

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 6 月 14 日現在

機関番号：32660

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2010～2012

課題番号：22560684

研究課題名（和文）炭素繊維の破壊靱性と微細組織に関する研究

研究課題名（英文）Fracture toughness and Microstructures of Carbon Fibers

研究代表者

向後保雄 (KOGO YASUO)

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（和文）：

本研究では種類の異なる 13 種類の炭素繊維の力学特性評価を目的に行った。炭素繊維の非軸方向弾性率のせん断弾性率に着目し、真空系ねじり振動実験装置を用いて真空雰囲気中でねじり振動実験を行い、せん断弾性率を測定することで実験条件とせん断弾性率の関係、装置の特徴を把握し、今まで測定されていなかった炭素繊維の単繊維について内部構造の指標となる内部摩擦を測定し、その結果から炭素繊維の力学特性と内部構造の関係について検討した。

その結果、PAN 系、ピッチ系炭素繊維 13 種類についてせん断弾性率と内部摩擦の測定を行い PAN 系高弾性タイプ、高強度タイプ、ピッチ系それぞれのタイプについて引張り強さ、弾性率に対するせん断弾性率、内部摩擦への傾向の違いが確認できた。PAN 系高弾性タイプの炭素繊維とピッチ系炭素繊維ではヤング率増加によってせん断弾性率減少の傾向が見られ、加えてピッチ系炭素繊維では引張り強さが上昇するとせん断弾性率が減少する傾向が見られた。また、ピッチ系炭素繊維は PAN 系炭素繊維と比較してせん断弾性率が小さいことがわかった。PAN 系高強度タイプの炭素繊維では引張り強さの増加によって内部摩擦の増加傾向が見られ、PAN 系高弾性タイプの炭素繊維では引張り弾性率増加によって内部摩擦が増加していく傾向が見られた。ピッチ系では引張強さと引張弾性率の増加によって内部摩擦が増加する傾向が得られた。せん断弾性率、内部摩擦への傾向の差はそれぞれの炭素繊維の網平面の配向性といった内部組織の差による影響が大きいと示唆された。

研究成果の概要（英文）：

This study is aiming at evaluation of mechanical properties of various types of carbon fibers. In this experiment, 13 kinds of carbon fibers were evaluated. Shear modulus of carbon fiber (G_{LT}) was measured using torsional vibration testing machine, which was originally manufactured by ourselves. With this set-up, shear modulus and internal friction can be obtained. The internal friction is expected as one of the important indication closely relating to the microstructure of carbon fibers.

With these experiments, totally 13 kinds of PAN based (high modulus type, high strength type) and pitch based carbon fibers were evaluated. Difference in the relations between various mechanical properties and internal friction were clearly observed. In PAN based carbon fibers, shear modulus was decreased with Young's modulus. On the other hand, shear modulus decreased with tensile strength in pitch based carbon fibers. In PAN based carbon fibers, increase in tensile strength resulted in increase in the internal friction. Such relations between mechanical properties and the internal friction were expected to be explained by the difference in the microstructures of the carbon fibers.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
平成 22 年度	1,600,000	480,000	2,080,000
平成 23 年度	1,400,000	420,000	1,820,000
平成 24 年度	500,000	150,000	650,000
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：材料工学、複合材料・物性

キーワード：炭素繊維、弾性率、内部摩擦

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きている。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、その試験法は JIS でも規格化されている。もうひとつの重要な特性としては「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。さらに、近年研究開発されている耐熱複合材料においては、繊維の靱性の重要性はさらに高い。一般に、耐熱複合材料では母材としてセラミックスや炭素などの脆性材料が用いられる。これらの材料では、荷重負荷に伴い母材中に亀裂が発生し、これが進展して破壊に至る。この亀裂の進展過程において、亀裂が早い段階で繊維中に進展すると複合材料は早期に破断し、著しい強度低下につながる。すなわち、繊維の持つ靱性が材料全体の特性を大きく左右する。

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。代表的な方法は、繊維の引張試験後の破断面観察から、破壊起点となる欠陥部の大きさを決定して破壊靱性を求めるものである[1]。しかしながら、この方法では欠陥寸法の測定誤差や欠陥形状の影響によって得られる値に大きなばらつきを生じ、信頼性のあるデータを得るのが困難であるとの指摘がなされている。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た。

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た。FIB 加工により切欠きを導入した炭素繊維の引張試験後の破面には、FIBにより加工された平坦な切欠き加工面が観察され、正確に初期欠陥寸法を決定することが可能である。また、その先端から進展した亀裂も明確に確認できることから、本方法で導入した切欠きが初期欠陥として有効に機能していることが確認できる。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期待される。しかしながら、(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が得られていないという問題があった。これを解決するために行われた研究の結果、切欠き導入の加工方法が確立されたばかりでなく、より安定した破壊靱性試験を行うことが可能となった。

