

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 10 月 17 日現在

機関番号：33919

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26630014

研究課題名(和文)放射光マイクロイメージングと応力の同時計測による短繊維強化樹脂材料の疲労損傷評価

研究課題名(英文)Evaluation of fatigue damage of short-fiber reinforced plastics based on simultaneous stress measurement and microimaging by synchrotron radiation

研究代表者

田中 啓介(TANAKA, KEISUKE)

名城大学・理工学部・教授

研究者番号：80026244

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：X線測定した母相応力から応力分配係数を用いてマクロ応力を評価することが可能となった。応力分配係数は実験的および理論的に求まる。残留応力測定では、測定応力から熱膨張係数に起因するマイクロ応力の分離が必要である。疲労き裂進展挙動を支配する破壊力学パラメータとしては、異方性を考慮したき裂先端開口変位が有力である。X線回折におけるひずみスキャンニング法で、繊維配向と応力の同時評価をもとに、破壊力学を用いてき裂進展挙動の予測が可能となる。

研究成果の概要(英文)：Macro stresses are evaluated from the measurement of matrix stress by X-rays using the stress-partitioning coefficient which can be determined experimentally or theoretically. In the measurement of residual macro stresses, the micro stress due to mismatch of thermal expansion coefficient need to be subtracted from the measured value. A fracture mechanics parameter controlling the fatigue crack propagation behavior is the crack-tip opening range evaluated based on anisotropic elasticity. Prediction of fatigue crack becomes possible based on simultaneous measurement of stress and fiber orientation, combined with fracture mechanics approach.

研究分野：材料強度学、疲労

キーワード：機械材料・材料力学 疲労 短繊維強化樹脂 応力評価 放射光イメージング X線 き裂 破壊力学

1. 研究開始当初の背景

近年、地球環境保全のために自動車・航空機をはじめとする輸送機器の燃費向上のための軽量化は緊急の課題であり、この目的のための切り札の材料として繊維強化樹脂材料の実用化が進んでいる。特に自動車など陸上輸送機器では製造コストの点から射出成形が可能な短繊維強化プラスチック SFRP (Short-Fiber Reinforced Plastics) が注目されており、疲労強度部品への適用時の安全性の確保のための疲労損傷評価技術の確立が急務となっている。SFRP は異方性が非常に強く、疲労損傷およびき裂進展挙動の評価のためには、部品の危険部における応力とともに繊維配向性、き裂損傷評価を同時に行うことが必要である。申請者らは、SFRP に対して新しい X 線応力測定法として、繊維配向を考慮して母相の X 線測定応力からマクロ応力を評価することを提案し、実験室 X 線を用いて表面層の 2 次元応力測定を可能にした。本研究では、この手法を、高エネルギー放射光を利用して SFRP 部品内部の応力測定法に発展させる。さらに、放射光 X 線計測とのハイブリッド化を行い、応力評価とともに繊維配向、き裂損傷の同時計測を可能することから、SFRP 部品の疲労損傷特にき裂進展を予測する手法を開発することに挑戦する。

2. 研究の目的

(1) SFRP 中のマクロ残留応力・負荷応力を母相の結晶質樹脂の X 線測定応力のみから評価する独自手法を発展させ、高輝度・高平行性・高透過度を有する放射光 X 線マイクロビームを光源として使用し、SFRP の内部に存在する 3 軸応力状態を評価するシステムを構築する。

(2) 繰返し疲労荷重を受ける SFRP の疲労き裂進展挙動に及ぼす繊維配向、応力比の影響を検討し、き裂進展の支配力学パラメータを破壊力学的に明らかにする。

(3) 放射光 X 線を利用し、SFRP の内部の危険部局所における繊維配向、き裂形状および応力の同時に計測することを可能にすることから、破壊力学を用いて疲労き裂の進展挙動の予測する手法を開発する。

3. 研究の方法

(1) 実験室 X 線および放射光高エネルギー X 線を用いて短繊維強化プラスチック (SFRP) の内部における局所の応力測定が可能なシステムを構築する。この基礎として、母相の測定応力からマクロ応力を求めるための応力分配係数を、繊維長・配向分布を基にして評価する実験的および理論的手法を確立する。実験に使用した SFRP は、母材が結晶質の熱可塑性樹脂であるポリフェニレンサルファイト PPS (polyphenylene sulfide) で、これに 30mass% の炭素繊維で強化した、体積分率は 0.22 である。

