

平成 30 年 6 月 20 日現在

機関番号：54502

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2017

課題番号：25420037

研究課題名(和文) 極低温から高温領域にかけてのFRP材における内部応力評価

研究課題名(英文) Internal Stress Measurement of FRP Materials in Very Low Temperature and High Temperature

研究代表者

西田 真之(Nishida, Masayuki)

神戸市立工業高等専門学校・その他部局等・教授

研究者番号：80332047

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：CFRP材の強化繊維である炭素繊維材と母材のポリアミドの応力状態をX線応力測定法を用いて評価した。炭素繊維や高分子材料に対して透過X線を用いた応力測定法を採用し、低角領域に出現する回折線を用いてsin ψ 法を適用可能とした。この方法から、板状のCFRP材およびパイプ状のCFRP材の強化繊維および母材それぞれの残留応力評価に成功している。さらに、クライオスタットを用いて極低温状態を作り出し、CFRP材の熱応力その場測定に取り組んでいる。しかし、サンプルの冷却に問題が発生している。予想外の現象であり原因究明と対策を検討中である。

研究成果の概要(英文)：Residual stresses in the carbon fiber and the polyamide matrix of CFRP composites were measured by the x-ray stress measurement method. In this study, a transmission method of x-ray diffraction was employed for the residual stress measurement of the sin ψ method. The transmission method enabled to estimate the stress measurement used low angle diffraction peaks. Many stable results were obtained from these new trials. It was succeed to estimate residual stresses in the CFRP pipe and plate by this method. Furthermore, the in-situ residual stresses measurement in the very low temperature is tried using a cryostat system. However, there is a problem in the sample cooling conditions. This is an unexpected phenomenon, and it is under investigation to determine the cause.

研究分野：材料強度

キーワード：X線応力測定 複合材料 CFRP 極低温 その場測定

1. 研究開始当初の背景

通常、X線応力測定は金属材料に適用されFRPの母材となる高分子材料の測定は困難とされてきた。しかし、これまでの申請者の研究から一部の高分子材料においてX線応力測定が可能となり⁽¹⁾、さらに他の高分子材料への適用も進んでいることから、本研究に取り組むこととなった。

2. 研究の目的

繊維強化材料に発生する熱誘起型の残留応力は複合材料の性能評価の上で重要であるが、X線応力測定法をCFRPなどに適用された例はほとんど報告されていない。その理由は、第一に高分子材料においてX線の回折線ピークが低角側に出現するためX線によるひずみ感度が減少すること、第二に低角に出現するピークを用いて従来の反射法で測定するには、測定精度の高い装置が必要であることなどがあげられる。

本研究ではカーボン繊維とポリアミド母材からなるCFRP材の残留応力をX線応力測定法を用いて測定することを目的としている。特に本研究では透過X線回折法を用いた $d\text{-sin}^2\psi$ 法⁽²⁾を適用し応力評価が可能であることを確認する。その後、パイプ状および板形状のCFRP材に対して透過X線回折法を用いて測定を試みる。さらに、本研究ではCFRPをクライオスタット冷却装置を用いて極低温まで冷却し、極低温その場応力測定の可能性を探る。

3. 研究の方法

(1) 透過法を用いたX線応力測定

カーボン繊維および高分子材料はX線の侵入深さが深く透過法を用いたX線応力測定が可能となる。低角に出現する材料の回折線ピークを測定する場合、通常の反射法の並傾法では ψ 角を十分確保できないが、透過法を用いればこの点も解決される。逆に、ピークの出現位置が低角側であるほど ψ 角を広く設定できることになる。また、光学系としては平行スリットもしくはコリメータを用いた平行ビームを使用する必要がある。

