

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 16 日現在

機関番号：32665

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2013

課題番号：24760561

研究課題名(和文)炭素繊維のナノオーダー表面欠陥を考慮した圧縮強度の解明

研究課題名(英文) A study on compressive strength of carbon fiber considering nano-scale surface defect

研究代表者

上田 政人 (MASAHITO, Ueda)

日本大学・理工学部・講師

研究者番号：80434116

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円、(間接経費) 960,000円

研究成果の概要(和文)：1本の炭素繊維を電子顕微鏡で観察しながら圧縮試験を実施して、繊維方向の圧縮特性を測定する方法を開発した。引張強度の異なる2種類の炭素繊維の圧縮強度を測定した結果、引張強度の低い炭素繊維では圧縮強度と引張強度とはほぼ同等であったが、引張強度の高い炭素繊維では、圧縮強度は引張強度よりも大幅に低い値であった。高強度炭素繊維を用いた炭素繊維強化プラスチックにおいてその圧縮強度が引張強度よりも著しく低い原因として、炭素繊維の低い圧縮強度が主原因である可能性を示した。

研究成果の概要(英文)：Longitudinal direct compression testing of a single carbon fiber was performed in a scanning electron microscope, and the longitudinal compressive strength of a carbon fiber was measured. Two types of carbon fiber, i.e. intermediate and high tensile strength carbon fibers, were used for the test. The compressive and tensile strengths of the intermediate tensile strength carbon fiber were almost the same. In contrast, the compressive strength of the high strength carbon fiber was much lower than the tensile strength. The low compressive strength of high tensile strength carbon fiber could be the main cause of low compressive strength of a carbon fiber reinforced plastic made of a high tensile strength carbon fiber.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械材料・材料力学

キーワード：炭素繊維 圧縮強度 複合材料

1. 研究開始当初の背景

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は、金属材料と比べて比剛性や比強度、疲労特性などに優れているため、軽量化を目的として航空機や自動車などの輸送機器用構造材料として使用されている。

CFRP の優れた力学特性とは、一般的には引張変形における力学特性のことである。一方で、高強度炭素繊維を用いた CFRP では、その圧縮強度は引張強度と比較して著しく低いことが報告されている。

CFRP は複合材料であるから、その力学特性を向上させるためには強化材である炭素繊維の力学特性を向上させる必要がある。このためには炭素繊維を直接的に評価して、CFRP の材料開発にフィードバックしなければならない。しかしながら、炭素繊維は直径が 5 ~ 10 μm 程度の細線であるために、引張を除いてその力学特性がほとんど評価されていないのが実情である。炭素繊維の材料開発に伴い引張強度は向上しているが、引張強度の向上に伴って圧縮強度も同様に向上しているかは明らかではない。

これまでにループ試験やリコイル試験など炭素繊維の圧縮強度を間接的に測定した報告例があるが、曲げを伴うなど厳密な評価が難しい問題点を有している。また、炭素繊維を直接的に圧縮して評価する方法についても若干の報告例があるが、圧縮試験中に炭素繊維を観察することが困難であったために試験の妥当性の評価が難しいこと、弾性率の取得が難しいことなどの問題点があった。

以上のことから、炭素繊維の直接的な圧縮試験を観察しながら実施して、その圧縮特性を取得する方法を確立する必要があると考えられる。また、この方法を用いて、炭素繊維の圧縮強度が、引張強度の向上とともに向上しているのかについて検証する必要がある。

2. 研究の目的

走査型電子顕微鏡内で炭素繊維を逐次観察しながら圧縮試験を実施して、その圧縮特性を測定することを目的とする。具体的には、微小荷重 - 微小変位量の試験装置を製作して走査型電子顕微鏡内に設置し、炭素繊維の表面観察を行いながら圧縮試験を実施する。これより炭素繊維の圧縮応力 - 圧縮ひずみ線図を取得して圧縮特性を明らかにする。以上の結果から、炭素繊維の材料開発に伴う引張強度の向上によって、圧縮強度も同様に向上しているのかについて明らかにし、圧縮強度の高い CFRP の材料開発に寄与することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 使用した炭素繊維

