

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 20 日現在

機関番号：12601

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K13842

研究課題名(和文) THz偏光計測を利用した樹脂成形品の内部物性評価手法の開発

研究課題名(英文) Evaluation of plastic internal physical property with THz polarization

研究代表者

梶原 優介 (Kajihara, Yusuke)

東京大学・生産技術研究所・准教授

研究者番号：60512332

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究の目的は、THz波に対する偏光応答を利用した、樹脂成形品の高精度・非侵襲かつ簡便な内部物性評価法を確立することにあった。そこでまず、THz-TDS(時間領域分光法)を利用して、2～4 THz近傍において様々な樹脂内の結晶配向や内部応力に起因した特徴的な偏光特性があることを実験的に確認した。その後CW光源の差周波を利用したTHz光源を作製し、THz偏光特性検証実験を推し進めた。加えて、パルプ成形品の含水率がTHz計測によって高精度で評価できることを実験的に証明した。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this research is to establish the evaluation method for plastic internal physical property using THz polarization. First, by using THz-TDS, we have confirmed that many plastics should show interesting characteristics in 2-4 THz regions derived from their crystal orientations and internal forces. Then we have developed THz source with CW sources to proceed THz polarization experiments. In addition, we have experimentally confirmed that moisture contents of pulp injection molded products could be accurately estimated with THz measurement.

研究分野：生産加工学

キーワード：精密位置決め・加工計測 テラヘルツ波 偏光 樹脂 差周波 配向

1. 研究開始当初の背景

自動車部品から携帯電話に至るまで工業製品は樹脂成形品であふれているが、成形品の原料たる素材は、物性向上のために高い結晶化度を持つエンジニアリングプラスチック(エンブラ)にますます移行傾向にあり、ファイバーを混合した複合材料(FRP)の利用も大変盛んである。しかしエンブラや FRP は不透明なために内部物性評価が困難であり、結晶化度や残留応力の評価技術は確立していない。樹脂成形品の内部物性は場所と共に複雑に変化しており、劣化や余寿命を予測するために、簡便かつ高精度・非侵襲な内部物性評価法への要求は産業界から非常に大きい。

現在樹脂成形品に対して行われている内部物性評価法は、密度法や穿孔法、X線回折法である。密度法とは単に体積と質量から結晶化度を推定する方法である。穿孔法とは、部材を細切れにしながら開放歪み変化を測り、残留応力を測定する方法であり、同手法による残留応力評価装置を開発している企業もいくつか存在する。しかし成形品を破壊するため試作品にのみ使用可能で、完成品の評価は不可能である。X線回折法は、結晶配向や残留応力歪みにより変化する格子間距離をX線回折で評価する方法であり、非破壊であるため汎用されている。しかし装置が大掛かりで高価な点、表面から 20 μm 程度の深さまでしか測定できない点が大きな課題である。

2. 研究の目的

本研究の目的は、テラヘルツ(THz)波に対する偏光応答を利用した、樹脂成形品の高精度・非侵襲かつ簡便な内部物性評価法を確立することにある。具体的には、波長がチューナブルな THz 光源を作製し、反射光学系、THz 偏光素子、THz 検出素子による偏光光学ユニットを構築して、THz 偏光利用型内部物性評価装置を開発する。樹脂成形品の最重要物性である「配向」「残留応力」および「結晶化度」を簡便かつ非侵襲・高精度で評価できる技術は確立しておらず、現在では侵襲性の高い破壊試験法や表面近傍の評価のみ可能な X 線回折法などに頼っている。しかし樹脂に対して透明で、高分子の振動や結晶配向に敏感な THz 波を利用すれば、所望評価技術の実現が期待できる。研究期間内の目標は、物性の定量的評価を高分解能で実現することである。

3. 研究の方法

結晶化度の違いによる偏光依存性を評価するため、結晶化度の異なる PEEK 樹脂を数点準備して、THz-TDS による偏光特性実験を行った。また、樹脂配向に大きな差を持つ PET フィルムを準備し、それら