(2) SFRP における疲労き裂進展挙動に及ぼ

す繊維配向、負荷応力比、環境温度が及ぼす影響を破壊力学を基に検討し、き裂進展の支配力学パラメータを抽出する。

(3) SFRP の応力評価と X 線による繊維配向・き裂の形状計測と組み合わせ、疲労き裂の評価に適用することを通して、SFRP の表面き裂・内部き裂の微小き裂の進展挙動の予測を可能にする。

4. 研究成果

(1) SFRP のような多相材料において、マクロ応力を X 線法で求めるためには、まず各構成相中の平均の応力つまり相応力を求め、それから複合則を用いてマクロ応力が決定される。しかし、SFRP においては、母材の相応力を X 線法で測定することは可能であるが、ガラス繊維は非晶質であり、また炭素繊維は配向性が非常に強く、X 線法で繊維の相応力を決定することは極めて困難である。そこで、本研究では、母材の相応力の X 線測定値のみから、SFRP のマクロ応力を評価する新しい手法を提案する。

SFRP 中の繊維をだ円体介在物で近似し、Eshelby の介在物理論を用いて、Mori-Tanaka 理論にしたがって、母相および繊維相の平均応力を負荷したマクロ応力の関数として求めることが可能である。マイクロメカニクス解析の結果、マクロ応力が 2 軸状態で、繊維方向応力 σ_1^A 、それに垂直な応力 σ_2^A 、せん断応力 τ_{12}^A が作用するときの、母材の繊維方向の応力 σ_1^m 、垂直方向の応力 σ_2^m 、せん断応力 τ_{12}^m は次式で与えられる。

$$\sigma_1^m = \alpha_{11}\sigma_1^A + \alpha_{12}\tau_{12}^A \quad (1)$$

$$\sigma_2^m = \alpha_{21}\sigma_1^A + \alpha_{22}\sigma_2^A \quad (2)$$

$$\tau_{12}^m = \alpha_{55}\tau_{12}^A \quad (3)$$

ここで、上式の係数 α_{ij} はマクロ応力に対して、母材が受けもつ応力の分配率を表すので、ここでは応力分配係数 (stress-partitioning coefficient) と称する。まず、この係数を実験的に決定し、ついで逆にこの係数を用いて、母材応力の測定からマクロ応力を決定する。

実際の残留応力測定では、繊維方向とそれに垂直方向の 2 方向の母材応力の X 線測定すると、次式で決定できる。

$$\sigma_1^A = \frac{\alpha_{22}\sigma_1^m - \alpha_{12}\sigma_2^m}{\alpha_{11}\alpha_{22} - \alpha_{12}\alpha_{21}} \quad (4)$$

$$\sigma_2^A = \frac{\alpha_{11}\sigma_2^m - \alpha_{21}\sigma_1^m}{\alpha_{11}\alpha_{22} - \alpha_{12}\alpha_{21}} \quad (5)$$

また、せん断応力成分 τ_{12}^A は、 $\pm 45^\circ$ 方向に測定した母相応力 σ_{+45}^m 、 σ_{-45}^m の測定から決定する。

$$\tau_{12}^A = \left(\sigma_{+45}^m - \sigma_{-45}^m \right) / 2\alpha_{55} \quad (6)$$

実験に使用した試験片は、一方向から射出成型した厚さ 1mm の平板から機械加工した。射出成形平板 (IMP) は繊維配向に関して、3 層積層構造になっており、表面スキン層は MD 方向に繊維が配向しており、中央にそれに垂直方向配向した中心コア層がある。そこ

で、スキン層のみを取り出すために、平板を片面から研削除去して厚さ 0.4 mm のスキン層のみの平板試験片 (SLP) を製作した。この平板から長さ 55 mm、幅 10 mm の短冊試験片を、長手方向 (負荷応力軸方向) が射出方向に対して、それぞれ 0°、45°、90° になるように切り出した。なお、0° 方向を MD、90° 方向を TD と称する。PPS 母材単体の試験片は、同様に一方から射出成型した厚さ 1mm の平板から、MD 方向に上記と同寸法の試験片を機械加工した。なお、SFRP 試験片を 800°C で 1h 加熱し、樹脂を燃焼させ繊維のみを取り出して、繊維長および直径を測定した。300 本の繊維の平均長さは 191 μ m で、平均直径は 6.13 μ m であった。

