

CFRPの性能・信頼性向上に貢献する
Testing & Inspection Instruments for CFRP Industry

CFRP 分析・試験・検査評価機器



炭素繊維強化樹脂 (Carbon Fiber Reinforced Plastics, CFRP) の性能・信頼性向上に貢献する分析・試験・検査評価機器

Testing & Inspection Instruments for CFRP Industry

最新の航空機や自動車のボディの材料として大幅に採用され話題となっているCFRP(炭素繊維強化樹脂)は、複合材料の中でも特に軽量で比強度が高く、さらに優れた耐腐食性などの特長を有し、様々な分野での活用が期待されています。

軽量であることは、特に輸送機分野において低燃費化を実現でき、環境負荷低減に直結するほか、スポーツ用品など身近な製品の素材としても既に実用化されていることからその機能を実感することができます。

素材となる炭素繊維や樹脂の開発、生産で世界をリードしてきた我が国では、より性能の高い材料、加工法を求めての研究が加速されています。

当社は、分析・試験・検査評価に対応する多様な機器やシステム(分析・試験の前処理から解析まで)を提供しており、CFRPの素材開発から製品の耐久性評価までの各フェーズにおける様々な問題解決に対応することができます。

分析・計測・検査評価対象		分析・試験・検査評価機器
静的試験	引張、曲げ、圧縮、 剥離(接着強度 表面処理評価)、層間せん断	精密万能試験機オートグラフ AGX-V/AGS-X 微小圧縮試験機 MCT
疲労試験	疲労寿命、耐久性	サーボパルス EHF
衝撃試験	高速引張、打ち抜き	高速引張試験機 HITS-TX 高速打抜試験機 HITS-PX
状態観察	断面、表面、樹脂-繊維界面	3D 測定レーザー顕微鏡 OLS5000 走査型プローブ顕微鏡 SPM-9700HT ナノサーチ® 顕微鏡 SFT-4500
内部観察	空洞(ボイド)、クラック、繊維配向、繊維密度	マイクロフォーカス X 線 CT システム inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus inspeXio SMX-100CT マイクロフォーカス X 線透視装置 SMX-1000/1000L Plus
破壊観察	母材破壊、繊維破壊、剥離	高速度ビデオカメラ Hyper Vision HPV-X2
熱分析	ガラス転移、融点、熱膨張率、硬化反応	示差走査熱量計 DSC-60 Plus 熱重量測定装置 TGA-50/51、DTG-60 熱機械分析装置 TMA-60
組成分析	マトリックス樹脂、添加剤、元素分析、 炭素繊維量	燃焼イオンクロマトグラフ GC,GC-MS 応用システム 熱分解分析システム 発光分光分析装置 ICPE-9800 フーリエ変換赤外分光光度計 IRAffinity-1S/IRTracer-100 熱重量測定装置 TGA-50/51、DTG-60
粘度測定	熱硬化性樹脂の反応性評価、 熱可塑性樹脂の射出成形評価	フローテスタ CFT-EX
劣化評価	耐候性、耐熱性	フーリエ変換赤外分光光度計 IRAffinity-1S/IRTracer-100 熱重量測定装置 TGA-50/51、DTG-60
溶媒分析	有機溶媒成分分析	質量分析装置 GC-MS、DART-MS

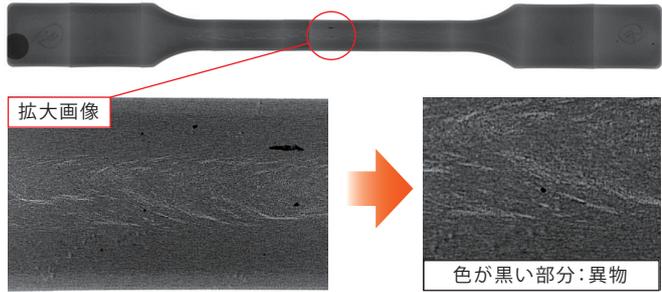
炭素繊維強化熱可塑性樹脂 (Carbon Fiber Reinforced Thermo Plastics, CFRTP) の材料特性は製品内部に発生したボイドや繊維の配向などに材料特性が影響を受けやすく、より有用な新素材の開発および製品の品質管理を行うために非破壊検査装置による内部構造観察が必要とされています。また、材料特性低下に関わる因子を明らかにするために、高速サンプリングや高精度伸び計測を実施可能な精密万能試験機や伸び計を使用して評価試験を行うことも欠かせません。加えて、CFRTPは複雑なプロセスによって破壊を示すことが知られており、破壊の起点やき裂の進展状況などを高速度ビデオカメラで観察することも重要な材料解析手法です。

