

2017B1622

BL20XU

μ -CT 法を用いた引張試験応力下における
炭素繊維強化プラスチック (CFRP) の構造変化の研究
Study of Structure Changes of Carbon Fiber Reinforced Plastics
during Stretching Test using μ -CT Method

伊藤 孝憲^a、永見 裕介^a、加藤 淳^a、今井 英人^a、
竹内 晃久^b、上相 真之^b、平山 恭介^c、戸田 裕之^d
Takanori Itoh^a, Yusuke Nagami^a, Atsushi Kato^a, Hideto Imai^a,
Akihisa Takeuchi^b, Masayuki Uesugi^b, Kyosuke Hirayama^c, Hiroyuki Toda^d

^a株式会社日産アーク、^b高輝度光科学研究センター、^c京都大学、^d九州大学
^aNISSAN ARC, LTD., ^bJapan Synchrotron Radiation Research Institute,
^cKyoto University, ^dKyushu University

炭素繊維強化プラスチック (Carbon Fiber Reinforced Plastics: CFRP) の破壊メカニズムに関しては解明されていない点が多い。特に破壊中の観測、Operando 測定によって破壊メカニズムを定量的に議論した研究は少ない。そこで本研究では CFRP を引張りながら μ -CT 測定を行い、破壊時の CFRP の内部観察を行った。各引張応力下での 3 次元再構成像を数値化し、亀裂の体積、面積を求め、引張力との関係を求め、破壊メカニズムを議論する。

キーワード： 炭素繊維強化プラスチック、放射光 X 線 CT、引張試験、空隙、破壊メカニズム

背景と研究目的：

炭素繊維強化プラスチック (Carbon Fiber Reinforced Plastics: CFRP) は、「軽くて、強く、腐食しない」21 世紀型の先端機能材料と言われている。CFRP は、優れた機械的な性質 (高比強度、高比弾性率など) と炭素質から得られる優れた特性 (導電性、耐熱性、低熱膨張率、化学安定性、自己潤滑性及び高熱伝導性など) を併せもつため、様々な用途に幅広く使われている。特に自動車や飛行機など輸送機器の軽量化に用いられ、燃費向上に重要な役割を果たしている。しかし、輸送機器で重要となる材料強度や破壊メカニズムの理解はまだ不明な点が多い。例えば、炭素繊維 (Carbon Fiber: CF) に対し、垂直方向、水平方向では破壊メカニズムが全く異なることが報告されている[1]。また、多くの破壊メカニズムの解析は破壊後の CFRP をマイクロスコープ、電子顕微鏡、コンピュータ断層撮影 (Computed Tomography: CT) で観察した内容が主となる[2-5]。更に詳しく破壊メカニズムを議論するためには、破壊時、つまり破壊中に観察することが重要となる。現状、CFRP の引張破壊の Operando 測定として、駒井らのアコースティック・エミッション (Acoustic Emission: AE) 法を用いた解析と破断面の電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) 観察による破壊メカニズムの議論がある[6]。また、門川らは光学顕微鏡、デジタルマイクロ顕微鏡を用いたデジタル画像相関 (Digital Image Correlation: DIC) 法により、引張試験時の歪み分布を議論し破壊メカニズムとの関連を見出している[7]。一方、木村らはサブマイクロの分解能を有する CT によって CFRP の引張試験時の破壊メカニズム、特に破壊起点に関して議論している[8]。このように数多くのその場観察試験が行われているが、高分解能で CFRP の破壊の様子を 3 次元に観察し、定量的な解析を実施、破壊メカニズムを議論している研究は数少ない。そこで本研究では 0.5 μm 分解能を有する CT を用いて引張試験時の CFRP を観察し、リアルタイムで亀裂 (体積、面積) の成長を 3 次元で測定し、イメージを数値化することで亀裂の変化を定量的に評価し、CFRP の破壊メカニズムを議論する。定量的な議論によって、物性改善の指針を材料設計へ具体的に落とし込むことが可能となり、CFRP 開発が加速されることが期待される。