X 線による応力測定的光学系は、反射法・側傾法と、透過法・並傾法の 2 方法がある。応力決定はいずれも $\sin^2\psi$ 法である。

図 1 に負荷応力下での母相応力の測定方向を示す。図 2 が TD の反射法・側傾法による結果である。母相応力は負荷応力に対して比例的に上昇しており、この直線の傾きが応力分配係数である。

反射法・側傾法の光学系での X 線侵入深さ

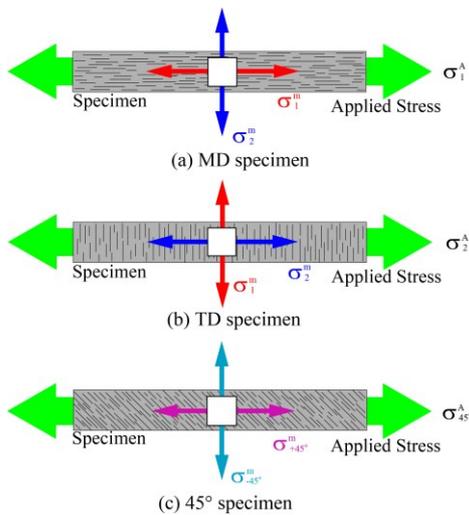


図 1 負荷応力下での 2 方向の X 線応力測定。

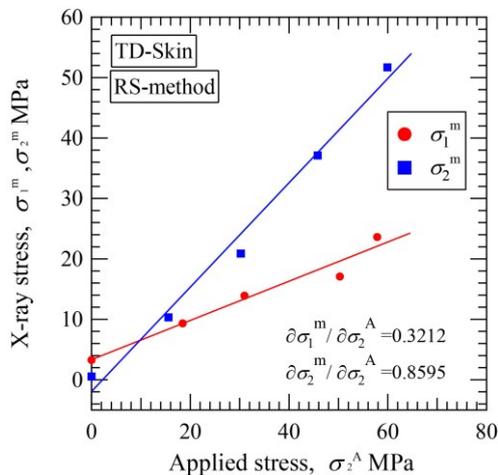


図 2 X 線測定応力と負荷応力の関係 TD 試験片

はせいぜい 12 μ m 程度であり、表面応力の測定に限られていた。射出成形した SFRP の部品では成形中のモールドの流れが会うウエルドと称される位置に象徴されるように部材の内部が破壊の起点となる場合も多く、部材内部の応力評価に対する要求も高い。このためには、透過 X 線を用いた SFRP の応力測定法の開発が必要である。図 3 に透過法・並傾法での配置を示す。透過法で回折面法線方向のひずみを測定するが、試料面法線に対するひずみ方向の傾き角 ψ として 45°~90° の間で、 $\sin^2\psi$ の値が 0.5 から 1 まで 0.1 刻みとなるように変化させ 6 点測定した。

反射法・側傾法と透過法・並傾法とで求めた応力分配係数を表 1 にまとめる。表中の Cr-K α 線は反射法・側傾法の結果である。透過法と反射法の実験値を比較すると、 α_{11} 、 α_{22} 、 α_{55} はかなり近い値である。また α_{21} は両者とも零に近い。一方、 α_{12} は透過法の方が小さい。これらの実験値をマイクロメカニクスによる予測値と比較する。

短繊維が一方に完全に配向しているとき Eshelby の介在物理論と Mori-Tanaka の平均場理論を基に、負荷応力を加えたときの応力分配係数を求めることが可能である。応力分配係数の予測値を表 1 の右欄に示す。繊維方向に垂直負荷した場合には、 α_{22} は反射法ではやや小さいが、透過法の値は予測値に近い。実際には、繊維配向は完全には一方に揃っていない。このことを考慮には、繊維配向の方位テンソルを用いた手法が有力である。