評価対象の炭素繊維には航空機などの構造材料として用いられているポリアクリロニトリルが原料の炭素繊維を用いた。本研究

では、引張強度の向上とともに圧縮強度も向上しているかを調査するため、引張強度の異なる 2 種類の炭素繊維を用意して評価した。これらを炭素繊維 A 及び炭素繊維 B と呼ぶことにする。炭素繊維 A の引張強度は 5900 MPa (引張弾性率は 290 GPa) であり、炭素繊維 B は 3500 MPa (引張弾性率は 230 GPa) である (共にメーカーのカタログ値)。すなわち、炭素繊維 A の方が高強度化された炭素繊維である。

(2) 炭素繊維の長さの決定

炭素繊維を繊維方向に圧縮する際、試験中に座屈変形を生じさせないようにするため、繊維の長さを十分に短くしておく必要がある。ここでは、圧縮における弾性率が引張の弾性率と等しいと仮定して、座屈変形を防ぐために必要な炭素繊維の最大長さを理論的に算出した。これより、圧縮試験に供する炭素繊維の長さを 10 μm とした。

(3) 試験片の形状

試験片の形状を図 1 に示す。炭素繊維を保持するためのアルミニウム製の試験片ベースの先端部にエポキシ樹脂を塗布し、この樹脂に X-Y-Z ステージを利用して炭素繊維を押し込んだ状態で保持した。その後、樹脂が硬化するのを待って炭素繊維を固定した。炭素繊維をベースに固定した後、集束イオンビーム装置を用いて炭素繊維が樹脂から 10 μm 程度飛び出したところで切断した。切断後の炭素繊維を走査型電子顕微鏡で観察した写真を図 2 に示す。

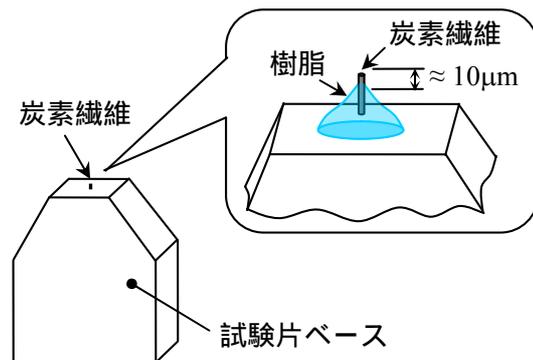


図 1 試験片の形状

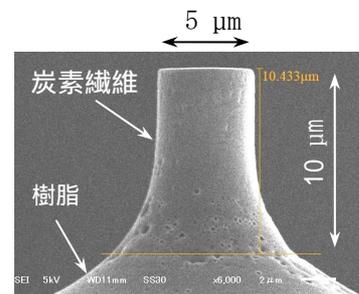


図 2 試験片の先端部

(4) 圧縮試験装置の製作

試験装置全体の概略図を図3に、走査型電子顕微鏡内に設置した圧縮試験装置を図4に示す。

荷重計を搭載した負荷装置（ピエゾ駆動ステージ）とX-Yステージとを共通土台に設置し、微小荷重・微小変位量の圧縮試験装置とした。負荷装置の可動部に荷重計を設置し、荷重計の先端部には円柱上の圧子を取り付けた。圧子先端は十分に平滑に研磨してあり、炭素繊維に荷重を加える際に偏りが生じないようにした。

圧縮試験装置の最大荷重及び最大移動量はそれぞれ200 mN及び200 μmであり、分解能はそれぞれ0.3 mN及び5 nmである。負荷装置はパソコンを介して変位制御しており、荷重計の出力電圧はデジタルオシロスコープを用いて取得し、荷重値に換算した。

(5) 圧縮試験の方法

圧縮試験装置の可動部のみを走査型電子顕微鏡内に設置して、圧縮試験をしながら炭素繊維の表面観察を実施した。炭素繊維への圧縮荷重を少しずつ増大させて、炭素繊維が圧縮破壊するまで試験を実施した。