実験：

図 1 に引張試験で利用した CFRP テストピースを示す。本テストピースの作製は(株)エーシーエ

ムに依頼した。図中の上下方向が引張方向になるが、以下では引張方向を z 方向、これに垂直な面を xy 平面とする。

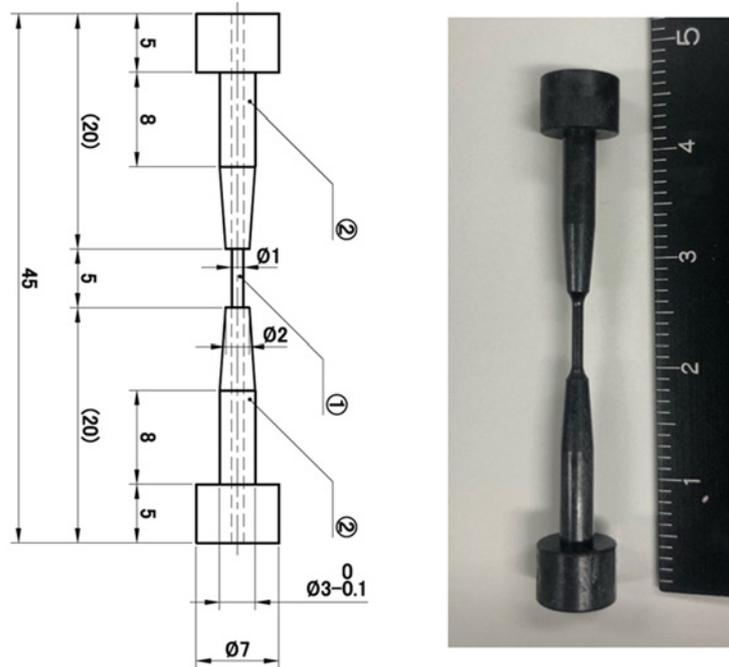


図 1. 引張試験に用いた CFRP テストピース

CFRP テストピースの仕様を表 1 に示す。

表 1. CFRP テストピースの仕様

炭素繊維	24t グレードチョップドファイバー (T700SC)
炭素繊維直径	7 μm
樹脂	130°C硬化型エポキシ
炭素繊維－樹脂体積比	55:45
1 mm ϕ 部	センタレス研磨
タブ	7 mm ϕ 旋盤加工後、1 mm ϕ 部に接着

CT 測定条件を表 2、測定の様子を図 2 に示す。

表 2. CT 測定条件

X 線エネルギー	8 keV
視野	1040 μm \times 1040 μm
分解能	508 nm/pixel
測定法	X 線イメージング
カメラ長	65 mm
試料回転角度	180°
測定時間	5 分 (1 条件)
測定枚数	2048 枚
引張試験機	九州大学戸田研究室の装置を利用。 図 2 参照[9]
引張条件	0 N、10 N、50 N、100 N、120 N

透過像は Convolution back projection 法により 3 次元のスライス画像セットに再構成した[10]。3 次元画像解析には日本ビジュアルサイエンス(株)製 ExFact®VR 2.1 を使用した[11]。本 3 次元再構成像は円筒形の視野外の画素に視野内と同じ輝度値を有しているため、その状態でヒストグラムを描くと視野外の輝度値がメインとなり正確な解析が困難である。よって、視野外の輝度値を「0」として解析を行った。また、今回は輝度値の高い方からガウス関数によって Fitting を行い、3 成分に分類した。詳細は結果および考察にて説明する。

