

令和 5 年 6 月 7 日現在

機関番号：14301

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2020～2022

課題番号：20H02028

研究課題名（和文）超高精度X線顕微鏡によるCFRPの界面領域の3次元+疲労破壊前駆現象の観察と力学

研究課題名（英文）Observation and mechanics of 3D + fatigue failure precursor phenomenon of CFRP interface region with ultra-high precision X-ray microscope

研究代表者

北條 正樹 (Hojo, Masaki)

京都大学・工学研究科・名誉教授

研究者番号：70252492

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,800,000円

研究成果の概要（和文）：本課題では、CFRP（Carbon Fiber Reinforced Plastics）の破壊力学特性（破壊じん性やき裂進展特性）を決定する微視的因子を解明することを目的として、放射光を用いたX線CT（SR X-CT）を用いて、モードIおよびモードI/II混合負荷を与えたその場観察を行い、き裂先端領域を観察するとともに、力学モデルにより、CFRPの界面領域におけるマクロな破壊発生の前駆現象と破壊の三次元メカニズムを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

X線顕微鏡(CT)によりCFRPのモードI負荷および混合モード下におけるき裂先端損傷領域での損傷を詳細に観察する実験法を確立した。観察結果を基に、3次元画像に基づくモデル解析を検討し、有限要素法に基づく数値解析を用いて、繊維間距離や最大主応力、静水圧応力、応力三軸度の関係について評価するモデルを構築した。これにより、CFRPのき裂先端領域において、界面はく離が先行し、樹脂破壊が遅れて発生する力学原理が明らかとなり、学術的に新規性の高い知見を得ることができた。CFRPを用いた材料・構造設計において、メソスケールからのCFRP破壊力学特性の設計につながる実用的な成果が得られた。

研究成果の概要（英文）：In order to elucidate the microscopic factors controlling the fracture mechanics properties (fracture toughness and crack growth characteristics) of CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastics), we observed the crack-tip region of CFRP under Mode-I and Mode-I/II mixed loadings based on in-situ nanoscopic synchrotron radiation X-ray computed tomography. We revealed the precursor phenomena of failure initiation at interface region for CFRP and three-dimensional mechanism of fracture, using mechanical models.

研究分野：破壊力学

キーワード：CFRP 破壊力学特性 メソスケール X線CT顕微鏡(CT) イメージベースドモデル

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

炭素繊維強化樹脂基複合材料 (Carbon Fiber Reinforced Plastics, CFRP) を代表とする構造用複合材料は、繊維と樹脂で構成されるとともに積層構造などの階層性を有し破壊メカニズムが複雑である。また、炭素繊維は破断するまで弾性的であるのに対し、母材樹脂は塑性変形や時間依存型の変形・破壊を生じるため、長期耐久性の保証が難しい。利用が進んでいる航空機構造材料では、疲労損傷の進展を許容しない No growth concept が使われており、過剰な安全設計となっている。CFRP の特性を生かし、さらなる軽量化と長期信頼性を両立するためには、破壊の前駆現象を捉えるとともに、き裂進展中のき裂先端の損傷領域での微視破壊の発達過程を力学的に理解する必要がある。なお、歴史があり、転位の運動の集積など研究の蓄積により微視的メカニズムが明らかになっている金属材料とは大きく異なり、高分子材料に対しては、微視的な破壊過程やその分子構造との関連など、その破壊原理はほとんど明らかになっていない。

近年、光学顕微鏡の発達により、従来の熱電子型走査電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope, SEM) 程度の倍率 (数千倍程度) 観察が、実際の静的および疲労試験中のその場観察において実現するようになってきた。また、破壊後の観察になるが、高精度の X 線 CT により、繊維と樹脂をおぼろげながら区別できるようになってきた。これらにより、メゾスケール (本材料では μm スケール) での 3 次元の破壊の微視過程がおぼろげながら明らかになってきている。このような状況の中、研究分担者の木村らにより、放射光を用いた XAFS-CT (X 線吸収分光顕微鏡, X-ray Absorption Fine Structure Computed Tomography) が開発されつつあり、研究開始当初の開発段階で空間分解能が 50nm, 視野が 40 μm , 測定時間が 10 分程度である。

これらの研究の進捗により、本研究の対象である CFRP の 3 次元破壊の前駆現象を捉えるとともに、それを力学的に解釈し、耐久性や信頼性の向上につなげる基盤が整いつつある。