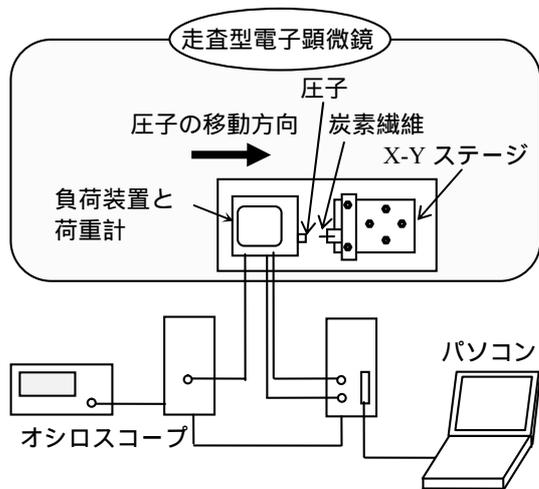


図3 試験装置全体の概略図

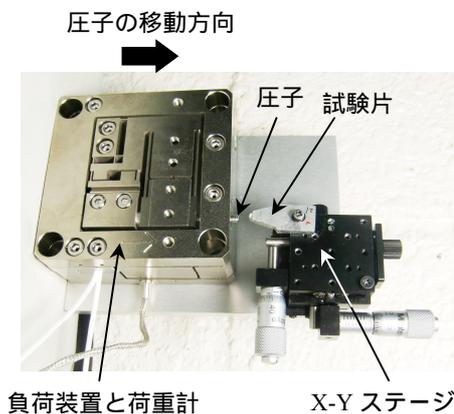


図4 圧縮試験装置

本研究で使用した荷重計では、ばねの変形量を静電容量センサにて測定し、その出力電圧を荷重値に変換する。荷重計は負荷装置と圧子との間に設置してあるため、負荷装置の移動量と圧子の移動量とは異なる。そこで、圧縮荷重に伴う炭素繊維の正確な縮み量を測定するため、圧縮試験中の炭素繊維を電子顕微鏡で撮影して、取得した写真より炭素繊維の縮み量を算出した。従って、本圧縮試験では、圧縮荷重を負荷したら試験を一時中断して電子顕微鏡写真を取得し、その後、荷重を更に増大させるという手順を繰り返している。

炭素繊維の縮み量は、集束イオンビーム装置を用いて炭素繊維の根本につけた目印か、または、樹脂埋めした際に樹脂に生じた小さな凹凸などを目印にして、それらと圧子の接触部（炭素繊維の切断面）との間の縮み量を測定した。

(6) 圧縮強度の評価

炭素繊維は脆性材料であるため、その強度はばらつきを有する。そこで、本研究ではワイブル分布を用いて代表強度と強度のばらつきとを統計的に評価した。

4. 研究成果

(1) 圧縮応力と圧縮ひずみとの関係

電子顕微鏡の内部で炭素繊維Aの圧縮試験を実施して得られた圧縮応力 - 圧縮ひずみ線図の一例を図5に示す。なお、圧縮応力とは、圧縮荷重を繊維の断面積で割った値であり、圧縮ひずみとは、繊維の縮み量を繊維の元の長さで割った値である。

負荷を開始した直後は、圧縮荷重に伴い圧縮ひずみも線形的に増大する傾向を示したが、負荷が大きくなるにつれて圧縮ひずみの増加率は大きくなり、結果として非線形的な挙動を示した。また、破断直前ではほとんど荷重が増大せずに圧縮変形が大きくなる様子が観察された。圧縮破断ひずみは試験片によるばらつきがあったが、おおむね10%以上であり、引張における破断ひずみの約2.0%と比較して著しく大きい値であった。

図5より取得した接線弾性率（任意の圧縮ひずみ量における圧縮応力 - 圧縮ひずみ線図の傾き）を図6に示す。なお、変形量が小

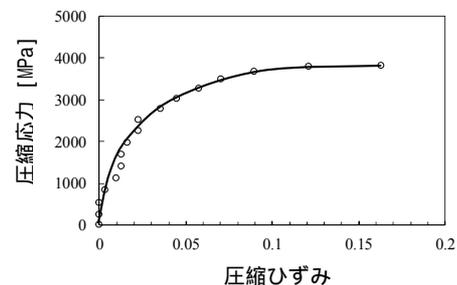


図5 圧縮応力 圧縮ひずみ線図の一例 (炭素繊維A)

さい場合、電子顕微鏡写真の画素数の制限から正確な縮み量の測定が困難であったためにばらつきが大きいため、結果から除外した。これより接線弾性率は圧縮ひずみが大きくなるにつれて減少していく様子が観察された。