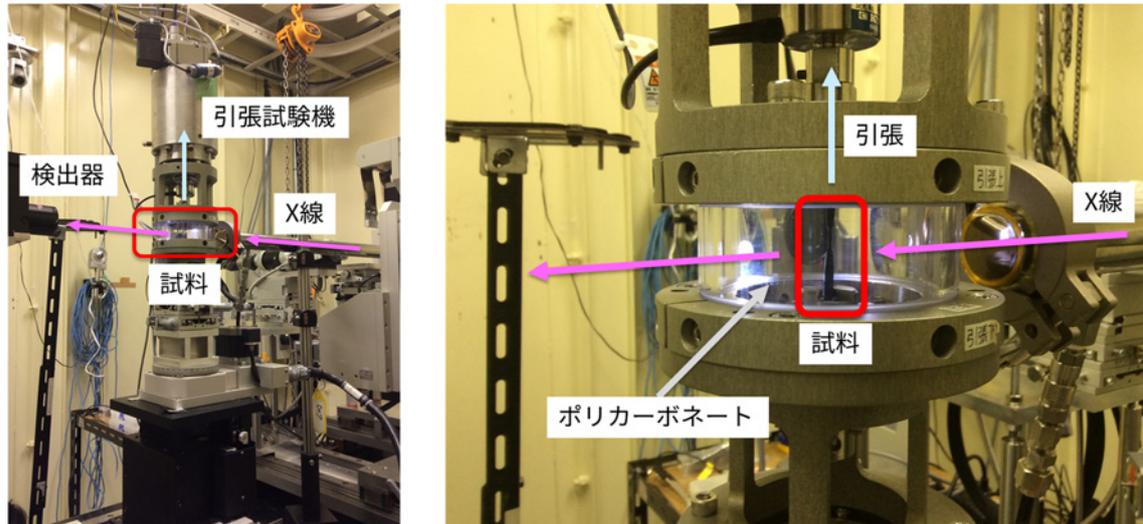


図 2. 引張試験装置と CT 測定

結果および考察：

図 3 に CFRP テストピース中心部に引張荷重を負荷しない状態における再構成像を示す。図は 3 次元再構成像の xy 平面であり、図 3(b)は(a)の赤枠の拡大である。各部材の区別方法の詳細は後ほど説明するが、視覚的に、輝度値が中程度なのが CF、輝度値が低いのがエポキシ、輝度値が低く、輝度値が高い CF に囲まれているのが空隙である。図中に繊維の断面形状が観察されることから、CF は z 方向に揃っており、断面が約 $7 \mu\text{m}$ ϕ であることが概ね確認できる。CF は密度が高く、エポキシ、空隙と輝度値の違いから識別することは容易である。一方、エポキシと空隙は同様なコントラストとなっているが、空隙に隣接する CF は屈折コントラストにより再構成像では白く考えると考えられる。よってこの現象を利用してエポキシと空隙を区別する[12, 13]。詳細は後述する。