本研究においてはカーボン繊維とポリアミドからなるCFRPの応力測定を試みる。両者が複合されたCFRPの測定に先立って、カーボン繊維とポリアミドの単体をそれぞれX線応力測定法で測定する。既知の応力を負荷することでX線的弾性定数もしくはそれに相当するM- σ 線図を予め作成して応力測定を行う。なお、ポリアミドに関してはサンプルの厚さが約55 μm 、カーボン繊維は1本の繊維が約3~4 μm であることから試料表面の法線方向応力 σ_3 を無視できるものとした。ここで、試料表面の法線方向応力 σ_3 をゼロと仮定できる場合は反射回折法を用いた $\text{sin}^2\psi$ 法と同じ基礎式(1)を用いることができる⁽³⁾。

$$\varepsilon_{\psi} = \frac{1+\nu}{E} \sigma_1 \sin^2 \psi - \frac{\nu}{E} (\sigma_1 + \sigma_2). \quad (1)$$

ここで、本研究では低角領域を測定することから、測定誤差の低減のためひずみを格子面間隔 d から算出する $d\text{-sin}^2\psi$ 法を採用した。

本研究ではCFRPの透過測定を行うため、波長の短いMoK α 特性X線を用いている。Table 1にX線の応力測定条件を、Fig.1に炭素に対するX線の透過厚さを示す。Fig.1においてCrK α 、CuK α およびMoK α を比較している。この結果より、MoK α の場合は約2cmの厚さまで炭素を透過できることがわかる。

Table 1 Conditions of X-ray stress measurement.

Characteristic X-ray	MoK α
X-ray optics	Parallel beam
Tube voltage	40 kV
Tube current	20 mA
$\text{sin}^2 \psi$	0.5~1.0, 0.1 step
hkl plane	Unkown
Diffraction angle	$2\theta = 20.03^\circ$
Fixed time	20 sec.
Filter	Zirconium
Irradiated area	2 mm \times 10 mm

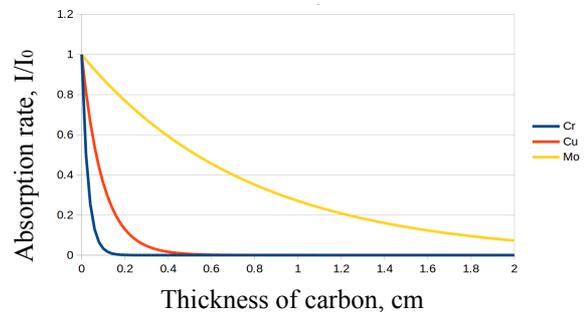


Fig.1 X-ray transmission thicknesses for carbon.

(2) 極低温その場測定装置

本研究では、測定対象を極低温に冷却するためにクライオポンプの冷却機構を利用して極低温冷却装置を製作した。製作した極低温その場冷却測定装置の外観をFig.2に示す。この冷却装置に搭載されている冷凍機は2段式であり、1段目は冷凍能力が大きく80K以下に冷却ができ、2段目は冷凍能力は低いが20Kに冷却することができる。サンプルはFig.3に示すようにクーリングヘッドに取り付けた2本の黄銅製支柱に取り付ける。分銅を吊り下げてX線応力測定定数の測定ができるように設計している。サンプルは接している黄銅製支柱から熱伝導により冷却される。詳細は本報告書の末尾で説明するが、極低温の場合は物質の熱伝導率が極端に小さくなり熱を伝えなくなる、このため冷却

支柱からヘリウムガスを供給して冷却を補助する必要がある。冷凍機にはコンプレッサーから冷媒として圧縮 He ガスを供給し冷凍機の膨張室で膨張させることで断熱サイクルを繰り返し温度を下げる。

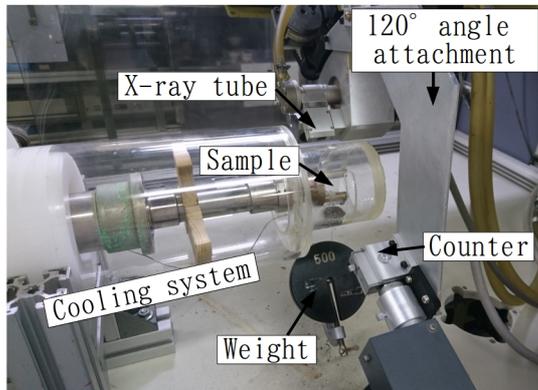


Fig.2 In-situ measurement system with cryogenic system.

