

X-ray Stress Measurement of Fiber Reinforced Plastic Material

Masayuki NISHIDA Takao HANABUSA and Yasukazu IKEUCHI

1 緒言

X線応力測定法を用いた繊維強化材料の応力評価はX線の進入深さが小さいことから繊維強化材料の表面近傍の応力評価が主体となる。金属を母材とする繊維強化材料におけるX線応力測定は池内らによって進められてきた⁽¹⁾。さらに、中性子を用いた内部応力の測定が筆者らによって進められている⁽²⁾。

現在実用化されている繊維強化材料は高分子材料を母材とした繊維強化プラスチック材料（以下、FRP）が代表的であり、FRPの応力評価も強く期待される分野である。X線を高分子材料に適用する試みはいくつか報告されているが⁽³⁾、その数は非常に少なく、FRPに適用された例はほとんど報告されていない。

本研究においては、高密度ポリエチレン（HDPE）母材をタングステン繊維で強化したFRPにおいて透過法を用いたX線応力測定を行う。測定においてこれまでの反射法ではなく透過法を用いることで前述の問題点を克服し、高分子材料における精度の高い応力測定を可能とする試みについて報告する。

2 試料の作製

本研究において用いた高密度ポリエチレンは非晶質相と結晶化相の二相構造である。結晶化相を今回はX線により測定することで高密度ポリエチレンの応力測定を行っている。ポリエチレンは斜方晶の結晶構造であり、それらの値は $a = 0.740$, $b = 0.493$, $c = 0.253$ nm および $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ である。

今回作製したFRP試料は高密度ポリエチレンを直径100 μm 、純度99.9%のタングステン繊維で強化したもので、作製にはヒートプレスを用いている。ヒートプレスにおいてはシート状に成形した2枚の高密度ポリエチレンの間に、タングステン繊維を均一に並べ加熱圧着した。最終的な試料寸法は22 mm $\times$ 30 mm、厚さ0.45 mmとなり、全体に対する強化繊維の体積率は約3%であった。また、作製した試料の状態は透過光により観察した結果、繊維の配列間隔は約0.5 mmでほぼ均一であった。

3 X線応力測定

FRPの測定に先立ち、HDPEのX線の弾性定数を求めた。実際の測定には小型の引張試験器をX線回折装置に装着し、何段階かの応力を負荷しながら回折角の変

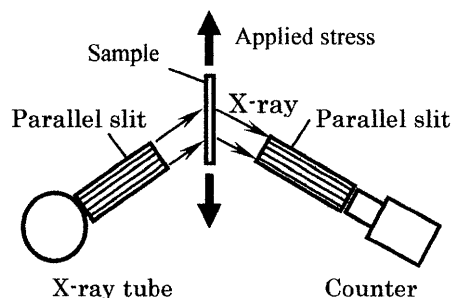


Fig. 1 Schematic diagram of transmission method with parallel beam system

化を測定した。通常のX線応力測定は金属表面に適用されることを前提に背面反射法で行われる。しかしながら、本研究で用いる高密度ポリエチレンのような高分子材料に反射法を適用した場合は回線線ピークがきわめて低角に出現し、その測定が非常に困難であることが知られている。この問題点に関して、本研究においてはFig. 1に示す透過回折法による測定を試みた。透過回折法を用いることで、低角ピークに対しても十分なオフセット角を確保することが可能となった。また、低角領域の測定においては一般的にひずみ感度が悪くなることが知られているが、高分子材料の場合は金属に比較してひずみ量が約100倍程度と非常に大きいため測定が十分可能であった。さらに、 $\sin^2\psi$ 法は平面応力状態において成り立つ手法であるが、今回の試料厚さは0.45mmときわめて薄いことから、平面応力状態であると仮定した。

Table 1に本研究におけるX線応力測定の諸条件を示す。特性X線にCrK α 線を使用し、測定法としては透過回折を用いた並傾法を採用した。オフセット角の測

Table 1. Conditions of X-ray stress measurement.

Characteristic X-rays	CrK α
X-ray optics	Parallel beam
Tube voltage	40 kV
Tube current	25 mA
$\sin^2\psi$	0.4~1.0, 0.1 step
hkl plane	HDPE 110
Diffraction angle	$2\theta = 32.15^\circ$
Filter	Vanadium
Irradiated area	3 mm $\times$ 10 mm

定角範囲は $0.4 \leq \sin^2 \psi \leq 1.0$ とし, $2\theta = 32.15^\circ$ に出現する高密度ポリエチレンの110回折面を用いた。また, スリット系には平行スリットを用いている。照射領域はできる限り広い面積を確保して回折強度の向上を図った。さらに, ピーク位置の決定には吸収補正および $K\alpha_2$ 分離を行った後にガウスフィッティングにより算出した。

4 測定結果

X線の弾性定数の測定には母材と同じ高密度ポリエチレンのシートを用いた。試料の寸法は $30 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$, 厚さ 0.45 mm であり, ほぼ作製した FRP と同じサイズである。Fig.2 に高密度ポリエチレンに何段階かの応力を負荷した場合の 2θ - $\sin^2 \psi$ 線図を示す。負荷応力は $0.6 \sim 2.4 \text{ MPa}$ の間で6段階の負荷をかけている。