2. 研究の目的

CFRP は航空機構造材料としての利用が進むとともに、CFRP を積層板の各プライレベルで均質異方性材料とみなしたマクロな破壊の研究も進んでいる。しかし、破壊力学特性 (破壊じん性やき裂進展特性) がどのように決定されるかについての微視的な因子についての解明は遅れ、長期信頼性の確立の観点からの知見が大幅に不足している。

そこで本課題では、CFRP の破壊力学特性を決定する微視的因子を解明することを目的として、放射光を用いた X 線 CT (SR X-CT) を用いてき裂先端損傷領域での破壊の前駆現象を 3 次元かつ時間経過とともに観察する。3 次元画像に基づくモデル解析を併用することにより、マクロな破壊の前駆現象である損傷領域における微視的な損傷の発生と進展の力学原理を解明する。これにより、より高性能な複合材料及び構造開発のための微視的観点からの材料開発指針を得ることを目的とした。

3. 研究の方法

本研究の目的を達成するため、CFRP のき裂先端損傷領域での微視破壊の発生と進展の観察を実施した。主な研究成果に対する研究方法は以下の通りである。

(1) 航空機用途を想定した CFRP のマクロ試験片の予備的な観察結果に基づき、本課題のための試験片設計および荷重治具の作製を行った。モード II については、幅 60 μm , 厚さ 60 μm , 長さ 1000 μm の試験片にくさびを導入し荷重を付加した。これにより、X 線顕微鏡 (CT) におけるその場観察の手法を確立した。ここでは、高エネルギー加速器研究機構物質構造科学研究所の研究分担者の協力を得て、メゾレベルの観察に基づいて観察領域を絞りナノレベルでの超高精度 X 線顕微鏡観察を行った。

(2) さらに、せん断モード (モード I/II 混合モード) での検討を実施し、モード I およびモード II での樹脂の破壊機構が統一的に説明できるかについて検討した。この目的のため、CFRP のマクロなモード II 試験片の予備的な観察結果に基づいて試験片設計と荷重治具を設計し、X 線顕微鏡によるその場観察結果を得た。

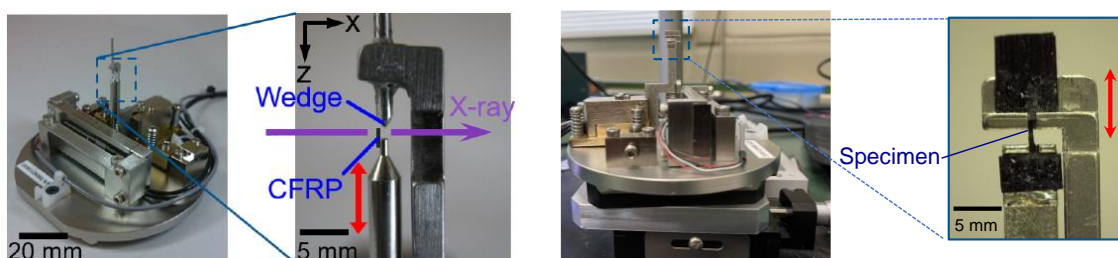
(3) これらの超高精度 X 線顕微鏡観察に基づき、3 次元画像に基づくモデル解析を行い、CFRP のき裂先端損傷領域での微視破壊の発生と進展について検討し、その力学原理の解明を試みた。具体的には、有限要素解析に基づく数値解析を用いて、繊維間距離や最大主応力、静水圧応力、応力三軸度といった観点からき裂先端における微視破壊の発生と進展のメカニズムについて実験と解析の比較により評価した。また、混合モードき裂進展解析を行い、混合モード負荷下でのき裂先端損傷領域における微視的破壊機構について検討を行った。これにより、CFRP の微視的破壊機構を支配する力学原理について考察した。

4. 研究成果

本課題では、放射光 X 線 CT を用いて、き裂先端損傷領域を観察するとともに、3次元画像に基づくモデル解析を併用してマクロな破壊の前駆現象である損傷領域の微視的な損傷の発生と進展の力学原理について明らかにすることを検討した。

まず、CFRP のモード I き裂進展の微視的その場観察 (図 1(a)) の結果、繊維間距離が小さいときには、主に界面はく離によって鋭いき裂が進展した。繊維間距離が大きいときには、繊維/樹脂界面のはく離だけでなく、樹脂の大きな変形やき裂先端前方でのボイドの発生がみられた。

