

平成 21 年 3 月 31 日現在

研究種目： 基盤研究 (C)
 研究期間： 2007～2008
 課題番号： 19560692
 研究課題名 (和文) 微小切欠きを導入した炭素繊維の破壊靱性測定に関する研究
 研究課題名 (英文) Fracture toughness measurements on carbon fibers with an artificial micro-notch
 研究代表者 向後 保雄
 東京理科大学・基礎工学部・教授
 研究者番号 60249935

研究成果の概要：

本研究では、FIB 装置を用いた微細加工により切欠きを導入することで、信頼性の高い破壊靱性試験を実施し、炭素繊維の破壊靱性値を導出することを目的としている。これを実現するため、「切り欠き加工形状の最適化」を実施し、各種加工条件で作成可能な切り欠き寸法並びに形状について検討した。その結果、FIB 加工で使用するビーム系を 10nm (公称値) に設定して加工することで、最小 50 nm 程度の先端幅を持つ切り欠きの作成が可能であることが明らかになった。この結果をふまえ、「炭素繊維の破壊靱性値測定」の一環として、先端幅の異なる破壊靱性試験を実施し、先端幅 200nm 程度までの小さい領域で先端幅によらず一定の破壊靱性値を得ることが可能となった。

得られた実験結果に対し、「異方性を考慮した有限要素法による解析」を実施した。解析に当たっては、異方性の弾性定数が必要となるため、せん断弾性率、繊維軸に垂直な方向の弾性率の測定方法について検討して実測値を得ることができた。これにより、解析が可能となった。

本研究の目的の一つである、「試験の再現性向上」については、フォルダー形状について検討したが、現段階では従来以上の再現性が得られていない。これについてはさらに検討を要する。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007 年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2008 年度	1,700,000	510,000	2,210,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野： 工学

科研費の分科・細目： 材料工学・複合材料/物性

キーワード： 有機・無機繊維

1. 研究開始当初の背景

これまで高性能な炭素繊維が多数開発され、航空、宇宙分野において炭素繊維で強化された複合材料が頻繁に用いられるようになっている。これらの複合材料の特性は炭素繊維

の特性に強く支配されるため、複合材料の材料設計、信頼性設計には炭素繊維の機械的特性の把握が不可欠である。

一般に、機械的特性としては「強度」が最も基本的な特性であり、その測定方法は工業

的にも確立されている。もうひとつの重要な特性として「破壊靱性」がある。これは、材料の粘り強さ（靱性）の程度を表す値であり、材料中に発生した亀裂の進展のしにくさを表している。構造材料として用いられる複合材料にとって、信頼性の観点より靱性は重要な特性であり、したがって炭素繊維の靱性の把握が重要となってくる。

このような観点から、これまで繊維の靱性を評価する試みがなされてきたが、欠陥寸法の測定誤差や欠陥形状の影響によって、信頼性のあるデータを得るのが困難であった。すなわち、形状や寸法が制御された初期欠陥を用いた破壊靱性試験方法の確立が望まれている。

このような背景から、申請者は集束イオンビーム（FIB; Focused Ion Beam）装置による微細加工法を応用することで、炭素繊維に微小な「切欠き」を導入して破壊靱性試験を行うことを検討している。この試験方法を適用すれば、初期欠陥寸法ならびに形状を制御した試験片での評価が可能であり、より信頼性の高い破壊靱性値を得ることが可能となる。しかしながら、現時点では(1) 切欠きの加工条件と得られる切欠き形状の関係、(2) 切欠き先端半径の影響、(3) 試験片加工から引張試験に至る間の試験片の取扱いなど、試験上の問題から安定してデータを得るには至っておらず、より安定した試験方法の開発が望まれる。

2. 研究の目的

本研究では、FIB 装置を用いた微細加工により切欠きを導入することで、信頼性の高い破壊靱性試験を実施し、炭素繊維の破壊靱性値を導出することを目的としている。これを実現するため、以下の項目について検討を行う。

(1) 切欠きの加工条件の最適化

切欠き形状は破壊靱性試験において最も重要となる。特に、切欠き先端半径は得られる破壊靱性値の信頼性に大きく影響するため、できる限り小さな先端半径を加工することが必要となる。そこで、制御可能なイオンビーム照射条件をパラメータとして、炭素繊維に切欠きを導入するための加工条件を探索する。

(2) 加工・試験における専用治具・試験装置の試作・検証

安定して破壊靱性試験を実施するためには、切欠き加工から試験に至るまでの間、試験片に余分な負荷を与えず、不慮の破損を回避する必要がある。このためには、FIB 加工時の治具をそのまま引張試験片に取りつけて試験が実施できることが望ましい。そこで、

切欠き導入のための専用治具ならびにこれを装着して試験可能な装置を試作する。

第一段階としては、従来用いている小型引張試験機に試作した専用治具を取り付けることで、より安定した試験の実施を試みる。次いで、専用試験装置を試作することで、顕微鏡下での試験を可能にする。本装置は、将来電子顕微鏡内での試験が可能な装置のプロトタイプという位置づけでもある。