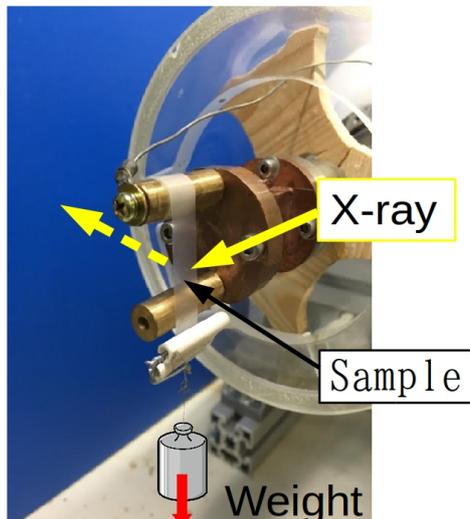


Fig.3 Cooling head and sample setting.

本来この装置はクライオポンプであることから、真空ポンプとしての機能も残っており、冷却過程での1次ポンプはロータリーポンプで十分である。また、極低温域に到達すると真空度が極めて高くなることから断熱性能が向上し、アクリルチャンバー上に結露が発生することもない。

Table1. Conditions of X-ray stress measurement.

Characteristics X-ray	CrK α
X-ray current	30kV, 6mA
2 θ angle	24°~40°, 0.4° step
sin ² ψ	0.55, 0.6~1.0, 0.1 step
F.T.	7 sec
Filter	Vanadium
Irradiation Area	2×5 mm

測定にはX線応力測定専用装置リガク社製 MSF-2M を使用し、透過法測定を行うために測定範囲を 120°シフトさせるアタッチメントを作成し利用している。Table 1 に X 線による応力測定条件を示す。

4. 研究成果

(1) ポリアミド母材の X 線応力測定

Fig.4 に室温におけるポリアミドの測定結果を d -sin² ψ 線図で示す。5 段階の荷重を負荷し d -sin² ψ 法で測定した。また、負荷荷重ゼロの場合、サンプルにたわみが発生して正確な測定が困難であったため、結果からは外している。Fig.5 はサンプルを冷却して測定した d -sin² ψ 線図である。

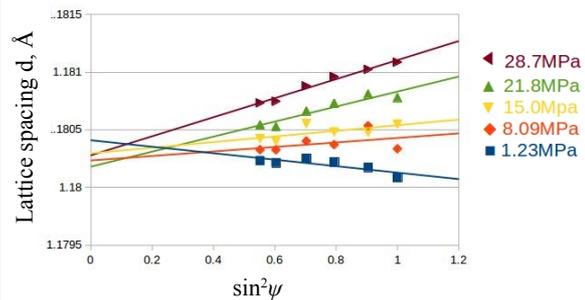


Fig.4 d -sin² ψ diagram in room temperature.

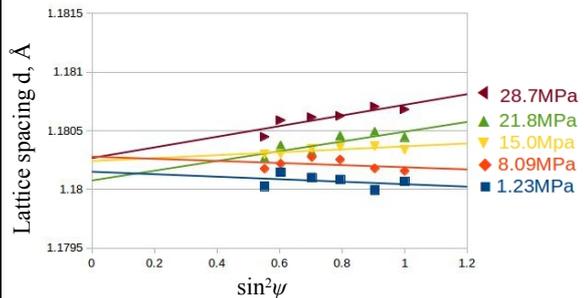


Fig.5 d -sin² ψ diagram in low temperature condition.

これら結果より、各負荷応力に対して d -sin² ψ 線図の直線性は良好であり、精度の高い測定が可能となっていることがわかる。また、負荷応力の増加と共に直線傾きが増加していることも確認できる。さらに、室温と同様に極低温での測定が可能であり、その精度も十分高いことが確認できる。低温での傾向としては、荷重に対する d -sin² ψ 線図の傾きがやや小さくなっており、冷却によって弾性係数が変化したことが予想される。

(2) 炭素繊維の X 線応力測定

測定に用いた炭素繊維は(株)東レの T300-3000 である。Fig.6 に示すように炭素繊維の両端に圧着端子を取り付け、エポキシ系接着剤で固定することにより引張試験機のチャック部での滑りを低減させた。炭素繊維 3000 本

の束を5本使用し、それをひとつにまとめて炭素繊維 15000 本の試料を用意した。この炭素繊維サンプルを小型の引張試験機に取り付け、引張の負荷を与えて $d\text{-sin}^2\psi$ 法で測定した。



Fig.6 Photograph of carbon fiber sample with chucking terminal.

