

機関番号：23201
 研究種目：若手研究（B）
 研究期間：2009～2010
 課題番号：21760083
 研究課題名（和文） 高分子系高強度繊維の繊維方向直接圧縮試験法の確立
 研究課題名（英文） Development of direct compression test for axial compressive strength of high-strength polymer fiber
 研究代表者
 堀川 教世（HORIKAWA NORIYO）
 富山県立大学・工学部・准教授
 研究者番号：10363871

研究成果の概要（和文）：本研究では直径が約10 μ mと非常に細い高分子系繊維の繊維軸方向の圧縮強度を評価するための試験片作製方法と圧縮試験方法を開発した。高分子繊維の代表としてPBO繊維を使用した。試験片の作製では、半導体製造で使用されているフォトリソグラフィ技術を応用し、簡単に圧縮試験片を作製できる手法を開発した。さらに、単繊維の軸方向圧縮試験では、その場観察による破壊位置の特定が圧縮強度の信頼性向上につながることを明らかにした。

研究成果の概要（英文）：In this study, a specimen manufacture method and a compression test method to estimate axial compressive strength of very thin macromolecule-based fiber as approximately 10 μ m were developed. PBO fiber was used in the experiment as a representative of the high polymer fiber. Photolithography techniques have been applied in semiconductor manufacturing was used to prepare the fiber specimens. The developed method enables the preparation of compression test specimens. In the axial compression tests of single fiber it was found that the locating fracture points by in situ observation lead to improve the reliability of compressive strength.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,700,000	810,000	3,510,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：マイクロ材料力学、フォトリソグラフィ、単繊維、圧縮強度

1. 研究開始当初の背景

(1) 高分子繊維は高強度（引張）・高弾性率といった優れた特性を持つ材料であり、非電導材であるため、光ファイバーやロープ材のテンションメンバーとして使用されている。高分子繊維は内部分子を繊維方向に引き揃えることで高強度・高弾性率を達成している

が、反面、圧縮強度は非常に低く曲げにより容易に損傷を生じる。現在のところ光ファイバーケーブルを巻き取る際の軸の小径化や、家電製品用電源コードやマウスケーブルのテンションメンバーとしての応用が考えられているが、こうした実製品へ使用する場合には繊維の正確な圧縮強度とその分布特性

の把握が必要である。また、海外では繊維の圧縮強度と内部構造（分子の配向度や結晶化度）との関連を調べることにより、内部構造から圧縮強度改善の方策を得るといった学術的な観点からの研究も行われており、この場合も繊維の正確な圧縮強度とその分布特性の把握が必要である。故に、繊維の圧縮強度は実用面と研究面の双方において有益な特性値であるが、圧縮強度に関する研究は引張強度に比べて非常に少なく十分に明らかにされていない。

(2) 繊維の圧縮試験方法については、繊維は非常に細いことから（直径約 10~100 μm ）、繊維長さ方向に直接繊維を圧縮した研究報告は極めて少ない。一般的な試験方法としては、繊維を円に曲げるループ試験法や繊維を樹脂に埋め込んで樹脂ごと圧縮する樹脂埋め込み試験方法が採用されている。これらの試験方法は、実際の使用用途に近い変形を繊維に与えるため、得られる強度値は実用的に優れているが、ループ試験法においては圧縮弾性率を仮定していること、樹脂埋め込み試験方法においては樹脂により繊維の直径方向の変形が拘束されることや繊維への圧縮負荷が間接的であること、さらに別途せん断強度の値が必要など試験方法として疑問な点もあり、信頼性に欠ける。信頼性のあるデータを得るためには、繊維を直接圧縮する方法が最も適していると考えられる。しかしながら、非常に小さい荷重を与える圧縮試験機はあるものの（市販化されている）、繊維は直径 10 μm と非常に細く、繊維を試験片治具に固定することが非常に難いため、このことがこの試験方法の一般化を妨げている。このため、簡便な繊維固定技術の開発が望まれている。