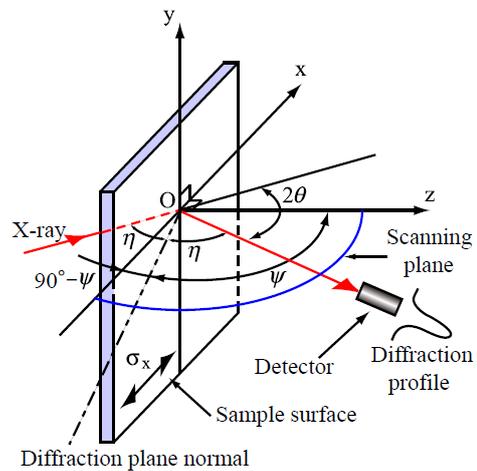


図 3 透過法・並傾法による応力測定。

表 1 反射法・側傾法と透過法・並傾法による応力分配係数。

Stress-partitioning coefficients of matrix	SPring-8 BL02B1 (12.4keV)	Lab. Cr-K α (5.41keV)	Prediction
α_{11}	0.251	0.204	0.113
α_{12}	0.153	0.321	0.324
α_{21}	-0.017	0.011	0.002
α_{22}	0.966	0.86	0.952
α_{55}	0.727	0.607*	0.844

* Data obtained at KEK PF BL-4C ($E = 5.41\text{keV}$)

以上より、透過法によっても CFRP 中の内部の母相 PPS の X 線応力測定は可能である。このことは CFRP の疲労や破壊強度を評価する点でも重要である。多くの場合に CFRP の破壊は樹脂母相で生じ、疲労き裂も樹脂相を通る。このとき、樹脂母相に実際に作用する応力を実験的に測定することは破壊の解析に重要な知見となるものと予想される。また、繊維と母相界面での剥離が生じる場合には応力分配係数に反映できるものと考えられ、剥離の評価への利用が期待できる。一方、母相応力測定からマクロ残留応力を高精度に評価するためには、母相に存在する CTE の差に起因するマイクロ残留応力の測定値への寄与を見積もる必要がある。反射法では表面近傍の数 $10\mu\text{m}$ 程度の応力を測定するため、この寄与は無視できるのに対して、透過法では内部の応力を測定するため、マイクロ残留応力の見積が不可欠である。

放射光を用いると 20keV のエネルギーで 5mm 程度の FRP を透過することは可能である。実際に金属インサートを有する FRP 平板に対して透過法によるひずみスキャンニング測定を行った。この場合にも、繊維配向に依存した CTE 差に起因するひずみあるいは応力が測定された。透過法においてはこの評価法の重要性が認識された。

(2) 疲労き裂進展に及ぼす繊維配向の影響を MD, TD について検討したが、き裂進展方向は両者ともともにマクロ的には荷重軸に垂直方向に、モード I の進展した。片側き裂材の応力拡大係数およびエネルギー解放率を異方性弾性有限要素法の MCCI 法で求めた。

図 4 に IMP, SLP および PPS のき裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係を示す。PPS が最も高速で、TD, MD の順に遅くなる。つまり、母材単体よりも繊維を含有した方が抵抗が大きくなり、き裂に垂直方向に繊維を含有した方が抵抗がさらに大きくなる。ここで、IMP と SLP を比較すると、MD ではあまり変わらないが、TD では、IMP の方が進展抵抗が大きい。これは、TD の IMP においてコア層では繊維はき裂に垂直方向となっている効果と考えられる。き裂進展速度と ΔK の関係を次のべき乗則で近似が可能である。

き裂進展速度 da/dN とエネルギー解放率 ΔG の関係を図 5 に示す。図において da/dN と ΔK の関係より各材料のデータは近づくが、依然として材料依存性は残り、PPS, TD, MD の順にき裂進展抵抗は大きくなっていく。

異方性を考慮した場合の弾性き裂に対する裂先端開口曲率半径の変動幅のパラメータとして $H\Delta G$ と da/dN の関係を図 6 に示す。ここで、 H は弾性異方性に依存した係数であ