(3) 破壊靱性値導出のための応力解析

破壊靱性値の導出には、実験で得られた荷重と切欠き寸法から破壊時の応力分布を求めることが必要になる。そこで、ここでは有限要素法による解析により応力分布を求める。また、亀裂先端半径の影響についての解析を実施し、実験結果との対応から切欠き形状の最適化を図る。

(4) 炭素繊維の破壊靱性値測定

以上の検討をもとに、数種の炭素繊維について破壊靱性試験を実施し、データを蓄積する。

3. 研究の方法

(1) 切欠き加工条件の検討

イオンビームは、アパーチャーサイズ、コンデンサーレンズのオン・オフによって、ビーム径ならびに試料電流を制御できる。これらの条件は、加工精度、加工速度、加工表面性状に大きく影響するため、炭素繊維の加工のためにそれらを最適化する必要がある。初年度は、加工条件と得られる切欠きの形状、寸法精度について主に評価する。

(2) FIB 試料取り付け治具の設計・試作

加工条件の検討と平行して、引張試験機にそのまま取り付け可能な FIB 加工用試料取り付け治具を試作する。FIB 装置の試料台への設置が可能であり、加工後の試料が振動等により破壊しないよう固定された状態での移動を可能にする。また、試験時には取り付け部分が駆動可能なものでなければならない。

(3) 引張試験装置の設計・試作

前項で検討する治具を直接取り付け可能な試験装置を設計・試作する。初年度は、現有の小型引張試験機に取り付けることを想定し、専用治具を設計する。

(4) 破壊靱性試験

加工治具、試験治具の完成後、これらを用いて切欠き加工ならびに破壊靱性試験を実施し、試験方法の有効性を確認する。

(5) 解析・まとめ

破壊靱性値を算出するためには、得られた破壊荷重と亀裂形状から応力解析を行って決定する必要がある。そのための解析手法を検討する。これを元に、実験結果の解析として切欠き先端半径の影響について検討する。得られた解析結果と実験結果を比較することで、破壊靱性試験と見なすことができる亀裂先端半径を求め、試験片の作成条件を確立する。

4. 研究成果

19年度は、研究目的に記載の「(1)切り欠き加工形状の最適化」を主に実施し、各種加工条件で作成可能な切り欠き寸法並びに形状について検討した。その結果、FIB加工で使用するビーム系を10nm（公称値）に設定して加工することで、最小50nm程度の先端幅を持つ切り欠きの作成が可能であることが明らかになった。この結果をふまえ、「(4)炭素繊維の破壊靱性値測定」の一環として、先端幅の異なる破壊靱性試験を実施した。本試験では、従来の試験方法を踏襲した。その結果、先端幅200nm程度までの小さい領域で先端幅によらず一定の破壊靱性値を得ることが可能となった。また、それより大きな先端幅の場合、得られる破壊靱性値が先端幅の増加とともに上昇した。このことは、200nm以上の領域では導入したノッチが亀裂として機能せず、破壊靱性試験としては不適切であったことを示唆するものである。

得られた実験結果から破壊靱性値を算出するためには、破断加重と初期亀裂長さより計算することが必要となる。本研究では「(3)破壊靱性値導出のための応力解析」において、有限要素法から求めることを想定している。これを実施するためには、炭素繊維自身の弾性特性を知ることが必要となるが、繊維軸方向以外の特性はほとんど知られていないのが実情である。そこで、せん断弾性率を求めることを目的として、ねじり振動法による測定方法を検討し、せん断弾性率の測定を可能にした。

20年度には以下の項目について検討を実施した。

[1] 炭素繊維の破壊靱性値測定

現在試験片として用いている炭素繊維(IM600)については、(a)亀裂長さ依存性、(b)亀裂幅依存性を調査し、破壊靱性値の妥当性について検討し、200nm以下の亀裂幅で一定の値を得る事が確認された。これが真の破壊靱性値を与えるものと考えられた。

[2] 有限要素法による解析

炭素繊維は大きな異方性を有するため、破壊靱性値の計算には従来の計算方法を用いて求めることができない。そこで、有限要素

法を用いて応力解析することで、異方性材料の破壊靱性値の計算を実施した。解析に当たっては、異方性の弾性定数が必要となるため、あらかじめ実験的に求める。このため、昨年度測定方法を検討したせん断弾性率の測定を実施するとともに、繊維軸に垂直な方向の弾性率の測定方法について検討した。実験方法としては、現有のナノインデントにより繊維の押し込み試験を実施し、有限要素法による解析結果との関係から、弾性率を推定する。この結果を元に、各種繊維の破壊靱性値を計算する事が可能となった。

[3] 試験の再現性向上

破壊靱性試験の再現性を向上させるため、フォルダー形状について検討したが、現段階では従来以上の再現性が得られていない。これについてはさらに検討を要する

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 1 件)

Yasuo Kogo, Yuta Imafuku, Shinji Ogihara, "Direct measurement of fracture toughness of carbon fiber", Proceedings of 13th European Conference on Composite Materials, (2008) on CD-ROM

[学会発表] (計 1 件)

Yasuo Kogo, Yuta Imafuku, Shinji Ogihara, "Direct measurement of fracture toughness of carbon fiber", 13th European Conference on Composite Materials, (2008)

[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
向後 保雄

(2) 研究分担者
なし

(3) 連携研究者
なし