2. 研究の目的

(1) 直径 10 μm の繊維を試験片治具に固定する方法として、半導体製造技術や微細加工技術の一つである紫外線によるフォトグラフィー技術を応用し、単繊維の圧縮試験用試験片作製技術の開発を目的とする。

(2) 開発した単繊維の圧縮試験用試験片作製技術を使って試験片を作製し、微小荷重圧縮試験機を用いて軸方向単繊維直接圧縮試験を行い、試験上の問題点の調査およびその解決を行い、圧縮試験法の確立を目的とする。

3. 研究の方法

(1) 研究に使用する繊維は高分子繊維の中で最も強度が高く防刃性があり、今後幅広い用途への適用が期待される PBO 繊維とする。圧縮試験片作製過程（フォトグラフィー）で使用する薬品に繊維を浸漬し、引張試験に

より耐薬品性を確認する。また、圧縮試験片の作製時に必要な繊維切断方法をステンレス刃（カミソリ刃）等を使用して調べる。さらに、フォトリソグラフィー技術を用いた一連の圧縮試験片作製方法を開発する。

(2) 圧縮試験中に繊維に正確に圧縮負荷が行われているか確認する手法（カメラの増設等）を開発するとともに有限要素解析による適切な繊維長さの検討を行う。さらに、その場観察により繊維表面に発生する圧縮損傷を撮影し、樹脂による繊維固定の影響を応力解析と実験の双方から調べ、信頼性のある圧縮強度の評価手法を確立する。

(3) 開発した圧縮試験法を用いて PBO 繊維の圧縮強度値の分布を求めるとともに、従来から行われているループ試験法による圧縮強度値と比較し、本試験方法の位置づけを行う。

(4) 他的高分子繊維に対する本試験方法の適用可能性について、圧縮試験片作製過程（フォトグラフィー）で使用する薬品にたいする耐薬品性について調べる。

4. 研究成果

(1) 単繊維圧縮試験片作製方法の開発

① 繊維強度に及ぼす薬品処理の影響

単繊維圧縮試験片の作製にはフォトリソグラフィー技術を用いるが、その際に使用する薬品に対する繊維の劣化度を調べるために、薬品に浸漬した繊維と未浸漬の繊維の引張試験を行った。図 1 に浸漬した繊維と未浸漬の繊維の引張強度を正規確率紙上にプロットしたものを示す。図より両者の引張強度の分布はほぼ同じであり、単繊維圧縮試験片の作製中に繊維は劣化は無かった。

② 繊維切断方法について

図 2 にステンレス刃（カミソリ刃）で切断した繊維断面の SEM 写真を示す。PBO 繊維は

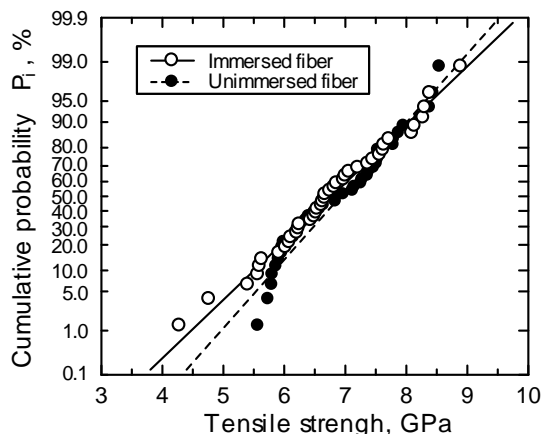


図 1 繊維の引張強度に及ぼす薬品処理の影響

高分子繊維の中でも特に防刃性に優れた繊維であるが、図2の結果より、集束イオンビームミリング装置やセラミック刃といった特殊なものを使用しなくても安価なステンレス刃を使うことによって繊維断面を平坦に切断できることが分かる。