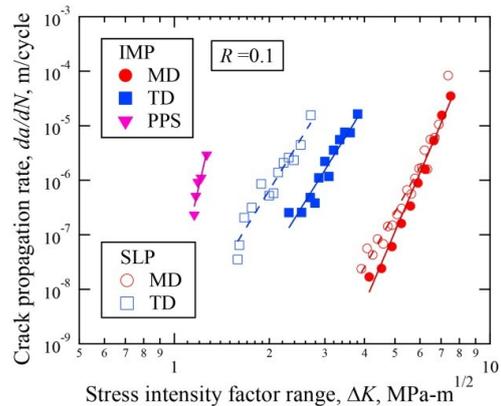


図 4 き裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係

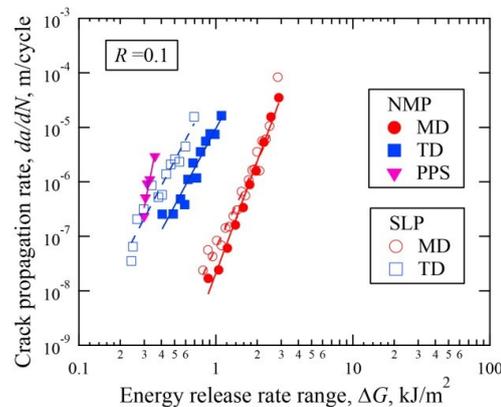


図 5 き裂進展速度とエネルギー解放率の関係

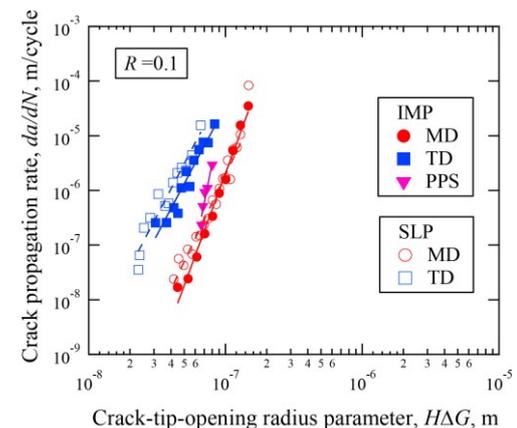


図 6 き裂進展速度とき裂先端開口変位パラメータの関係

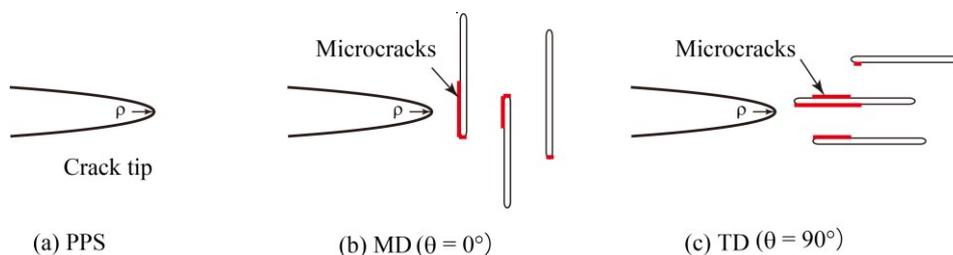


図 7 同一き裂先端開口変位での PPS、MD、TD におけるき裂先端領域

る。き裂進展速度と HAG の関係は材料に寄らずほぼ一致しており、 HAG がより本質的であると考えられる。しかしながら、厳密に見ると同一の HAG では、 da/dN は SLP の TD が最も速く、PPS よりも速い。IMP の TD ではコア層のためにやや遅くなる。MD が最も遅く、IMP と SLP の差は小さい。

モード I のき裂進展に対しては、 HAG がき裂先端の開口曲率半径なる局所変形に対応するパラメータで、き裂進展力を表し、き裂先端近傍の繊維の配向が材料の抵抗を決めると考えられる。図 7 には同一開口変位での PPS, TD, MD のき裂先端状態を模式的に示す。TD におけるき裂進展方向に平行な繊維はき裂進展に優先的な経路を提供するが、MD における垂直な繊維はき裂進展を阻止すると考えられる。このため、同一の HAG では、TD, PPS, MD の順にき裂進展速度が遅くなると理解される。

繊維配向角が 0° 、 90° 以外の場合には、き裂進展方向は負荷応力に対して傾きモード I と II の混合となる。この場合のき裂進展方向および進展を支配するパラメータを明らかにした。また、き裂進展挙動に及ぼす射出成形平板の板厚、応力比、試験環境温度の影響についてき裂進展挙動を支配するパラメータについて検討した。

(3) 高エネルギー放射光 30keV を使用して、FRP などの内部の繊維配向を非破壊で評価する手法を検討した。通常のコントラストによる測定は、炭素繊維では吸収係数の差が小さいため困難であったが、ガラス繊維の場合には可能であった。一方、炭素繊維は六方晶の単結晶であり、繊維軸に垂直な方向に c 軸が向いている。このため、炭素の 002 回折 X 線強度の分布を測定することから炭素繊維の配向性を評価できる可能性がある。