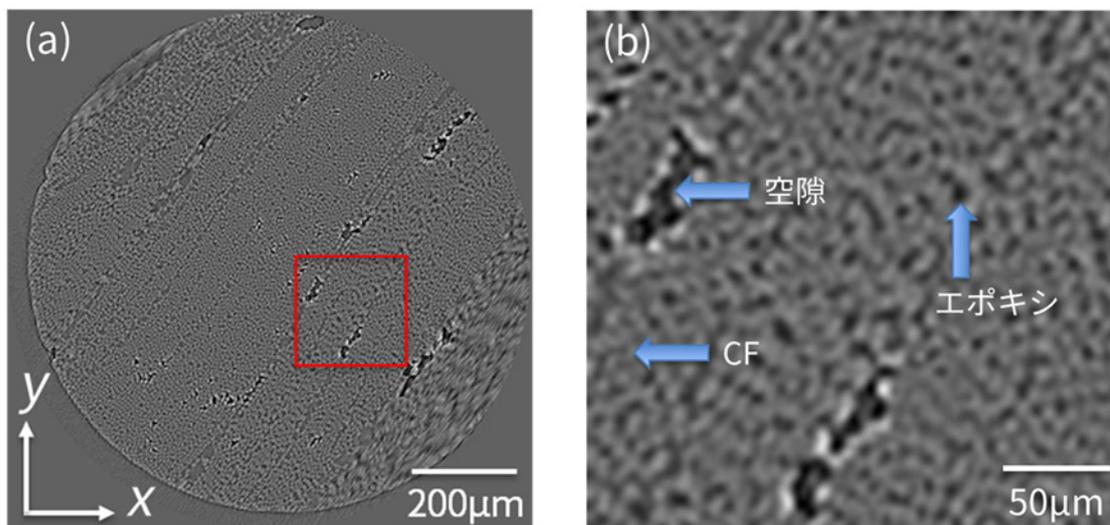


図 3. CFRP テストピース中心部の(a)再構成像と(b)その拡大図

図4に引張力 10 N、50 N、100 N、120 N の CFRP テストピース中心部の再構成像(xy 平面)を示す。ただし、各引張荷重により CFRP テストピースが変形し、観察位置に対し移動することから完全に同じ場所の再構成像とはなっていない。10 N の場合、荷重を負荷していない状態と比べほぼ変化が確認されなかった。100 N までは大きな変化は確認されなかったが、120 N では 100 N では観察されなかった新しい亀裂、空隙の生成が確認された。