さらに、モード I 負荷における検討を発展させ、異なる負荷モードでもき裂先端近傍における微視的破壊機構が統一的に説明できるかを検討するため、モード I とモード II の混合モード負荷条件での評価を実施した (図 1(b))。具体的には、集束イオンビーム (FIB : Focused Ion Beam) を用いてノッチ加工した試験片を用いて、CLS (Cracked Lap Shear) 試験と同様の原理を用いて CFRP にモード I とモード II の混合モード負荷を与えた。その結果、混合モード負荷下では、繊維間の樹脂量が少ないときには、界面のはく離によってき裂が進展した。繊維間の樹脂量が多くなると樹脂のマイクロクラックがみられるようになった。このマイクロクラックは、隣接繊維で進展している界面はく離から生じていた。



(a) Nano mechanical test stage for mode I loading (b) Nano mechanical test stage for mixed-mode loading

図 1 放射光 X 線 CT におけるその場観察試験 (研究分担者・木村らの文献より図を引用)

上記で得られた実験結果に対して、有限要素法を用いて損傷進展解析を行い、モード I 負荷下でのき裂先端損傷領域における微視的破壊機構について検討した。三軸応力状態についての解析結果と微視破壊の観察結果を比較することにより、き裂先端近傍での微視的破壊を決定する力学的因子の解明を試みた。

そこでまず、Higuchi ら (Advanced Composite Materials, 2020) が用いた樹脂の変形・破壊挙動の静水圧応力・応力三軸度への依存性を考慮したモデル化方法を導入した。エポキシ樹脂の破壊の特徴として、静水圧応力・応力三軸度が大きいときほど、小さい相当応力で降伏・破壊し、ぜい性的な挙動を示すのに対し、静水圧応力・応力三軸度が小さいときほど、大きい相当応力で降伏・破壊し、延性的な挙動を示すことが明らかになっている。このような樹脂単体の変形・破壊挙動を有限要素解析モデルにより正しく評価できることを確認した。

次に、この解析手法をモード I き裂進展の有限要素解析に応用した (図 2)。観察と同様に、き裂は界面のはく離が樹脂の破壊よりも先に生じることで進展した。繊維間隔の違いは、繊維軸方向の応力分布に大きな影響を与えていた。繊維間に樹脂がほとんど存在しない場合、き裂先端ごく近傍では応力三軸度も低いため、樹脂の損傷はほとんど見られず、界面はく離によりき裂が進展していると考えられた。また、樹脂層厚が大きい場合、き裂先端前方でのボイドの発生には応力三軸度と静水圧応力が影響しており、静水圧応力だけでは決まらないことが示唆された。

また、混合モード負荷に対してもき裂先端損傷領域での微視的損傷機構を調べるため、同様の有限要素解析により解析を行った (図 3)。なお、混合モード負荷の解析は異なるスケールの解析を組み合わせることで実現している。繊維間距離が小さいときほど、き裂進展量が大きくなることが分かった。また、き裂先端での樹脂のひずみ分布の結果から、繊維間距離が小さいときには、繊維間の一部の樹脂に応力やひずみが集中することで、この領域での変形・損傷が進むと考えられ、その結果、き裂進展量が大きくなることが示唆された。

さらに、解析結果を実験結果と比較して考察した。繊維間距離が小さいときほど、き裂先端前方では、最大主応力、静水圧応力、応力三軸度は小さい傾向であった。このことから、き裂先端近傍でマイクロクラックの発生は確認されず、界面はく離によりき裂が進展したことが分かった。また、繊維間距離が大きい領域のき裂先端前方の繊維近傍でマイクロクラックが生じやすい状態であること、隣接する繊維で先行するき裂の後方では、はく離を生じている繊維の近傍やその近傍の樹脂リッチ領域でマイクロクラックが生じやすい状態であることから、先行する界面はく離近傍の樹脂を起点にマイクロクラックが発生したことが分かった。