SPring-8 の BL22XU において 30keV の単色 X 線を用いて図 8 に示すように 4mm 厚さの射

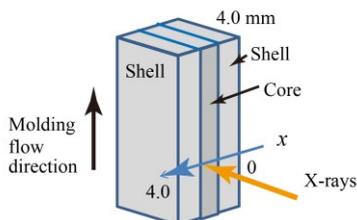
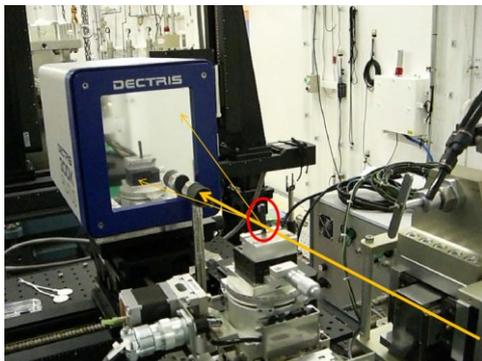


図 8 FRP の回折強度の分布測定

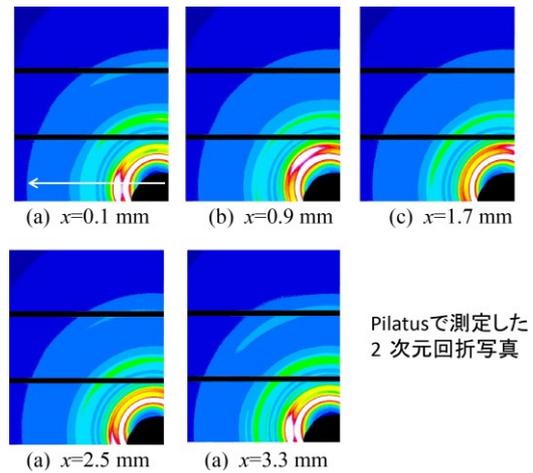


図 9 透過回折の 2 次元像の分布

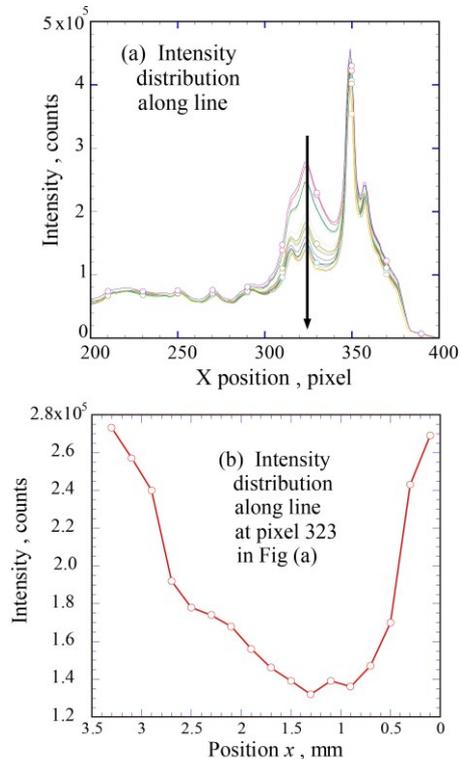


図 10 炭素 002 回折強度分布

出成形平板について、透過 X 線回折像を 2 次元検出器 Pilatus によって測定した。図 9 が回折像の位置による変化である。図 9 (a) に示すラインに沿っての強度分布を図 10 (a) に示す。002 回折強度に位置による分布を図 (b) に示す。スキン層で繊維が X 線に対して垂直に配向していることに対応して強度も強くなる。このように、002 回折強度分布から繊維の配向方向を評価することが可能である。この手法を、ひずみスキャンニング法と組み合わせることから FRP 部品内部の繊維配向と応力の同時評価が可能になると予想される。さらに、き裂先端近傍での繊維配向と応力状態は、き裂先端開口変位パラメータとも密接に関係しており、き裂の進展挙動を支配している。

(4)まとめ

反射法・側傾法および透過法・並傾法により母相応力の X 線測定が可能であり、母相応力から応力分配係数を用いてマクロ応力を評価することが可能となった。応力分配係数は実験的に定めたが、理論的には繊維配向を考慮したマイクロメカニクスで求められる。材料内部の測定では、測定応力から熱膨張係数のミスマッチに起因するマイクロ応力を分離することが必要である。