このように炭素繊維の圧縮特性は脆性材料としての挙動とは著しく異なっている。この原因については、炭素繊維の独特な内部構造に起因するものと考えられる。

(2) 圧縮強度の評価

20本の炭素繊維Aを用いて圧縮強度を測定した結果を図7に示す。得られた圧縮強度は2500~4000 MPa程度であった。これより、代表強度(スケールパラメータ)を求めると3690 MPaであった。引張強度と比較すると圧縮強度は非常に低い値であった。

また、ばらつきを表す指標(形状パラメータ)は8.0であり、一方、引張強度では6程度である。この数値が大きい方がばらつきが小さいことを示すから、圧縮強度の方が引張強度よりもばらつきが小さいことを示している。しかしながら、引張強度については炭素繊維長さを25 mmとして測定した結果であり、脆性材料の強度のばらつきは繊維長さに強く影響を受けるため、今後検討が必要であると考えられる。

(3) 圧縮試験中の炭素繊維の連続観察

走査型電子顕微鏡による炭素繊維の圧縮試験の連続観察写真を図8に示す。これより

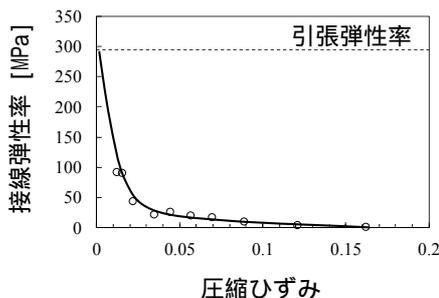


図6 接線弾性率 (炭素繊維A)

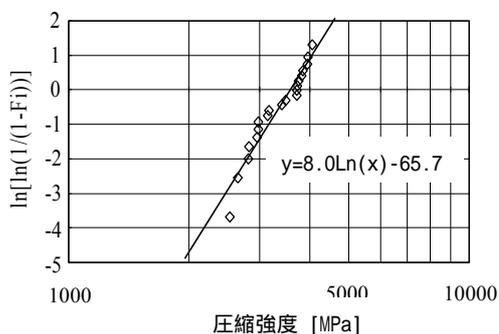


図7 圧縮強度の分布 (炭素繊維A)

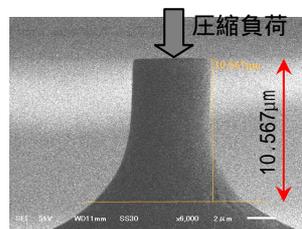
圧縮負荷に伴い炭素繊維が大きく縮んでいる様子が観察できる。圧縮破壊は瞬時に生じたため、き裂の発生や進展挙動などについては観察できていない。また、繊維を固定している樹脂部での割れなどは生じていない。

(4) 圧縮破断面の観察

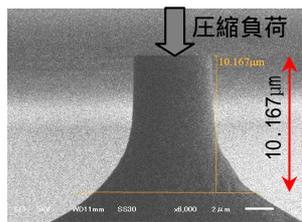
圧縮破壊後に炭素繊維を負荷方向から電子顕微鏡で撮影した写真を図9に示す。炭素繊維を負荷方向から観察すると、表面が凹凸状になっている破面が観察された。引張破壊による平滑な破面とはその様相が異なっている。

(5) 引張強度の異なる炭素繊維の圧縮強度の比較

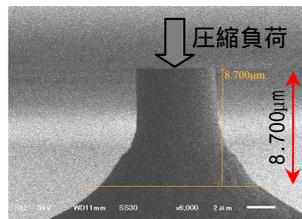
炭素繊維A及びBの圧縮強度を比較した結果を図10に示す。なお、炭素繊維Bについては試験本数が5本と少ないため、ワイブル



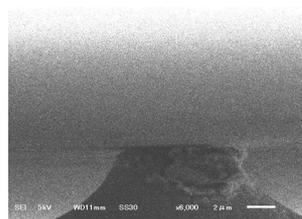
圧縮ひずみ 0 %



圧縮ひずみ 3.8 %



圧縮ひずみ 17.7 %



破壊後

図8 圧縮試験中の炭素繊維の連続観察写真 (炭素繊維A)