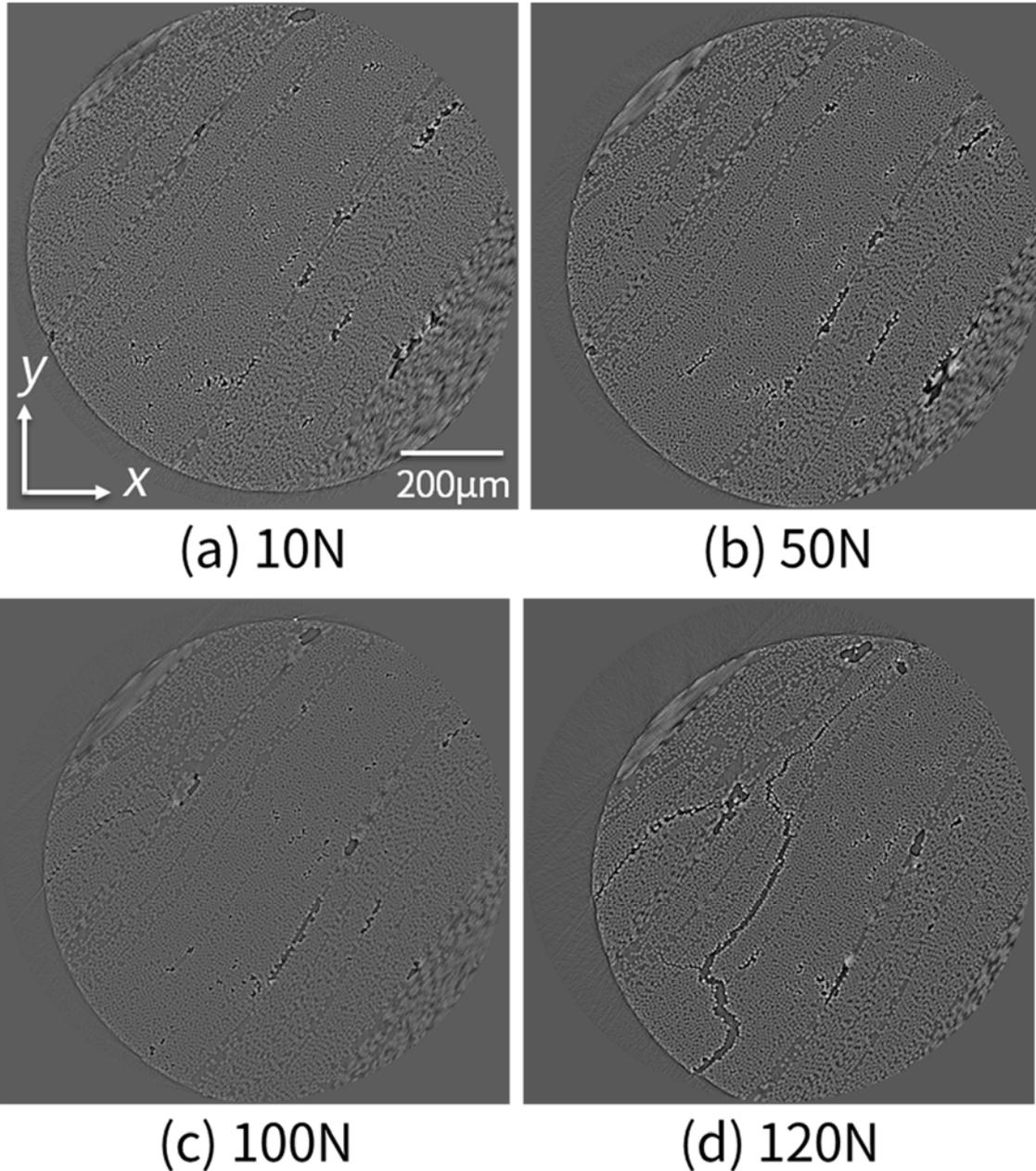


図4. 各引張力での CFRP テストピース中心部の再構成像
(a) 10 N、(b) 50 N、(c) 100 N、(d) 120 N

図4に示す再構成像を用いて定量的な解析を実施した。図5に図4(d) 120 N の3次元再構成像の輝度値ヒストグラムを示す。今回、画像解析に関しては3次元再構成像の輝度値ヒストグラムを輝度値の高い側を3つのガウス関数よりフィッティングを行った。しかし、今回の Fitting ではガウス関数で完全に分離することができず、2成分の量が同じ輝度値を閾値とした[11]。その結果をもとに輝度値の低い側から(L: Low)、(M: Medium)、(H: High)の3つの領域に分け、L領域を青から緑、M領域を緑から黄、H領域を黄から赤で表示することとした。また、L領域はガウス関数で

Fitting できない部分も含めた (図 5 中青丸部分)。これらの色区分を用いて図 4 (d) 120 N の一部をカラー表示したものを図 6 に示す (図 6 中 V1,2 : 空隙、E1~4 : エポキシ)。CF は図 5 の M 領域、H 領域の間の黄部分にあたるので識別は容易であるが、図 6 中の V1 : 空隙、E1 : エポキシは L 領域にあるために輝度値のみで区別するのは困難である。図 6 の再構成像を詳細に観察すると、V1、V2 の周りには輝度値の高い赤領域の CF が確認できるが、E1、E3 の周りにはそのような赤領域の CF は存在しない。V1 は空隙になっており、CF が屈折コントラストの影響で輝度値が高くなっていると推定される[12, 13]。よって輝度値の高い CF に囲まれた閉領域を空隙とし、それ以外の図 5 の L 領域の輝度をエポキシとする。