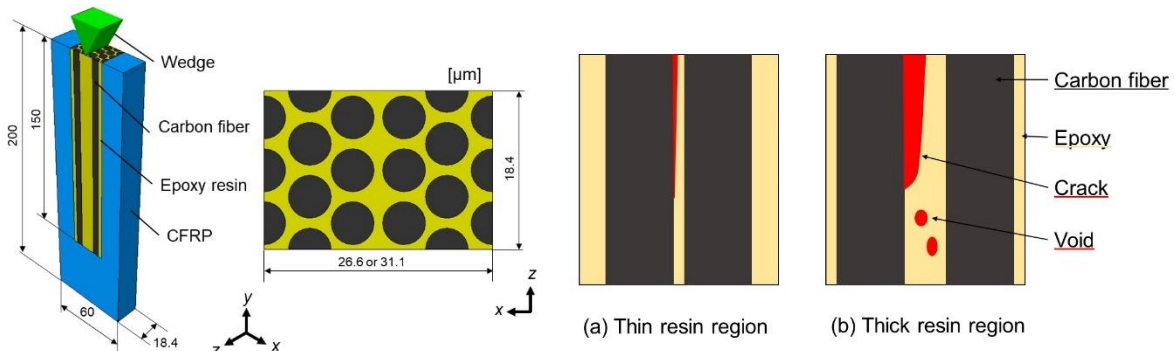


図2 モードI負荷の有限要素解析モデル（左図）と観察されたき裂進展の様子（右図）

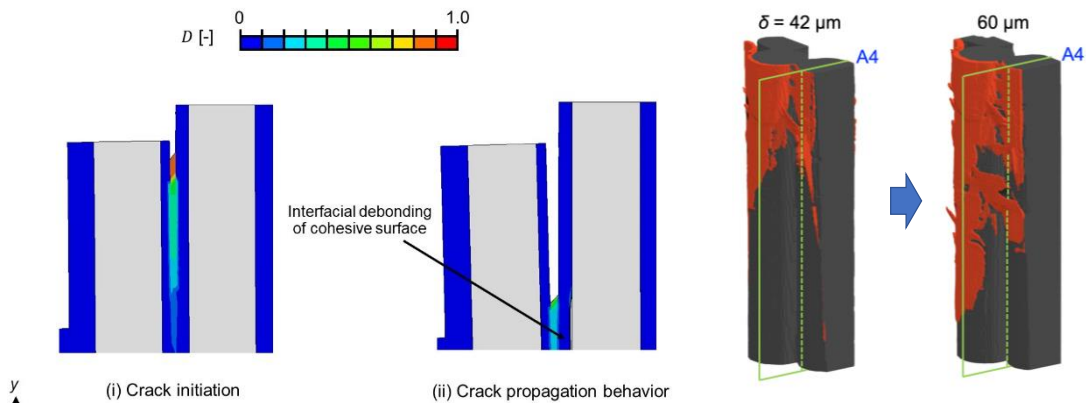


図3 混合モード負荷におけるき裂進展挙動の解析（左図）と実験結果（右図）
 （*右図は当研究グループ Kimura らの文献(Composites Science and Technology, 2022)より引用）

上記の実験と解析による比較・検討から、繊維間距離や最大主応力、静水圧応力、応力三軸度の関係について評価を行うことで、CFRPのき裂先端において界面はく離が先行し、樹脂破壊が遅れて発生する力学原理が明らかとなった。

さらに、疲労負荷に対する検討として、CFRP母材のエポキシ樹脂のモードI疲労き裂伝ば特性に関して、その応力比依存性が K_{max} 支配である実験結果に基づき、負荷除荷時の応力-ひずみ関係を用いて、き裂先端での繰返し変形の影響を受ける領域での疲労損傷の機構についてモデル化を行った。負荷時と除荷時の応力-ひずみ関係の傾きが異なる負荷除荷の応力-ひずみ関係を仮定することで、Riceのモデルと同様の応力場の重ね合わせによりエポキシ樹脂の疲労き裂伝ばを説明するモデルを構築できた。

また、メゾスケール領域において繊維の配列は実際には均一かつ直線状ではなく、繊維のミスアラインメント（初期不整）が起きることもしばしばある。実際のCFRPにおいては、このような領域が起点となり、繊維の微視座屈が前駆現象となって特に圧縮負荷における破壊形態に大きな影響があることから、この現象に対して積層板の破壊特性を解析するNASA Langley Research Centerで開発されているDGD（Deformation Gradient Decomposition, 変形勾配分解）法を用いた計算モデルについても構築した。三次元でランダムに繊維初期不整がある場合、初期不整角が大きな領域を起点として破壊が発生することが示唆された。

これらの成果により、CFRPのメゾ構造が破壊現象に与える影響についての力学原理に関して一定の知見を得たと言える。航空機構造材料としての利用が進んでいるCFRPに対しては積層板の各プライレベルでのマクロな破壊の研究も進んでいる一方で、CFRPを構成する繊維と樹脂といったレベルのメゾスケールやさらに樹脂の破壊に関する微視スケールの現象を調べる検討は超高解像度の観察技術と有限要素解析に基づく力学モデルの構築によってようやく可能となってきた。このような研究が進むことで、積層板のマクロな破壊の前駆現象についてさらなる力学的な理解につながる事が期待される。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