疲労き裂進展挙動を支配する破壊力学パラメータとしては、異方性を考慮したき裂先端開口変位が最も有力と見なされる。き裂進展速度への影響因子として繊維配向の他、応力比、試験温度、試験片板厚についても明らかにした。

材料中の繊維配向は、X 線回折で取得される炭素 002 回折強度の分布測定から評価することが可能である。ひずみスキャンニング法と組み合わせることから FRP 部品内部の繊維配向と応力の同時評価が可能になり、破壊力学をもとにしたき裂進展挙動の予測に繋がる。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 6 件)

- (1) K. Tanaka, K. Oharada, D. Yamada, K. Shimizu, Fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics evaluated based on anisotropic fracture mechanics, *International Journal of Fatigue*, Vol. 90 (2016) 印刷中。(査読有り)。
- (2) 清水憲一, 小池祐基, 山田大貴, 小原田和也, 田中啓介, 菫蒲敬久, 透過 X 線法による短繊維強化樹脂複合材料の内部応力の評価, *材料*, 第 65 巻 (2016) 印刷中。(査読有り)
- (3) K. Tanaka, K. Oharada, D. Yamada, K. Shimizu, Fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Frattura ed Integrita Strutturale*, Vol. 34, pp. 345-353 (2015). DOI:10.3221. (査読有り)
- (4) K. Tanaka, T. Kitano and N. Egami, Effect of fiber orientation on fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 123, pp. 44-45 (2014). (査読有り)
- (5) 田中啓介, 北野巧也, 江上登, 短繊維強化樹脂材料の疲労き裂進展に及ぼす繊維配向および応力比の影響, *材料*, Vol. 63, No. 12, pp. 830-836 (2014) (査読有り)
- (6) 田中啓介, 所昇平, 小池祐基, 江上登, 秋庭義明, 短繊維強化樹脂複合材料の残留応力の新 X 線測定法, *材料*, Vol. 63, No. 7, pp. 514-520 (2014) (査読有り)

[学会発表] (計 6 件)

- (1) 田中啓介, 小原田和也, 山田大貴, 清水憲一, 異方性破壊力学パラメータによる

短繊維強化 CFRP における疲労き裂進展評価, 日本機械学会, M&M2015 材料力学カンファレンス, ペーパー No. 406, 横浜, 2015 年 11 月 21 日から 23 日

- (2) 小原田拓也, 山田大貴, 田中啓介, 清水憲一, 短繊維 CFRP における疲労き裂進展挙動に及ぼす試験温度の影響, 日本材料学会, 第 17 回破壊力学シンポジウム講演論文集, pp. 31-35, 京都, 2015 年 10 月 13 日から 14 日
- (3) K. Tanaka, K. Oharada, D. Yamada, K. Shimizu, Fatigue crack propagation in short-fiber reinforced plastics, The 5th International Conference on Crack Paths (CP2015), Ferrara, Italy, September 16-18, 2015.
- (4) 岩堀恵介, 田中啓介, 清水憲一, 町屋修太郎, 菫蒲敬久, FRP 製円盤部品の X 線応力評価, 第 49 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, pp. 66-68, 大阪, 2015 年 7 月 16 日から 17 日
- (5) 田中啓介, 福岡晴紀, 清水憲一, 短繊維強化樹脂複合材料の射出成形平板における方位テンソルの 3 次元分布と力学異方性異方性, 日本材料学会 第 64 期学術講演会, 講演 No. 616, 山形市, 2015 年 5 月 22 日 23 日
- (6) 田中啓介, 小池祐基, 佐野勝基, 町屋修太郎, 菫蒲敬久, 秋庭義明, 短繊維および粒子強化樹脂材料の残留応力の X 線測定, 第 48 回 X 線材料強度に関するシンポジウム, pp. 99-102, 東京, 2014 年 7 月 24 日から 25 日

6. 研究組織

(1) 研究代表者

田中 啓介 (TANAKA KEISUKE)
名城大学・理工学部・教授
研究者番号: 80026244

(2) 研究分担者

來海 博央 (KIMACHI HIROHISA)
名城大学・理工学部・教授
研究者番号: 30324453

菫蒲 敬久 (SHOBU TAKAHISA)

日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用
研究部門・研究副主幹
研究者番号: 90425562