この結果より負荷応力が $0.6 \sim 2.4 \text{ MPa}$ のすべての段階において, 高密度ポリエチレンにおける 110 回折は 2θ - $\sin^2 \psi$ 線図におけるばらつきが小さい良好な直線性を示すことが確認できる。また, 負荷応力の増加に対して 2θ - $\sin^2 \psi$ 線図の傾きが順次大きくなっており, 各直線は $2\theta = 32.155^\circ$ の角度において 2.4 MPa の場合を除いて, ほぼ1点で交差している。

次に, 負荷応力が 2.4 MPa の場合では他の直線が1点で交わっているのに対してその交点からずれた結果となっている。また, 傾きも 2.0 MPa の直線よりも小さくなっていることが確認できる。これは 2.4 MPa の負荷応力に対して, 高密度ポリエチレンが塑性変形を起こしたものと考えられる。

Fig.2 の結果より X 線の弾性定数は以下の値となった。

$$\frac{E}{1+\nu} = 2.17 \text{ GPa.}$$

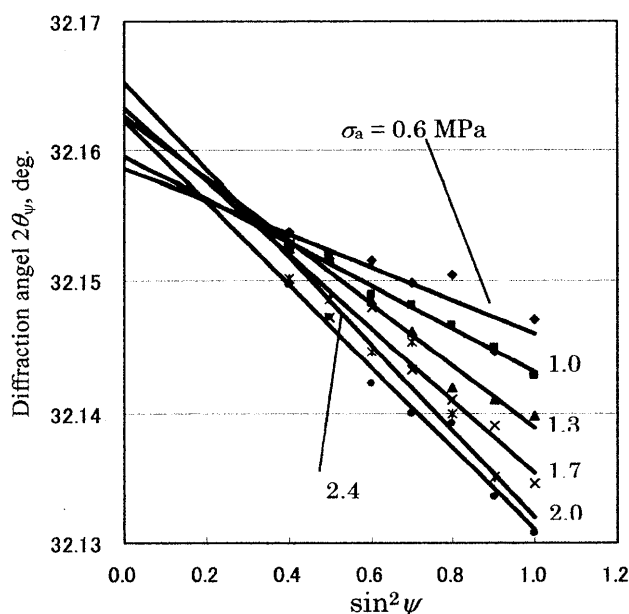


Fig.2 2θ - $\sin^2 \psi$ diagram for the several applied stresses

この値は高密度ポリエチレンの巨視的な弾性定数である 700 MPa 程度に比べると3倍近い大きな値である。X線は結晶化相のみから情報を得ているため, このような大きな値になったと考えられる。巨視的な弾性定数は, この結晶化相の弾性定数と非晶質相の弾性定数の体積平均となることが推察される。したがって, 非晶質相の弾性定数は非常に小さい値であると考えられる。

Table 2 は前述の X 線の弾性定数を用いて FRP 試料の高密度ポリエチレン母材中の応力を測定した結果である。応力測定はタングステン繊維に対して, 繊維長手方向と繊維直交方向をそれぞれ測定している。この際の 2θ - $\sin^2 \psi$ 線図は2方向とも良好な直線性を示し, 十分な精度で応力測定が行われたことが推察される。

Table 2 Residual stresses of HDPE phase in FRP sample

Direction	Residual stress [MPa]
Longitudinal	1.43
Transverse	-0.58

測定結果は繊維長手方向が引張の残留応力であり, それに対して繊維直交方向は圧縮の残留応力状態となっている。これらの残留応力の状態は, 強化繊維であるタングステンと母材の高密度ポリエチレンの熱膨張係数差より説明できる。ヒートプレスによる 150°C の加熱時, 母材の高密度ポリエチレンはほぼ無応力状態となる。高密度ポリエチレンの熱膨張係数はタングステンの約27倍あり, その後の冷却過程で高密度ポリエチレンはタングステン繊維よりも大きく熱収縮する。しかしながら, タングステンの巨視的な弾性定数は高密度ポリエチレンの約800倍あるため, 母材は収縮を妨げられることになる。そのため, 冷却後の繊維長手方向に引張の残留応力が発生する。また, 繊維直交方向には繊維による拘束がないため, 長手方向の残留応力と釣合う形で圧縮応力が発生したのと考えられる。

このように, 本実験における FRP 試料の残留応力は熱誘起型の残留応力であることが推察される。しかしながら, 高密度ポリエチレン内部における結晶化相と非晶質層の相応力状態なども今後考慮する必要がある。

参考文献

- (1) 池内保一, 英崇夫, その他, 材料, **43**, 490, pp. 792-798, 1994.
- (2) Mamsayuki Nishida, Takao Hanabusa, Ysukazu Ikeuchi, et al., Mat.-wiss. u. Werkstofftech., **34**, pp. 49-55, 2003.
- (3) V.Hauk, A.Troost and D. Ley, Advances in Polymer Technology, **7**, 4, pp. 389-396, 1987.