

## 研究終了報告書

### 「接着接合ナノ構造の非破壊力学強度解析技術の確立」

研究期間:2020年10月～2023年3月

研究者:塩澤 大輝

#### 1. 研究のねらい

樹脂接着剤の疲労き裂発生過程における構造変化をテラヘルツ、赤外線および可視光の計測に基づいて非破壊で評価技術を開発することを目標とした。接着樹脂の高分子材料では、金属材料におけるすべりの発生などに相当する、き裂発生メカニズムについては不明な点が多く残されている。接着強度の向上には疲労き裂発生メカニズムの解明とともに、疲労損傷過程における微視構造変化の非破壊的な観察手法の確立が必要である。本研究では、テラヘルツ波長帯における物質吸収特性評価や、赤外線サーモグラフィを用いた高分子の動的粘弾性挙動におけるエネルギー散逸の計測手法などに着目し、疲労き裂発生過程における構造変化評価の可能性について検討を行った。

#### 2. 研究成果

##### (1) 概要

テラヘルツ・赤外線の波長帯を用いた接着樹脂材料の非破壊強度評価技術の開発に取り組んだ。繰返し負荷を与える疲労試験中に赤外線サーモグラフィを用いて樹脂材料の温度計測を行ったところ、温度変動の非線形成分である高調波が、き裂発生前から顕著に変化することを見出した。非晶性高分子および熱硬化性接着樹脂で実験を行ったところ、樹脂の高分子構造に対応した高調波の変化がそれぞれ現れており、き裂発生前での樹脂材料の構造変化を反映している可能性があることが分かった。

##### (2) 詳細

研究テーマ A「可視-赤外線同期計測による高精度温度計測技術の開発」

赤外線サーモグラフィでは、微小な温度変動を面計測することができる。固体材料では、負荷を与えると温度変動が生じるという熱弾性温度変動が観察される。この温度変動を評価することで固体材料に作用している応力が計測できる。さらに信号処理を適用することにより、金属材料では疲労き裂発生メカニズムであるすべりの活動に起因した不可逆的な発熱成分も捉えられる。高分子材料においても繰返し負荷を受ける場合でも、応力変動に応じた熱弾性温度変動が観察されるとともに、動的粘弾性挙動に基づいたエネルギー散逸による発熱が現れることが知られている。赤外線サーモグラフィを用いて試験片全体の熱弾性温度変動およびエネルギー散逸観察を行い、これらに基づいたき裂発生挙動の検出の可能性を検討した。まず不可逆なエネルギー散逸成分を抽出するための解析手法を構築した<sup>(1)</sup>。本手法は特異値分解 SVD を用いて、画像内の特徴的な信号成分を抽出する。本手法を用いて、高精度

に熱弾性応力解析が可能であること、温度変動内に存在する、二次、三次の主成分変動成分を抽出できることが分かった<sup>(1)(2)</sup>。

#### 研究テーマ B「接着樹脂材料における疲労き裂発生過程の損傷評価技術の開発」

接着樹脂材料としてエポキシ樹脂接着剤 (EP 試験片) を対象とした。比較のために熱可塑性樹脂であるポリカーボネード材 (PC 試験片) に対して同様の検討を行った。EP 試験片および PC 試験片では、繰返し負荷時に熱弾性温度変動が観測され、応力解析に有効であることが分かった。疲労試験中に赤外線サーモグラフィによる温度計測を実施した。EP 試験片における疲労試験中の熱弾性応力測定結果を Fig. 1 に示す。Fig. 1 より、ある繰返し数から応力測定値が大きくなっていることが分かる。この場所で疲労き裂の発生が確認された。PC 試験片も同様であり、き裂による応力集中のため熱弾性応力値はき裂位置で大きな値を示すことから、赤外線サーモグラフィによる温度計測は、き裂の検出に有効であった。樹脂材料において繰返し負荷時に計測される温度変動には、作用応力と同じ周波数成分をもつ熱弾性温度変動の他に、二倍および三倍高調波成分を有することが明らかとなった。位相解析を行ったところ、二倍周波数成分は粘性によるエネルギー散逸を反映していること、三倍周波数成分は引張負荷付近に現れていることが分かった。

き裂発生前の段階における二倍高調波および三倍高調波成分の変化を調べた。EP 試験片および PC 試験片における三倍高調波成分の変化を Fig. 2(a) および (b) にそれぞれ示す。

EP 試験片では二倍高調波はわずかに減少していたのに対して、三倍高調波成分は、将来的なき裂発生位置においてき裂発生前から増加していることが分かった<sup>(3)</sup>。一方、PC 試験片では、EP 試験片と同様に、三倍高調波はき裂発生前からき裂発生位置において増加を示し、二倍高調波では EP 試験片よりも繰返し数とともに大きな減少が見られた<sup>(4)</sup>。二倍高調波は粘性によるエネルギー散逸を反映していることから、架橋構造による強い拘束のある EP 試験片では、ランダム構造を示す熱可塑性樹脂である PC 試験片よりも疲労損傷過程での粘性を発現する構造の変化が少ないことを示唆していると考えられる。三倍高調波は、き裂発生位置で増加を示したことから、き裂形成に伴う構造変化に起因したエネルギー散逸による発熱成分であるものと考えられた。