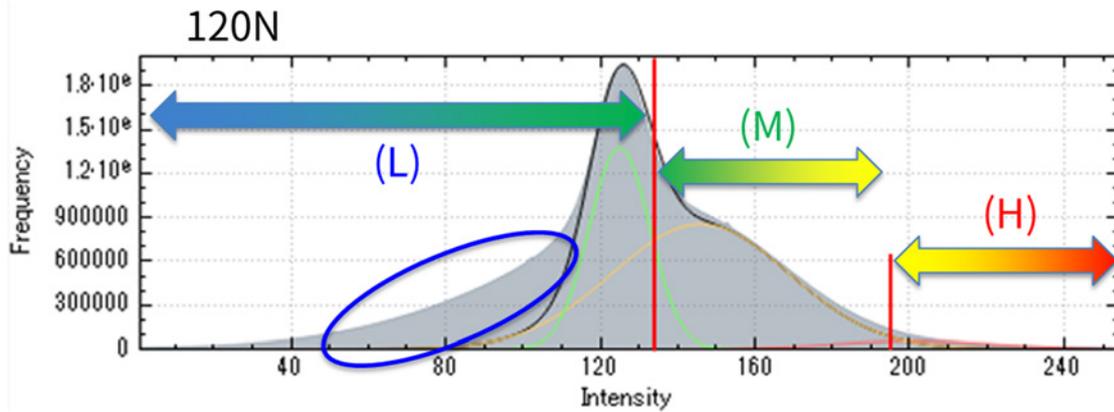


図 5. 引張力 120 N における CFRP 再構成像の輝度値のヒストグラムと Fitting 結果

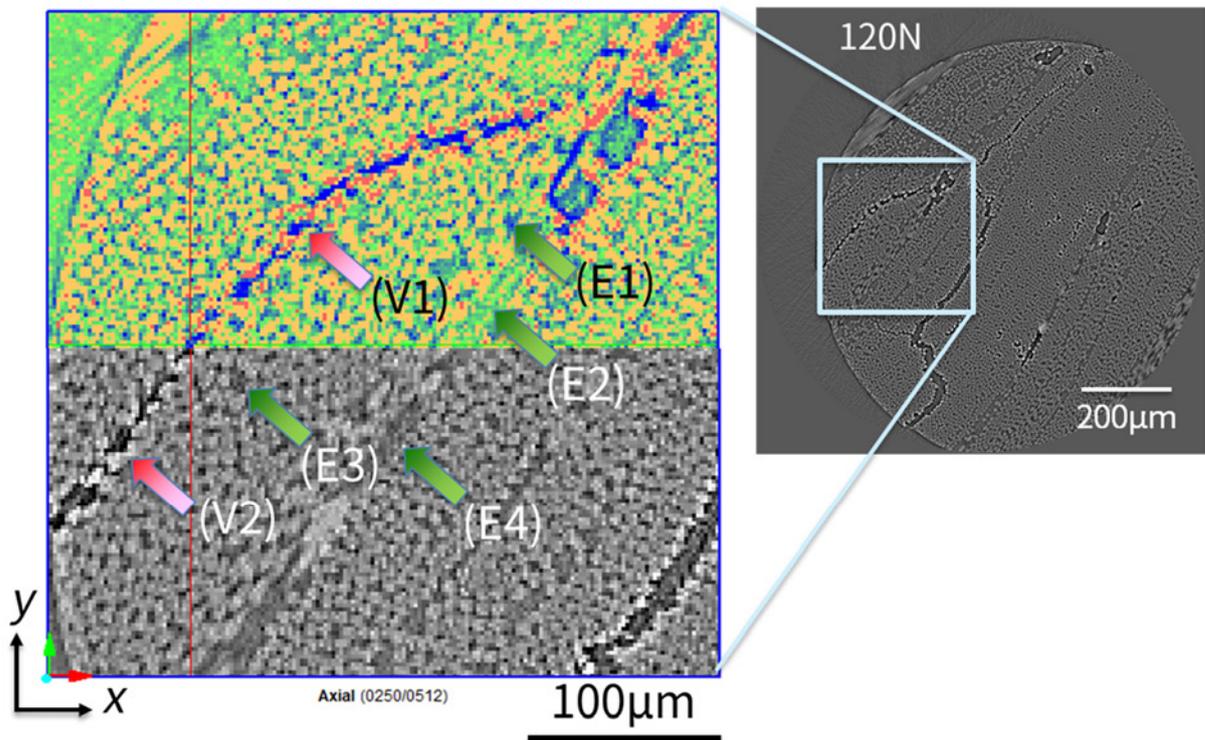


図 6. 引張力 120 N における CFRP 再構成像の空隙の抽出
 上部：図 5 よりカラー化した再構成像の拡大図、下部：再構成像の拡大図
 V1,2 : 空隙、E1~4 : エポキシ、赤線：本図には示していない zx 面

図 7 に図 6 と同様の手法で算出した各引張力での空隙 (赤部分) の 2 次元、3 次元再構成像を示す。2 次元、3 次元再構成像において 10 N から 100 N まで殆ど空隙の変化が少ないことが分かる。