③ 開発した単繊維圧縮試験片作製工程

図3に本研究で開発したフォトリソグラフィ技術を用いた単繊維圧縮試験片作製工程を示す。微小径繊維単体を直接圧縮する

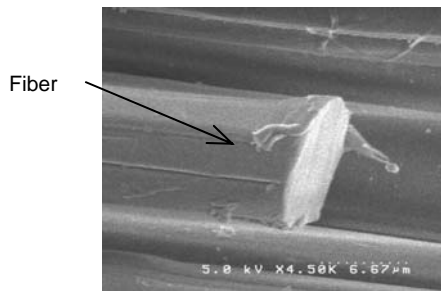


図2 ステンレス刃による繊維切断面

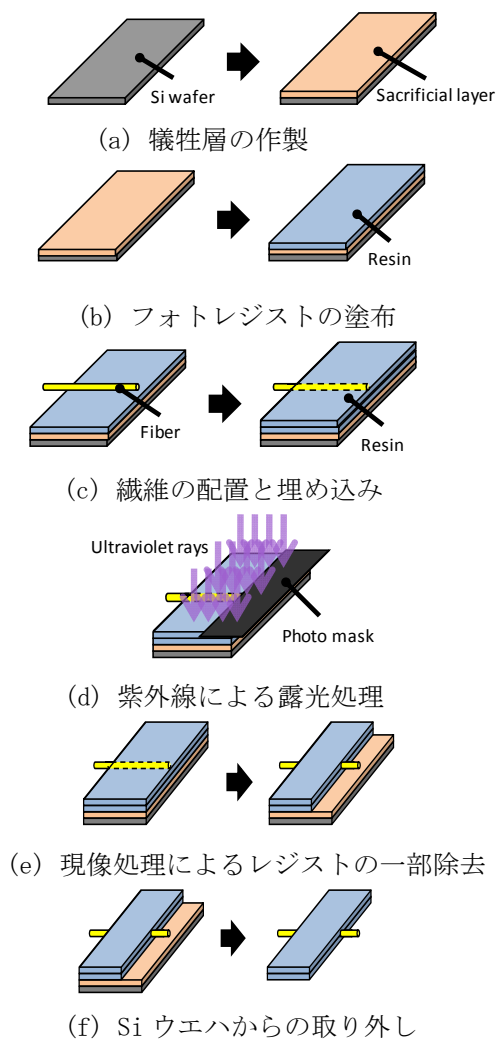


図3 単繊維圧縮試験片作製工程

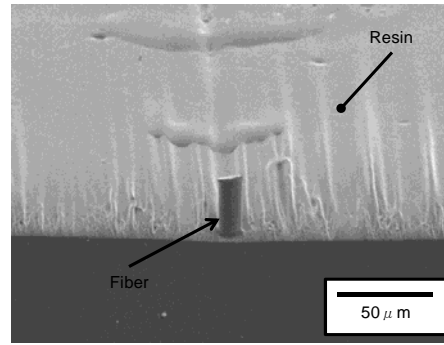


図4 単繊維圧縮試験片

ための治具の作製には紫外線を用いたフォトリソグラフィ技術を応用し、図3に示す方法で必要な繊維長さの圧縮試験片を作製した。フォトレジストには厚膜レジストSU-8を使用した。Si ウェハを試験片作製に必要な大きさに切り、フォトレジストを取り外しやすくするために Si ウェハとフォトレジストの間に犠牲層を形成する(a)。その上に注射器で一定量のレジストを塗布し、スピンドーターで膜厚を均一に整える(b)。ステンレス刃(カミソリ刃)を用いて先端を平滑に整えた単繊維をレジスト上に配置する。この際、繊維の先端部分には決して触れないように注意する。その後、繊維の上に極少量のレジストを塗布し繊維をレジスト中に埋め込む(c)。マスクアライナーでフォトマスクの位置決めを行い、紫外線を照射し露光を行う(d)。露光後、現像液に浸けることでフォトマスクにより紫外線が遮断されていた部分を溶解・除去する。ここでフォトマスクにより紫外線が遮断されていた部分が除去され、レジストから単繊維が飛び出している形になる(e)。現像液を拭き取り、エタノールで洗浄して現像液を除く。先の細いピンセットやステンレス刃を用いてフォトレジストを剥がし取る(f)。図4に作製した単繊維圧縮試験片の写真を示す。図より、樹脂によって固定された繊維の表面には樹脂は付着しておらず、また、繊維根元部分の樹脂の浮き上がりは見られず、単繊維が樹脂により 30 µm の長さで良好に固定できていることが分かる。