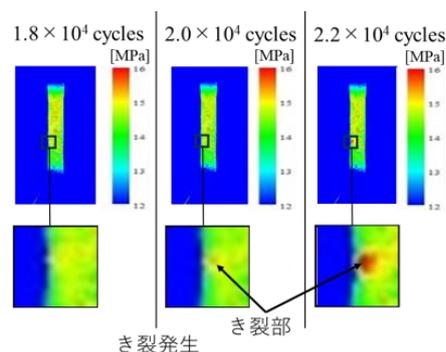


Fig. 1 熱弾性応力測定によるき裂の検出

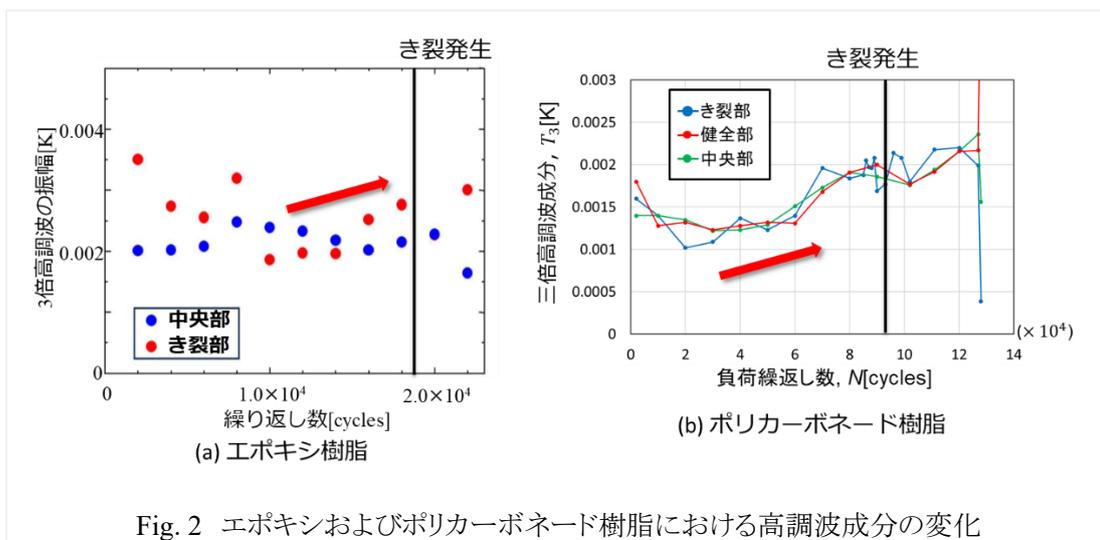


Fig. 2 エポキシおよびポリカーボネード樹脂における高調波成分の変化

### 3. 今後の展開

赤外線サーモグラフィによる非破壊かつ面計測と、これらに対する画像・信号処理によって、樹脂内部の構造変化が、力学的負荷に対してどこで、どのように生じているかを観察できる技術を構築した。各種樹脂材料に対する疲労損傷過程の非線形温度高調波成分の観察を通して、高分子材料の分子鎖構造およびき裂発生メカニズムを評価できる可能性がある。高強度・高耐久性な高分子材料の開発において、脆弱箇所・要因を特定する迅速な分析・評価ツールとしての活用が期待される。

### 4. 自己評価

研究目的の達成状況: 接着材料の疲労発生メカニズムの解明に向けて、赤外線温度変動画像および信号処理技術を確認できた。樹脂材料の分子鎖のナノ構造と疲労き裂発生過程の構造変化については本技術を用いて詳細な検討が必要である。

研究の進め方: 研究総括やアドバイザー、さきがけ研究者との議論を通して、高分子材料におけるナノ構造や損傷メカニズムなどについて理解を深めることができた。自分が主とする分野以外の研究者との交流が参考になった。

研究成果の科学技術および社会・経済への波及効果: 高分子材料における損傷発生のナノ力学メカニズムには不明な点が残されている。本研究では、熱的応答を通して高分子材料におけるナノ力学を観察する手法を新たに提案した。今後のき裂発生メカニズムの解明やこれによる高強度材の開発に寄与するものと考えられる。

### 5. 主な研究成果リスト

#### (1) 代表的な論文(原著論文)発表

研究期間累積件数: 17件

1. Y. Uchida, T. Kanade, D. Shiozawa, T. Sakagami, Thermoelastic Stress Measurement Using SVD Thermo-Component Analysis, *Experimental mechanics*, 2023, 63, pp. 337–347

2. Shoma Oiso, Daiki Shiozawa, Yuki Ogawa, Takahide Sakagami Defect Identification in Thermographic Nondestructive Testing under Cyclic Heating Using SVD Thermo-Component Analysis, The 17th International Workshop on Advanced Infrared Technology and Applications, 2023

3.

(2) 特許出願

研究期間全出願件数: 件(特許公開前のものは件数にのみ含む)

1	発 明 者	
	発 明 の 名 称	
	出 願 人	
	出 願 日	
	出 願 番 号	
	概 要	
2	発 明 者	
	発 明 の 名 称	
	出 願 人	
	出 願 日	
	出 願 番 号	
	概 要	

(3) その他の成果(主要な学会発表、受賞、著作物、プレスリリース等)

(3) エポキシ樹脂における繰返し負荷下の熱弾性温度計測, 山本 将, 塩澤 大輝, 小川 祐樹, 阪上 隆英, M&M2023 材料力学カンファレンス, (2023)

(4) ポリカーボネートにおける疲労き裂発生過程の熱弾性温度解析, 辰巳大騎, 塩澤大輝, 小川裕樹, 阪上隆英, 日本材料学会第 21 回破壊力学シンポジウム, (2023).