120 N で空隙、亀裂は大きく進展することが 2 次元、3 次元再構成像で観測できた。図 7 の 3 次元再構成像から空隙体積、亀裂面積（空隙の表面積）を定量化した結果を図 8 に示す。空隙体積、亀裂面積は 100 N まで徐々に増加し、120 N で更に大きくなることが分かった。これらの結果から 100 N までは空隙体積は徐々に大きくなるが、亀裂面積の増加率が空隙体積の増加率より小さいことから、100 N までは新しい亀裂の生成は 120 N 以上に比べて少ないと考えられる。一方、100 N から 120 N では、空隙体積、亀裂面積ともに急激に増加している。よって、亀裂が大きく進展し、または新しい亀裂面が多く生成していると考えられる。これらの考察は図 7 の結果にも整合する。

3 次元再構成像を定量化することで空隙体積、亀裂面積と引張力との関係が分かり、破壊メカニズムを定量的に議論することが可能となる。

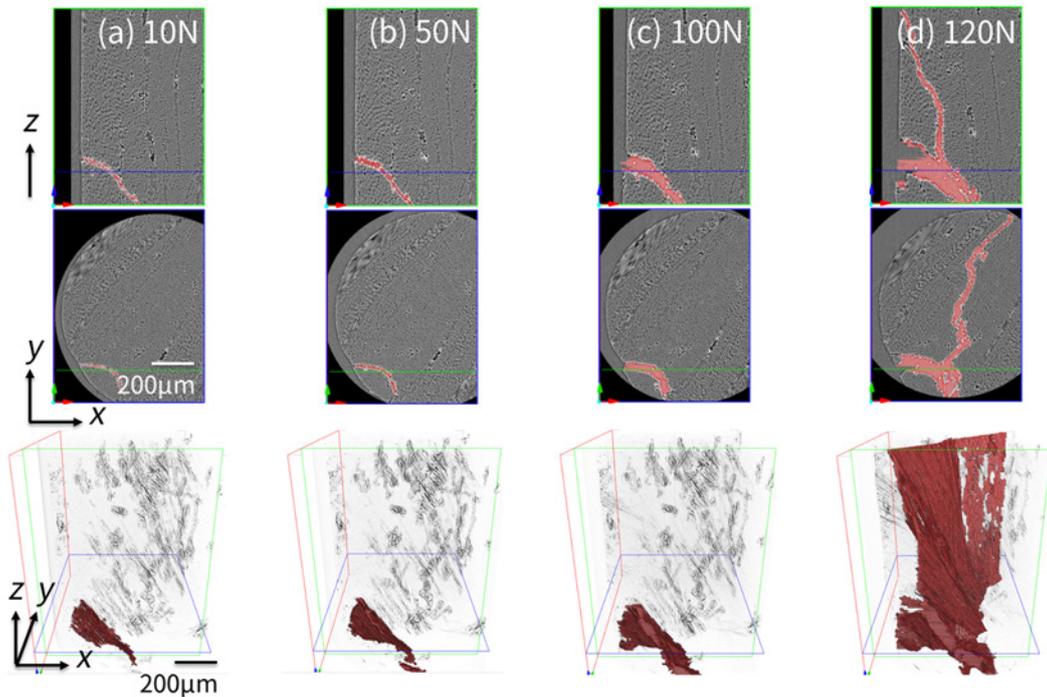


図 7. 引張力による空隙（赤部分）の変化 (a) 10 N、(b) 50 N、(c) 100 N、(d) 120 N
上から zx 面像、xy 面像、3 次元像