Fig.7にMoK α で測定した炭素繊維の回折線プロファイルを示す。 $2\theta=20^\circ$ 付近に出現するピークをX線応力測定に使用した。このピークは複数の回折線が重なったピークであり、分離が困難であることから、このピークを1つのピークとして扱い、負荷応力によるピークシフトを測定した。

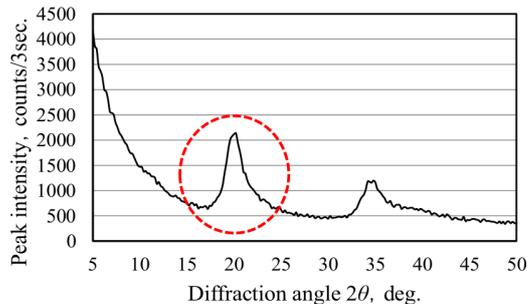


Fig.7 Diffraction profile of carbon fiber.

Fig.8に炭素繊維の測定結果を $d\text{-sin}^2\psi$ 線図で示す。炭素繊維の $d\text{-sin}^2\psi$ 線図は無応力状態でも傾きを有している。これは測定に使用したピークが多重ピークであるためと考えられるが、今後詳細な調査が必要である。測定結果は、負荷荷重と共に $d\text{-sin}^2\psi$ 線図の傾きが変化しているが、その変化量は非常に小さい。いくつかの測定条件で測定を試み、最終的にM- σ 線図を得ることができた。その結果は後述のCFRPの測定で説明する。

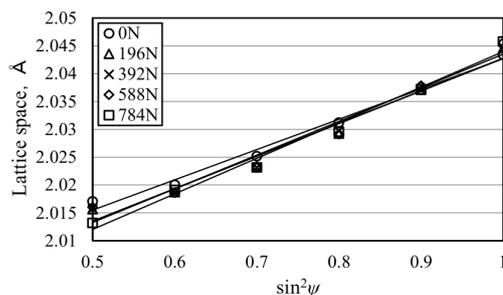


Fig.8 $d\text{-sin}^2\psi$ diagram of carbon fiber.

(3) 測定結果の一例, CFRP パイプの X 線応力測定

本研究では炭素繊維とポリアミド繊維から成る CFRP パイプ材の極低温 X 線応力測定を試みた。測定の一例としてパイプ状に形成した CFRP パイプの測定結果を示す。サンプルはカーボン繊維とポリアミド繊維を編みこんだ材料をヒートプレスで所定の形状に融解凝固加工する。パイプの太さは金型の直径で決まり、その際に繊維の交差角度も決まる。本研究で測定する CFRP パイプは外形 20mm 厚さ 1mm の形状となり、カーボン繊維の交差角度は約 60° である。Fig.9 に CFRP パイプの外観を示す。

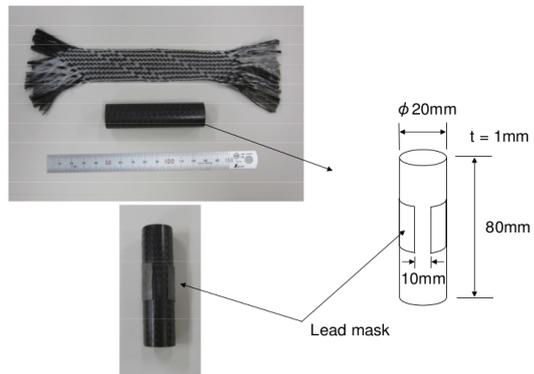


Fig.9 Photograph of CFRP pipe and sample dimensions.

