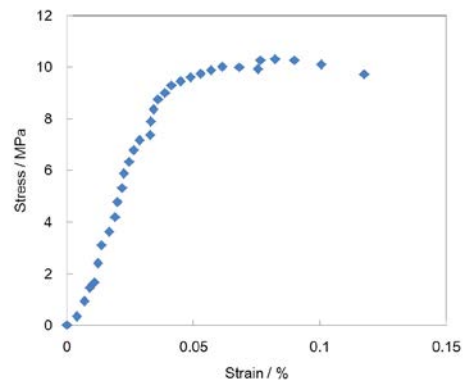


Fig. 1. Stress-strain curve of nylon 12 film obtained by bulge testing.

を算出すると 210 MPa であった。この値は、バルク試料の弾性率とほぼ一致した。また、ひずみ 0.03 までは弾性変形様の変形を示し、その後ひずみ 0.05 以上で応力は一定値を示した。これは、降伏に相当し、ひずみ 0.05 以上では冷延伸したと推測される。Fig. 1 の応力-ひずみ曲線において、種々の一定圧力に

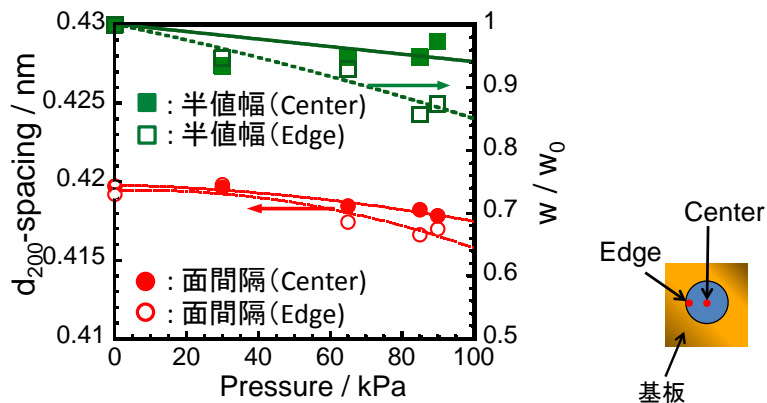


Fig. 2. Imposed pressure dependence of $d_{(200)}$ -spacing and full width at half maximum of nylon-12 film.

到達し、圧を解放した試料について、分子鎖凝集構造変化の位置依存性を評価するため、孔の中心部分とエッジ部分において WAXD 測定を行った。WAXD プロファイルにおいて、(200)面に由来する回折ピークが $q = 15.0 \text{ nm}^{-1}$ 付近に観測された。Fig. 2 は、WAXD プロファイルより得られたナイロン 12 の (200) 面間隔およびピークの半値幅の印加圧力依存性である。応力-ひずみ曲線より弾性変形域と推測されたひずみ 0.03 以下の領域 (圧力 40 kPa に対応) では、面間隔および半値幅は大きな変化を示さなかったが、冷延伸された領域 (圧力 40 kPa 以上) では面間隔および半値幅の減少が観測された。また、これらの値の変化は、孔の中心部より孔の周辺部 (エッジ部) で顕著であった。これより、バルジ試験においては、中心部よりもエッジ部でよりひずみが集中し、分子鎖の配向が顕著になる傾向が示された。

2-3 新たな課題など

放射光用の装置の試作に当たって、装置をステージ上で高精度 X-Y 駆動しマッピングするための軽量化の必要性の課題が出てきて、その問題点を解決中である。

低エネルギー領域での放射光 X 線散乱測定のためのサンプル部の真空化あるいは作動排気化を検討する必要が出てきたので検討を行っている。

3. アウトリーチ活動報告

該当なし。