(2) 単繊維圧縮試験法と圧縮強度評価法

① 有限要素解析による繊維長さの検討

単繊維圧縮試験片において、繊維は樹脂により固定されているが、この固定部周辺では応力分布が均一でない。そのため、図5に示す解析モデル(軸対称、異方性)を用いて固定部周辺の応力分布を求めた。図6に一例として繊維長さ 30 µm での応力解析結果を示す。図のグラデーションは応力の変化を表しており、色が濃くなるに従って応力が高くなっていくことを示している。図より、繊維根元部分の表面の応力は非常に高くなっている

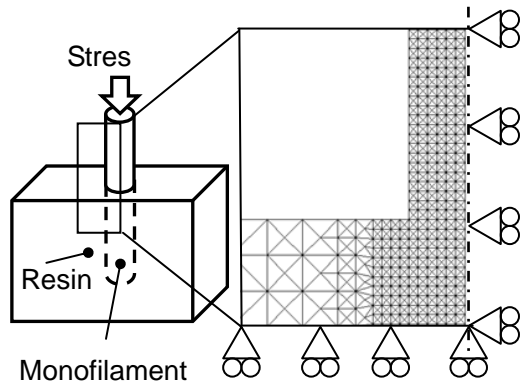


図5 単繊維圧縮試験片の有限要素モデルと境界条件

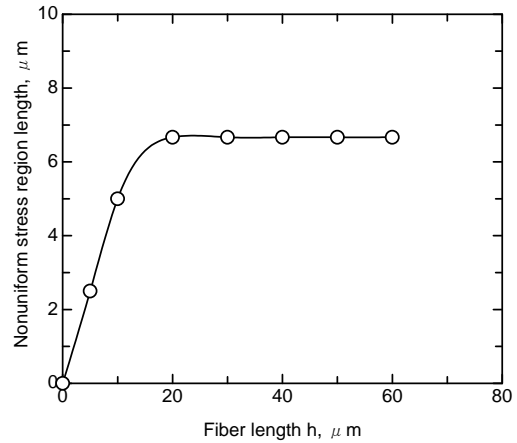


図7 繊維長さと樹脂固定部近傍の高応力領域長さとの関係

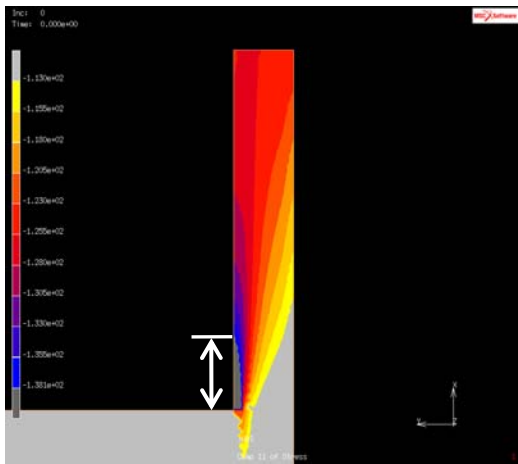


図6 圧縮によるPBO繊維の内部応力状態

ことが分かる。本研究では、繊維上端面に作用させた応力の110%以上の応力が作用している部分を高応力領域とし、その領域の繊維表層の軸方向長さを高応力領域長さとして定義した。図7に繊維長さと樹脂固定部近傍の高応力領域長さとの関係を示す。図より、繊維長さが20μm未満では繊維長さの増加に伴い高応力領域長さも増加しているが、繊維長さが20μm以上になると高応力領域長さはほぼ一定値(約7μm)を示している。このことから圧縮試験を行う際の繊維長さは、樹脂固定による応力集中の影響がなくなる20μm以上の長さが必要であり、圧縮破壊を起こす場所が繊維の根元から約7μm以上離れていれば、得られる圧縮強度の値は妥当なものであるといえる。