Fig.10にCFRPパイプのX線応力測定の様子を示す。測定には Ω ディフракトメータ法（並傾法）を採用し、 $\theta-2\theta$ 回転軸上に測定するパイプ面をセットし、透過法で回折線プロファイルを測定した。また、パイプ側面からの回折線の影響を防ぐために鉛板をパイプ側面に貼り付け、X線の照射領域を制限した。サンプルのセッティングおよび測定は極めて簡単で、最低限のゴニオメータシステムで測定は十分可能である。



Fig.10 Photograph of x-ray stress measurement. CFRP pipe sample sets on the Ω -diffractometer system.

(4) CFRPパイプの測定結果と考察

Fig.11 にいくつかの材料で測定した X 線回折プロファイルを示す。測定した材料は単体のカーボン繊維、CFRP のプレート材料、CFRP パイプおよび単体のポリアミドシートである。測定に際してはカーボン繊維への X 線入射角度が $\psi = 90^\circ$ となるように設定している。仮に $\psi = 0^\circ$ となるセッティングの場合はカーボン繊維からの 100 回折線がポリアミドの回折線に重なり測定が不可能となる。

この結果より、CFRP におけるカーボン繊維とポリアミド母材からの回折線は異なった 2θ 角度に出現し、それぞれの応力測定が可能であることが確認できる。なお、パイプ形状の CFRP の場合は透過した X 線がパイプの反対側の面でも回折し、2つのピークが重なった状態が観測される。

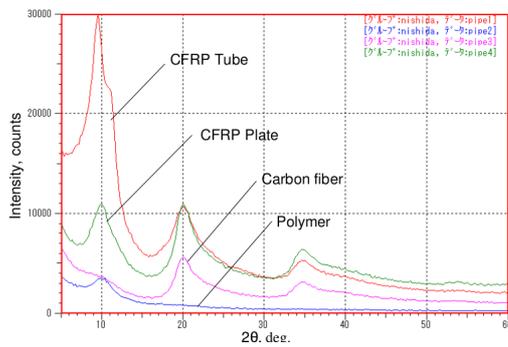


Fig.11 X-ray diffraction profile of several materials.

測定結果の一例として、CFRP パイプのカーボン繊維を測定した $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図の結果を Fig.12 に示す。この結果より、ほぼ良好な直線性が得られ、透過法を用いた CFRP パイプの応力測定が可能であることが確認された。

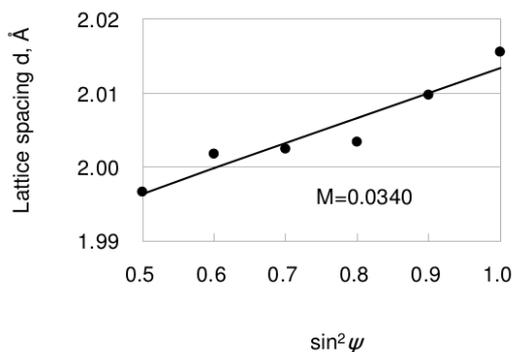


Fig.11 $d\text{-}\sin^2\psi$ diagram of carbon fiber in CFRP pipe.

Fig.12 に予め測定したカーボンファイバーの $M\text{-}\sigma$ 線図と今回測定したカーボン繊維の応力値を示す。この $M\text{-}\sigma$ 線図の測定は引張負荷のみで行ったことから、圧縮部分は外挿して値を算出することになる。この結果より、CFRP パイプ内部のカーボン繊維には -148MPa の圧縮残留応力が測定された。この圧縮残留応力は CFRP パイプの製造過程で生

じた熱誘起型の残留応力であると考えられる。母材のポリアミドにはカーボン繊維の応力と釣合う引張の残留応力が発生していると考えられる。

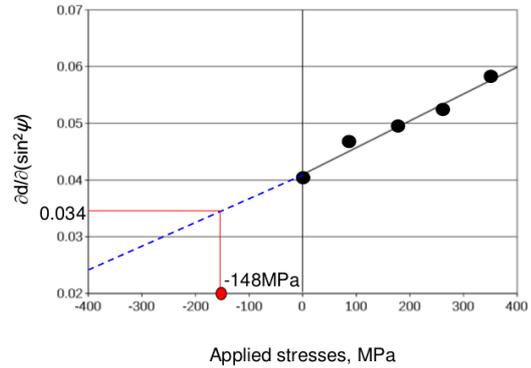


Fig.12 $M\text{-}\sigma$ diagram and residual stress calculation of carbon fiber in CFRP pipe.