の評価実験を行った。加えて、検出波長を固定して簡便に実験を行うため、パラメトリック発振を利用した THz 光源を自作するとともに、THz 検出器、反射レンズ系などにより構成される THz 偏光光学系を設計・構築した。

また研究を進めていくなかで、パルプ射出成形(PIM)品の含水率がサブ THz 帯の透過率に大きく影響を受けるという知見が得られたため、PIM 製品や射出前のペレットの含水率評価の簡便な方法として THz 計測が使用可能か否か、0.1 THz 帯の IMPATT 光源およびパイロ検出器を利用して簡易実験系を構築し、含水率と等価理との関係を調査した。

4. 研究成果

1) PEEK 樹脂

図 1 に、結晶化度の異なる PEEK 樹脂の THz-TDS の分光結果を示す。それぞれ、偏光を 0°から 150°まで回転させて測定を行っている。結晶化度の低い PEEK フィルムでは、偏光依存性は全く観察されなかったが、結晶化度の高い PEEK フィルムにおいては 3 ~ 5 THz において大きく偏光依存性が確認された。結果は省略するが、非晶性の樹脂である PS については偏光依存性が出ていない。

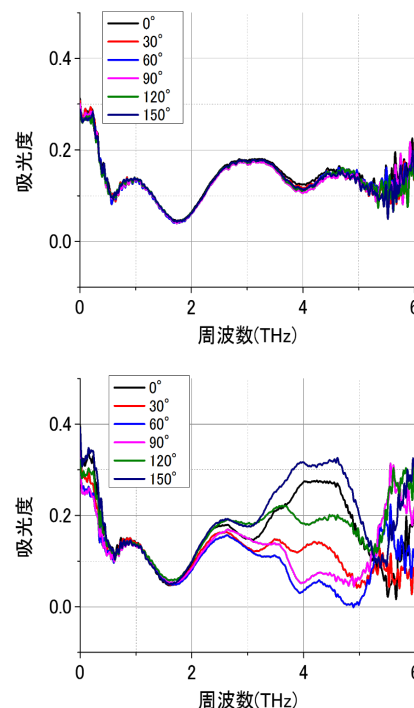


図 1 PEEK フィルムの THz-TDS 結果
上が低結晶化度、下が高結晶化度

2) PET 樹脂

成形方向を 0°として THz-TDS による計測を行い、マイクロ波による配向測定の結果と比較した。PET フィルムはその配向強さに応じて 4 種類用意した。結果を図 2 に示す。配向は下に行くほど大きい。PET フィルムにおいて、PP や PEEK と同様に、3 THz ~ 5 THz において強い偏光依存性が観測された。偏光依存性は 4.2 THz において大きなピークを持っている。ここで 4.2 THz における偏光依存性は分子配向の増加と相関して増大するという結果から、THz スペクトルと配向性の関係性がより強く示唆される結果となった。