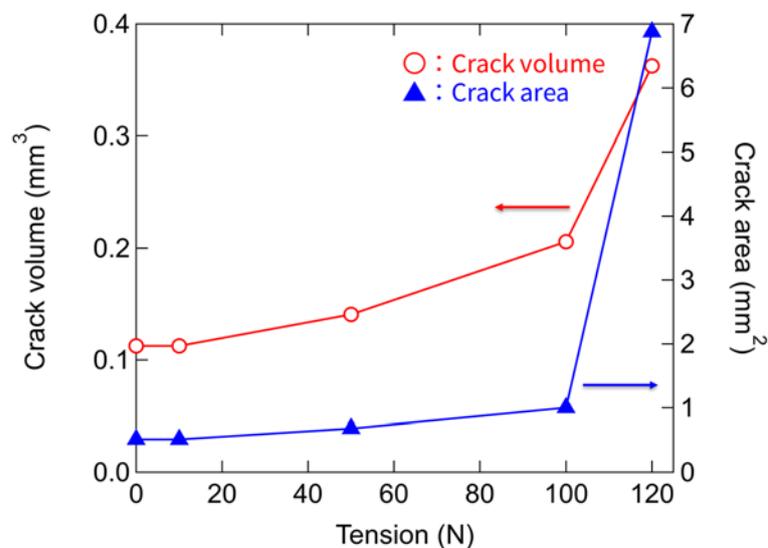


図 8. 空隙体積(Crack volume)と亀裂面積(Crack area)と引張力(Tension)の関係

まとめ：

本研究では測定に適した CFRP テストピースを作成し、引張試験を行いながら CT 測定を行った。得られた透過像から 3 次元再構成像を取得し、輝度値のヒストグラムを 3 つのガウス関数で Fitting することで、3 次元再構成像を 3 つの領域に分類した。屈折コントラストによる明るさの変化を利用し、空隙を抽出し、空隙体積、亀裂面積の定量化を試みた。空隙体積、亀裂面積とも 100 N までは 2 倍程度に増加し、100 N から 120 N で空隙体積が約 4 倍、亀裂面積が約 7 倍に急増した。これらの結果から、100 N 以下の範囲では最初から存在した亀裂の間にあった空隙が徐々に増加したものの新たな大きな亀裂は生成しなかった。一方、120 N では急激に空隙体積、亀裂面積が増加することから、新たな大きな亀裂が生成し、亀裂が進展したことが分かった。

今回、Operando 測定に関しては AE を同時測定する予定であったが、設計した AE センサーの設置治具が CFRP にうまくセットできず、さらに引張試験の Operando 測定を立ち上げるために多くの時間を費やしてしまったために、AE との同時測定、また、組成の違う CFRP の非 Operando 測定を実施することができなかった。今後は AE 同時測定、位相コントラスト、結像型の CT 測定を利用することで更に精度の高い定量解析を実施し、組成、製法の違う CFRP テストピースの CT 測定を行うことで、詳細な破壊メカニズムを議論する。

謝辞：

本研究の解析に関しては日本ビジュアルサイエンス㈱、滝克彦氏に丁寧かつ熱心にご指導頂きました。ここに感謝の意を表します。

参考文献：

- [1] 松尾剛、影山和郎、日本複合材料学会誌, **40**(3), 98 (2014).
- [2] 轟章、小林英男、日本機械学会論文集 (A 編), **57**(539), 1648 (1991).
- [3] 松井仁、斉藤博嗣、金原勲、日本複合材料学会誌, **47**(5), 194 (2021).
- [4] 池田徹、李徳甫、宮崎則幸、日本接着学会誌, **42**(3), 97 (2006).
- [5] 藤澤佳右、木村真実、小池淳一郎、SPring-8/SACLA 利用研究成果集, **10**(5), 461(2022).
- [6] 駒井謙治郎、箕島弘二、渋谷豊茂、日本機械学会論文集 (A 編), **56**(528), 1792 (1990).
- [7] 門川泰子ら、あいち産業科学技術総合センター研究報告, 20 (2020).
- [8] M. Kimura *et al.*, *Sci. Rep.*, **9**, 19300 (2019).
- [9] 河野亜耶ら、軽金属, **64**(11), 557 (2014).
- [10] A. C. Kak and M. Slaney, *Principles of Computerized Tomographic Imaging*, Society of Industrial and Applied Mathematics, (2001).
- [11] 滝克彦ら、まてりあ, **61**(1), 15 (2022).
- [12] 戸田裕之、X 線 CT—産業・理工学でのトモグラフィー実践活用—、(2019).
- [13] H. Toda, “X-Ray CT: Hardware and Software Techniques” Springer Nature Singapore Pte, Ltd. (2021).