② 樹脂による繊維固定が圧縮強度に及ぼす影響

図8に圧縮試験で得られた圧縮強度をワイブル確率紙上にプロットしたものを示す。なお、圧縮強度はキンクバンドの発生荷重と実験前の繊維の直径から計算した。○は繊維の破壊(キンクバンドの発生)が繊維の根元

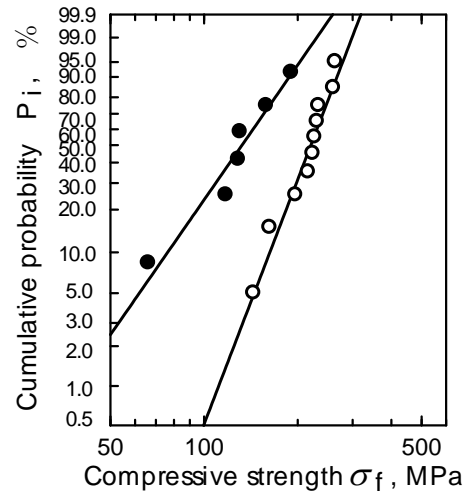


図8 圧縮強度に及ぼす繊維固定部近傍の高応力領域での破壊の影響

部分から7μm以上離れた部分で起こったデータ、●は7μm未満のデータを示している。図より、両データとも直線で近似できることから2母数ワイブル分布に従うことが分かる。また、7μm以上の位置で破壊が起こったデータの形状母数は6.2であり、7μm未満の位置で破壊が起こったデータの値(形状母数: 3.4)より大きいことから、ばらつきが小さくなっていることが分かる。強度の代表値となる尺度母数については、7μm以上の位置で破壊が起こったデータの尺度母数は233 MPaであり、7μm未満の位置で破壊が起こったデータ(尺度母数: 147 MPa)はそれより低い値を示した。このことから、軸方向に直接圧縮負荷を行う試験で得られた圧縮強度は、繊維固定部の影響を大きく受けることから、精度のよい圧縮強度データを取るには、圧縮試験中のその場観察を行うことによって繊維の破壊場所を特定し、樹脂による固定の影響を受けないデータを採用することが重要であ

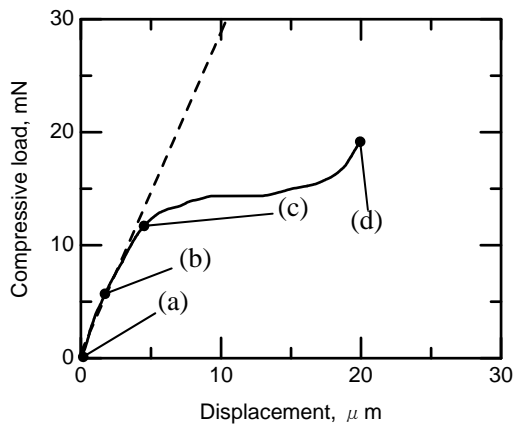
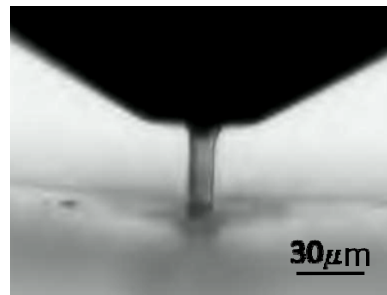