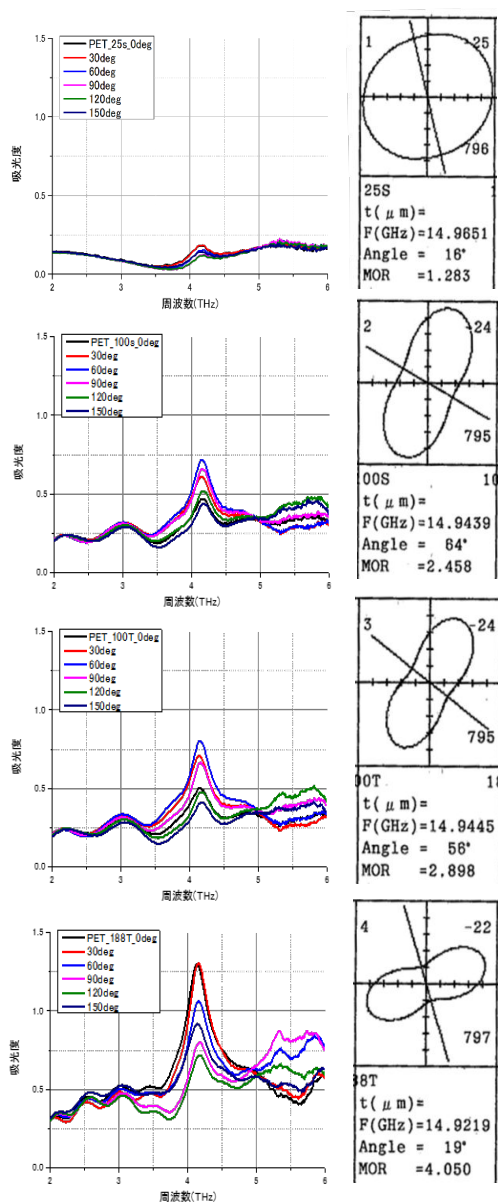


図2 PET の THz (左) およびマイクロ波観察 (右)

下に行くほど配向度が強い

以上から、多くの樹脂に対して、結晶化度、結晶配向が存在する場合に THz スペクトルの偏光依存性が発生すると推測される。

つまり、樹脂の結晶の有無や内部配向を、THz 分光を利用した内部物性評価法で検査できる可能性が高い。

3) 差周波光源

図 3 に概念図を示すように、波長可変レーザー (1500-1630 nm) と波長固定レーザー (1530 nm) およびシングルモードファイバカプラを利用し、THz 帯の差周波光源を作製した。これまでの知見で得られたように、特に 4-5 THz 帯の偏光依存性が多いため、5 THz 帯までカバーできる光源を作製している。出力テストも問題なく合格しており、今後は本光源による簡便な実験が可能となる。

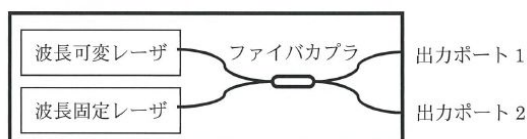


図3 THz 差周波光源概念図

4) サブ THz 波による含水率評価

PIM 成形品とサブ THz 波透過率の関係性を調べたところ、図 4 のように両者の関係に非常に高い相関が見られた。含水率は 1 % 程度の精度で測定できることが分かり、実際の生産現場 (0.1 % オーダの精度が要求仕様) における本測定系の導入が、将来的に大きく期待できるものとなった。

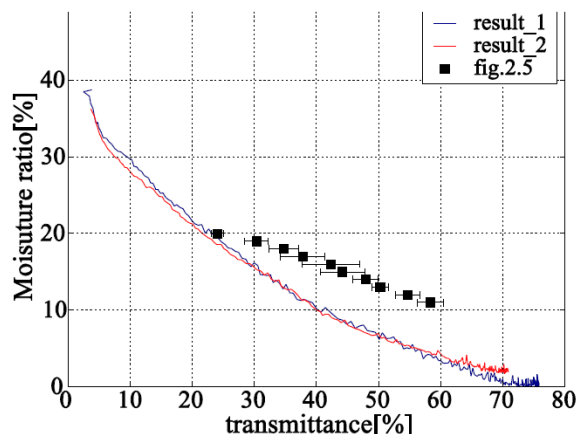


図4 PIM 成形品の含水率とサブ THz 波透過率の関係 (黒プロットはドリフト補償前)

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計 1 件)
梶原優介, 計測技術 -テラヘルツ計測 2-, 成形加工, 27, 7, 288-292 (2015).

〔学会発表〕(計 1 件)

田村勇太,門屋祥太郎,木村文信,松澤亮,
松坂圭佑,梶原優介,ミリ波を利用したパ
ルプ射出成形の含水率測定法の開発,2015
年度精密工学会秋季大会学術講演会,東北
大学,125-126(2015).

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.snom.iis.u-tokyo.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

梶原 優介 (Kajihara, Yusuke)
東京大学・生産技術研究所・准教授
研究者番号：60512332