分布による代表強度ではなく、5本の試験片による測定結果の平均値とした。

引張強度の高い炭素繊維Aでは、圧縮強度は引張強度と比較して著しく低い。一方で、炭素繊維Bでは、圧縮強度は引張強度とはほぼ同じであった。また、炭素繊維Aと炭素繊維Bとの圧縮強度を比較すると、ほぼ同等である。従って、炭素繊維の引張強度が向上しても、圧縮強度は同様には向上していないことが示された。炭素繊維の引張強度は表面欠陥サイズを小さくすることによって向上するが、圧縮強度を向上させる要因にはなっていないと考えられる。圧縮応力-圧縮ひずみ線図において非線形的な挙動を示した原因と同じく、炭素繊維の低い圧縮強度はその独特な内部構造に起因しているものと考えられる。

以上より、高強度炭素繊維を用いたCFRPにおいてその圧縮強度が引張強度よりも著しく低い原因として、炭素繊維の低い圧縮強度が主原因である可能性を示した。

(6) まとめ

1本の炭素繊維の直接圧縮試験を実施して、その圧縮特性を取得した。圧縮試験を走査型電子顕微鏡内で実施することにより、圧縮破壊に至るまでの炭素繊維の挙動を観察することが可能となった。得られた結果を以下に要約する。

圧縮応力-圧縮ひずみ線図は、始めは線形的であったが、荷重の増加に伴い徐々に非線形的な挙動を示した。接線弾性率は圧縮ひずみの増加とともに急激に減少した。

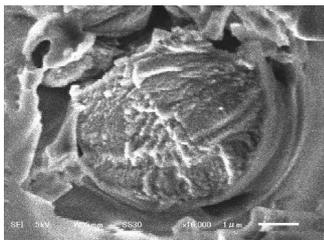


図9 圧縮負荷により生じた炭素繊維の破面

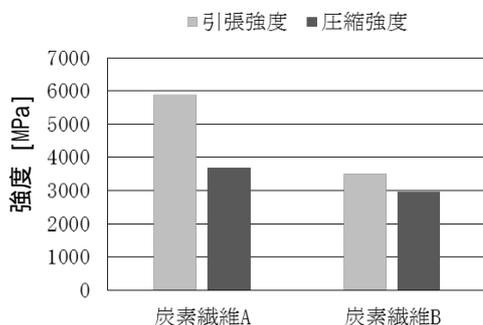


図10 引張強度の異なる炭素繊維の圧縮強度の比較

走査型電子顕微鏡による連続観察写真から炭素繊維の圧縮ひずみを求めた結果、圧縮破断ひずみは引張破断ひずみと比較して著しく大きい値であった。

ワイブル分布を用いて圧縮強度とそのばらつきとを評価した。引張強度の高い炭素繊維では、圧縮強度は引張強度に比べて小さい値であった。

圧縮負荷により生じた破面は不規則な凹凸形状となっており、引張による破面とはその様相が異なる。

引張強度の異なる炭素繊維の圧縮強度を測定した結果、引張強度に依存せず圧縮強度はほぼ同等であった。これより高強度炭素繊維を用いたCFRPにおいて圧縮強度が低い原因として、炭素繊維の低い圧縮強度が主原因である可能性を示した。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 0件)

〔学会発表〕(計 5件)

Masahito Ueda, Wataru Saito, Ryuma Imahori, Direct compression test of a single PAN based carbon fiber in SEM, 1st International Conference on Mechanics of Composites, 2014年6月12日, アメリカ

Masahito Ueda, Wataru Saito, Axial compression test of a PAN based carbon fiber, 1st Joint Turkey-Japan Workshop on Polymeric Composite Materials, 2014年5月13日, トルコ

齋藤 渉, 上田 政人, 直接圧縮試験による炭素繊維の圧縮強度評価, 第5回日本複合材料会議, 2014年3月5日, 京都
齋藤 渉, 上田 政人, 走査型電子顕微鏡内の炭素繊維の直接圧縮試験, 第38回複合材料シンポジウム, 2013年9月24日, 鹿児島

今堀 龍馬, 上田 政人, 炭素繊維単繊維の圧縮特性評価, 日本機械学会関東支部 第19期総会講演会, 2013年3月15日, 東京

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.mech.cst.nihon-u.ac.jp/studies/ueda/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

上田 政人 (UEDA, Masahito)
日本大学・理工学部・専任講師
研究者番号: 80434116