図9 PBO 繊維の圧縮荷重—圧縮変位曲線
ると言える。

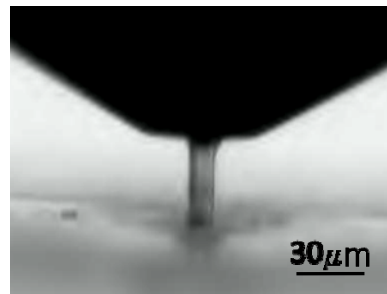
(3) PBO 繊維の圧縮強度の分布特性と本試験
方法の位置づけ

① PBO 繊維の圧縮強度の分布特性

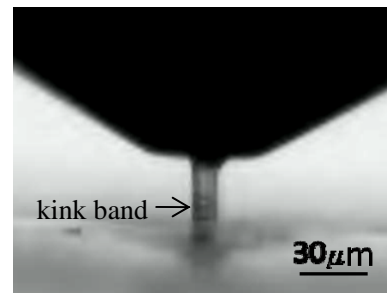
図9に単繊維圧縮試験におけるPBO 繊維の
荷重—変位線図の一例を示す。繊維の長さは
30 μm である。図中の破線は圧縮荷重初期の
荷重—変位線図を直線近似したものである。
図より、圧縮荷重初期では荷重と変位の関係
は破線で示すように直線で近似でき、その後、
破線から外れる挙動を示した。図10に圧縮
試験中のその場観察結果を示す。図10(a)
～(d)はそれぞれ図9中の(a)～(d)における写
真である。図10(a)は圧縮試験前の様子
を示しており、写真中央の棒状のものは繊維で
ある。水平の黒線は樹脂の表面であり、黒線
より下側は樹脂である。図10(b)は圧縮負
荷初期の様子であり、フラット圧子により繊
維が垂直方向に圧縮されていることが分か
る。この時、図9中の(b)に示すように、荷
重—変位の関係は線形の挙動を示した。図1
0(c)はキックバンドが発生した時の様子
を示している。この時、荷重—変位線図では
図9中の(c)に示すように直線から外れる挙
動を示した。図10(d)は繊維が圧壊を起
こした様子を示したものであり、キックバン
ドの発生をきっかけに繊維が急激に圧縮破
壊を起こした。なお、繊維の根元部分にお
いて繊維と樹脂の界面剥離が生じた後、キ
ックバンドが発生したケースもあったが、こ
の時も界面剥離を起こさなかった時と同様
にキックバンドの発生と同時に荷重—変位
線図の関係は非線形になった。以上のこと
から、PBO 繊維に関しては圧縮強度を評
価する場合には、荷重—変位線図の関
係が線形から外れるときの荷重値を用い
ればよいことが分かる。なお、今回使用
したPBO 繊維については、圧縮荷重—
変位線図における非線形点と圧縮損傷の
発生が同時であったが、他の繊維に関
してもあてはまるとは限らず、軸方向
圧縮試験においてはその場観察により
圧縮挙動を



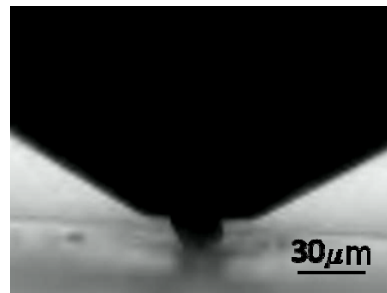
(a) 圧縮荷重前



(b) 圧縮荷重初期段階



(c) 圧縮損傷（キックバンド）の発生



(d) 繊維の圧破

図10 単繊維圧縮試験におけるその場観察

確認する必要があると考えられる。図11に
本研究で開発した単繊維圧縮試験により求
めたPBO 繊維の圧縮強度をワイブル確率紙
上にプロットしたものを示す。図中の○は
通常タイプの繊維であり、●は高弾性率
タイプの繊維を示している。高弾性率タイ
プの繊維は通常タイプの繊維に再度熱処
理を施し、結晶度を高めたものである。図
より、高弾性率タイプの繊維の圧縮強度
は通常タイプの繊維よりも高強度である
ことが分かる。また、2母数ワイブル分
布で近似すると、通常タイプ