| | |
|--|----------------------|
| 1. 著者名 Masao Kimura, Toshiki Watanabe, Sota Oshima, Yasuo Takeichi, Yasuhiro Niwa, Yuji Seryo, Masaki Hojo | 4. 巻 230 |
| 2. 論文標題 Nanoscale in situ observation of damage formation in carbon fiber/epoxy composites under mixed-mode loading using synchrotron radiation X-ray computed tomography | 5. 発行年 2022年 |
| 3. 雑誌名 Composites Science and Technology | 6. 最初と最後の頁 109332 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.compscitech.2022.109332 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |

| | |
|--|----------------------|
| 1. 著者名 Sota Oshima, Aya Mamishin, Masaki Hojo, Masaaki Nishikawa, Naoki Matsuda, Manato Kanesaki | 4. 巻 260 |
| 2. 論文標題 High-resolution in situ characterization of micromechanisms in CFRP laminates under mode II loading | 5. 発行年 2022年 |
| 3. 雑誌名 Engineering Fracture Mechanics | 6. 最初と最後の頁 108189 |
| 掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.engfracmech.2021.108189 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |

〔学会発表〕 計7件（うち招待講演 2件/うち国際学会 3件）

| |
|--|
| 1. 発表者名 高塚尚輝 |
| 2. 発表標題 CFRPの圧縮特性評価に対するDGD法を用いた損傷モデルの適用 |
| 3. 学会等名 第60回飛行機シンポジウム |
| 4. 発表年 2022年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 B. Koetter, K. Yamada, J. Koerbelin, K. Kawabe, M. Nishikawa, M. Hojo and B. Fiedler |
| 2. 発表標題 Experimental investigations and finite element analysis on bearing strength of high performance Thin-Ply fibre metal laminates |
| 3. 学会等名 The 2022 Asia-Pacific International Symposium on Aerospace Technology (APISAT 2022) (国際学会) |
| 4. 発表年 2022年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 M. Hojo, K. Miyaki, S. Oshima, N. Matsuda, M. Nishikawa |
| 2. 発表標題 Why Mode I fatigue delamination under different stress ratio is controlled by K_{max} |
| 3. 学会等名 The 8th International Conference on Fatigue of Composites (招待講演) (国際学会) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 Yuji Seryo, Sota Oshima, Kosuke Miyaki, Masao Kimura, Toshiki Watanabe, Masaki Hojo, Masaaki Nishikawa, Naoki Matsuda |
| 2. 発表標題 Microscopic triaxial stress state analysis to explain damages around crack tip in CFRP observed with 50 nm-resolution X-CT |
| 3. 学会等名 1st Virtual ESIS TC4 Conference on Fracture of Polymers, Composites and Adhesives (国際学会) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 北條正樹, 宮木孝輔, 大島草太, 松田直樹, 西川雅章 |
| 2. 発表標題 CFRPのモードI層間はく離疲労き裂伝ばの応力比依存性が K_{max} に支配されるメカニズム |
| 3. 学会等名 第20回破壊力学シンポジウム (招待講演) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 福田竜士, 宮木孝輔, 北條正樹, 西川雅章, 松田直樹 |
| 2. 発表標題 CFRPのモードII破壊じん性試験におけるき裂進展開始前のコンプライアンス非線形性の検討 |
| 3. 学会等名 第12回日本複合材料会議 (JCCM-12) |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 瀬領勇司, 大島草太, 宮木孝輔, 木村正雄, 渡邊稔樹, 北條正樹, 西川雅章, 松田直樹 |
| 2. 発表標題 CFRPの微視的構造がき裂先端近傍の三軸応力状態に及ぼす影響 |
| 3. 学会等名 第12回日本複合材料会議 (JCCM-12) |
| 4. 発表年 2021年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

| |
|--|
| 研究室ホームページ https://ams.me.kyoto-u.ac.jp |
|--|

6. 研究組織

| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|-------|--|---|----|
| 研究分担者 | 木村 正雄 (Kimura Masao) (00373746) | 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所・教授 (82118) | |
| 研究分担者 | 西川 雅章 (Nishikawa Masaaki) (60512085) | 京都大学・工学研究科・准教授 (14301) | |
| 研究分担者 | 松田 直樹 (Matsuda Naoki) (90756818) | 福井大学・学術研究院工学系部門・准教授 (13401) | |

6. 研究組織（つづき）

| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|-------------------|--|--|----|
| 研究 分 担 者 | 大島 草太 (Oshima Sota) (90885112) | 東京都立大学・システムデザイン研究科・助教 (22604) | |

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
| | |