(5) 極低温冷却の問題点

現在、極低温状態にサンプルを冷却した状態でその場応力測定を試みているが、サンプルの冷却に問題が発生している。

約 -100°C までサンプルを冷却することは可能であるが、それ以下の温度ではサンプルが冷却されず、逆にサンプル温度が上昇する現象が発生している。予想外の現象であり、その原因調査と対策を現在検討中で研究が止まった状態である。おそらく、極低温下における高分子材料の熱伝導率が低下することから、熱がサンプルから逃げられなくなっていると推測している。解決方法としてはサンプルを He ガス雰囲気中で冷却し、He ガスからの熱伝導でサンプルを冷却する予定である。平成 30 年の後半にはこの問題を解決し、データを発表したいと考えている。

<引用文献>

- (1)西田 真之, 北村 仁, 英 崇夫, M&M2010 材料力学カンファレンスプログラム, pp.341-342, 2010.10.9-11.
- (2)北村 仁, 西田真之, 松英達也, 英 崇夫, 第 44 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, 2010.7.8-9, 京都, pp.17-22.
- (3)X 線応力測定法標準(2002 年版) = 鉄鋼編 =, 社団法人日本材料学会, Standard for X-Ray Stress Measurement (2002)= Iron and Steel =(JSMS-SD-5-02).

5. 主な発表論文等

- [雑誌論文] (計 7 件)
- ① TAISEI Doi, MASAYUKI Nishida and JUNICHI Ozaki
Advanced Materials Research Vol 1110 (2015) pp 100-103.
doi:10.4028/www.scientific.net/AMR.1110.100
査読あり
 - ② Masayuki Nishida, Tian Jing, M. Refai

Muslih, Taisei Doi, Tatsuya Matsue, Takao Hanabusa

Modern Physics Letters B, Vol. 29, Nos. 6 & 7 (2015), pp.1540037-1-5 (5 pages).

DOI: 10.1142/S0217984915400370

査読あり

③ MASAYUKI Nishida, MASASHI Haneoka, TATSUYA Matsue, TIAN Jing and TAKAO Hanabusa Thermal, Materials Science Forum Vols. 768-769 (2014) pp. 335-342

doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.768-769.335

査読あり

ほか4件

〔学会発表〕 (計 36 件)

① Masayuki Nishida, Tatsuya Matsue and Takao Hanabusa

APCFS2016, JSME-MMD, September 19-21, 2016, Toyama, Japan, pp.39-40

② Keigo Imamoto, Masayuki Nishida

APCFS2016, JSME-MMD, September 19-21, 2016, Toyama, Japan, pp.41-42

③ Dai Hashimoto, Yuya Uesaki, Masayuki Nishida

10 th Asian-Australasian Conference on Composite Materials (ACCM10), October 16 Sun – 19 Wed, 2016, BUSAN in KOREA, pp.2-43.

④ Taisei Doi, Masayuki Nishida and Junichi Ozaki

20th International Conference on Composite Materials, Copenhagen, 19-24 th July 2015.

⑤ M. Nishida, M. Refai Muslih, T. Doi, T. Matsue, T. Hanabusa

APCFS/SIF-2014, the Asian-Pacific Conference on Fracture and Strength 2014 (APCFS-2014) and the International Conference on Structural Integrity and Failure (SIF-2014), December 9-12, 2014, Sydney, Australia, pp.346-350

ほか国際会議9件, 国内会議22件

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕 (計 0 件)

6. 研究組織

(1)研究代表者

西田真之 (Masayuki Nishida)

神戸市立工業高等専門学校, 機械工学科, 教授

研究者番号: 80332047