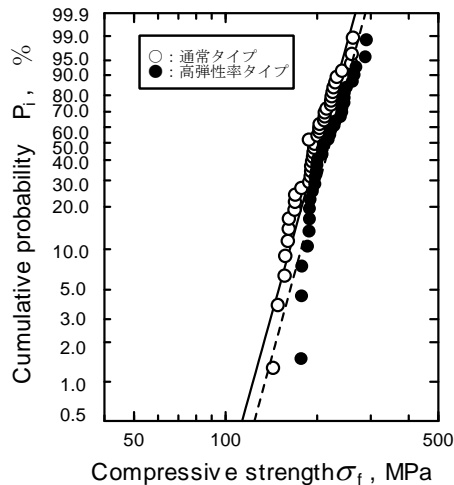


図 1 1 PBO 繊維の圧縮強度の分布

と高弾性率タイプの繊維の形状母数はそれぞれ 8.43 と 8.61 であり、尺度母数はそれぞれ 212MPa と 230MPa であった。なお、圧縮強度に及ぼす結晶度の影響については今後検討を行う予定である。

②単繊維圧縮強度評価における本試験方法の位置づけ

図 1 2 にループ試験により得られた高弾性率タイプの PBO 繊維の圧縮強度を示す。図より、圧縮強度は約 350MPa であり、この結果は図 1 1 で得た圧縮強度よりも高い値であった。本研究で開発した単繊維圧縮試験での結果は図 1 2 のループ試験結果だけでなく樹脂埋め込み試験方法（文献より）で得られている値よりも低い値を示すことから、試験法としては他の試験法よりも安全側の位置づけとなる。

(4) 他的高分子繊維に対する本試験方法の適用可能性について

アラミド繊維については耐薬品性が良いため本試験方法が適用可能であると考えられる。

(5) 全体のまとめ

(1) 本研究で提案した方法で作製した単繊維圧縮試験片は、樹脂によって固定された繊維の表面には樹脂は付着しておらず、また、繊維根元部分の樹脂の浮き上がりは見られ

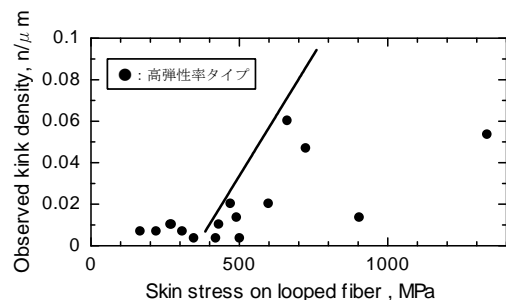


図 1 2 ループ試験による圧縮強度

ず、本研究で提案した方法は単繊維の圧縮試験片作製において有効である。PBO 繊維については、圧縮荷重-変位線図における非線形点と圧縮損傷の発生が同時であり、圧縮強度はこの時の荷重から求めた強度で評価することができる。単繊維圧縮試験において、繊維固定部の高応力領域で破壊した繊維の圧縮強度は、それ以外の領域で破壊した繊維よりもばらつきが大きく、低い値を示した。精度のよい圧縮強度データを取るには、圧縮試験中のその場観察を行うことによって繊維の破壊場所を特定し、固定部の影響を受けないデータを採ることが重要である。本研究で開発した単繊維圧縮試験は試験法としては他の試験法よりも安全側の位置づけとなる。

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 0 件)

〔学会発表〕(計 4 件)

- ①堀川教世、フトリソグラフィ技術を用いた高分子繊維の軸方向圧縮試験方法の開発、日本機械学会 2009 年度 年次大会、2009 年 9 月 15 日、岩手大学
- ②堀川教世、UV リソグラフィを用いた単繊維圧縮試験片の作成と試験方法の検討、日本機械学会 北陸信越支部 第 47 期総会・講演会、2010 年 3 月 10 日、新潟大学
- ③堀川教世、PBO 繊維の圧縮強度の分布特性、日本材料学会 第 59 期学術講演会、2010 年 5 月 23 日、北海道大学
- ④Noriyo Horikawa, DIRECT MEASUREMENT OF AXIAL COMPRESSIVE STRENGTH FOR POLY-P-PHENYLENE BENZOBISOXAZOLE (PBO) FIBER, ECF18 (18th European Conference on Fracture), August 31, 2010, TU Dresden (Germany)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

6. 研究組織

(1) 研究代表者

堀川 教世 (NORIYO HORIKAWA)
富山県立大学・工学部・准教授
研究者番号：10363871

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者