2. 研究の目的

独自に開発した炭素繊維の破壊靱性評価方法を用いて、各種炭素繊維の破壊靱性値を精度良く求め、微細組織との関連を明らかにすることを目的とする。これを実現するため、解析に必要な炭素繊維の異方性弾性率の測定方法の開発を行う。また、各種炭素繊維の破壊靱性試験を実施し、従来得ることができなかった精度の良い破壊靱性値を得る。さらに、それらの微細組織ならびに破面を走査型・透過型電子顕微鏡により観察することで、破壊靱性値と微細組織の関係について検討し、より高靱性を有する炭素繊維を作製するための指針を得る。

3. 研究の方法

各種炭素繊維について独自に開発した試験法による破壊靱性試験を実施する。様々な試験条件で試験を実施することで現象を把握し、より精度の高い測定を目指す。これと平行して、得られた結果を解析するために必要となる異方性弾性率の測定法を検討し、新たな試験法を開発する。ここでは、FIBによる微細加工によって試験片を作製し、ナノインデンテーション装置による微小な荷重負荷、AFMによる微小変形測定による実験を行う。得られた結果を有限要素法により解析を併用することで、異方性弾性率を算出する。

各種炭素繊維の微細組織、破面観察を実施する。これまで経験がないことから、透過型電子顕微鏡による炭素繊維の微細組織観察方法についての検討を行う。得られた観察結果は、実験で求められた破壊靱性値と比較検討し、靱性の大小を支配する材料組織的要因について検討する。

4. 研究成果

破壊靱性値を正確に決定するには、炭素繊維の持つ異方性弾性率の値を用いて計算する必要がある。しかしながら、異方性弾性率の測定方法は確立されたものがなく、試験法自体の開発が必要である。そこで、はねじり振動法による炭素繊維のせん断弾性率の測定方法について検討した。

炭素繊維にプラスチックフィルムから打ち抜いた円盤を接着し、防風用の容器内でねじり振動を与える、極めて簡便な装置を開発し、せん断弾性率の測定を実施した。その結果、高精度に異方性弾性率の一つを決定することが可能になった。また、副次的に測定できた減衰振動曲線から内部摩擦を計算することで、微細組織との対応が検討可能となった。

具体的には、種類の異なる13種類の炭素繊維の力学特性評価を目的に行った。炭素繊維の非軸方向弾性率のせん断弾性率に着目し、真空系ねじり振動実験装置を用いて真空雰囲気中でねじり振動実験を行い、せん断弾性率を測定することで実験条件とせん断弾性率の関係、装置の特徴を把握し、今まで測定されていなかった炭素繊維の単繊維について内部構造の指標となる内部摩擦を測定し、その結果から炭素繊維の力学特性と内部構造の関係について検討した。

その結果、PAN系、ピッチ系炭素繊維13種類についてせん断弾性率と内部摩擦の測定を行いPAN系高弾性タイプ、高強度タイプ、ピッチ系それぞれのタイプについて引張り強さ、弾性率に対するせん断弾性率、内部摩擦への傾向の違いが確認できた。PAN系高弾性タイプの炭素繊維とピッチ系炭素繊維ではヤング率増加によってせん断弾性率減少

の傾向が見られ、加えてピッチ系炭素繊維では引張り強さが上昇するとせん断弾性率が減少する傾向が見られた。また、ピッチ系炭素繊維はPAN系炭素繊維と比較してせん断弾性率が小さいことがわかった。PAN系高強度タイプの炭素繊維では引張り強さの増加によって内部摩擦の増加傾向が見られ、PAN系高弾性タイプの炭素繊維では引張り弾性率増加によって内部摩擦が増加していく傾向が見られた。ピッチ系では引張強さと引張弾性率の増加によって内部摩擦が増加する傾向が得られた。せん断弾性率、内部摩擦への傾向の差はそれぞれの炭素繊維の網平面の配向性といった内部組織の差による影響が大きいと示唆された。

上記で得られるデータを反映できるように、有限要素法による異方性弾性解析手法を検討し、等方性体として扱った場合との際を明らかにすることが可能になった。

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)

[学会発表] (計2件)

① Yasuo Kogo: Rapid fabrication process for C/SiC composites with dispersed SiC slurry infiltration method, 37th International Conference and Expo on Advanced Ceramics and Composites (2013.1.29, Hilton Daytona Beach, Florida, USA)

② Yasuo Kogo: Effect of Constituent Ply Thickness on Nonlinear Mechanical Response in CFRP Angle-Ply Laminates, 8th Asian-Australasian Conference on Composite Materials (2012.11.7, Kuala Lumpur Convention Centre, Kuala Lumpur, Malaysia)

6. 研究組織

(1) 研究代表者 向後保雄 (KOGO YASUO)
東京理科大学・基礎工学部・教授
研究者番号: 60249935