ここでは、内部にボイドが存在するCFRTPの特性をマイクロフォーカスX線透視装置、X線CTシステム、精密万能試験機、高速引張試験機および非接触式伸び幅計、そして高速度ビデオカメラを用いて多面的に評価した事例をご紹介します。

X線透視観察 - 異物の確認 -



マイクロフォーカスX線透視装置
SMX-1000 Plus



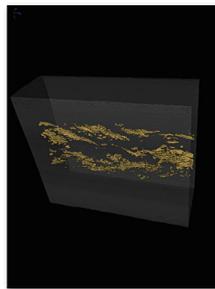
拡大画像

色が黒い部分: 異物

X線CT観察 - ボイド抽出 -



マイクロフォーカスX線CTシステム
inspeXio SMX-100CT



三次元画像処理ソフトの欠陥解析機能にてボイドを抽出しました。

抽出した箇所をさらに着色する処理を施すことで、ボイドの箇所を明確に確認することができます。

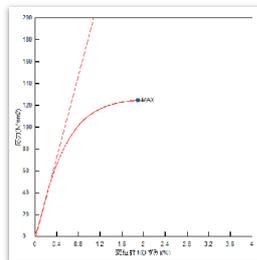
静的引張試験と高速引張試験 - 強度評価と破壊観察 -



精密万能試験機 オートグラフ
AGX-V



非接触式伸び幅計
TRViewX



弾性率 (MPa)	引張強度 (MPa)	破断伸び (%)
18861	124	1.890

- 静的強度特性評価 -



高速引張試験機 HITS-TX

試料提供: 岐阜大学



高速度ビデオカメラ
Hyper Vision HPV-X2



- 高速破壊観察 -

射出成型で製品を製造する場合、樹脂の流れの影響を受けて内部繊維の配向が変わります。この繊維の配向状態と機械的物性、また反りなどの成形不良には相関があるため、内部繊維の配向状態を観察することが非常に重要となってきます。従来は、繊維配向状態を観察する為には試験片を切断(切削)し断面を観察、撮影することが一般的でしたが、この方法では評価に手間がかかるうえ、三次元的な状態を正確に把握することは難しいという問題がありました。

この問題を解決する手法として、X線CTシステムを使用した非破壊観察を紹介いたします。X線CTシステムを使用すると、試験片内部の空隙や繊維配向の様子を非破壊で観察することができるため、試験前の内部の様子を観察した上で試験を行うという、内部構造と試験結果をしっかりと関連付けたデータを取得することが可能になります。

解析例

透視画像

透視画像(拡大)

試験片

断層画像

内部空隙の可視化

繊維配向のテンソル表示

繊維配向のカラー化

- 断層画像
試験片内部のある断面を可視化。黒い部分が内部ボイド。白い部分が異物。
- 内部空隙の可視化
カラー部分が、ボイドに色をつけたもの。三次元的観察が可能。
- 繊維配向テンソル表示
撮像範囲を数百個のマトリクスに分割し、それぞれの部分の繊維配向の平均をテンソルにて表示。
- 繊維配向のカラー化
画像上下方向を0°(青色)とし、繊維の配向の角度をカラーで表示。赤色は90°方向。

試料提供: 岐阜大学

使用装置

マイクロフォーカスX線CTシステム
inspeXio SMX-100CT

システム構成と原理

システム構成と原理

サンプル

X線発生装置

X線検出器

回転テーブル

X線発生装置とX線検出器との間に測定対象物(サンプル)を設置します。360°回転させて、あらゆる角度からのX線透過データを収集して、断層画像(CT画像)を計算します。

CFRP同士あるいはCFRPと異なる部材を締結するために金属製のファスナーを使用する必要があります。CFRPと金属部品が組み合わされた構造はそれぞれの材料特性が異なるため、形状的な観察を行いたいという要望が以前から多く寄せられていました。しかし材料の密度差が大きいため、金属部品から発生するアーチファクト(ノイズ)の影響により金属部品周囲のCFRPの形状を詳細に観察することができませんでした。

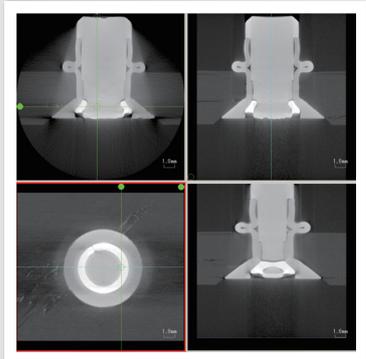
この問題を解決する手段として、マイクロフォーカスX線CTシステムをご紹介します。inspeXio SMX-225CT FPD HR Plusは、密度差の大きい材料が観察視野にある場合にも、内部の状況を従来装置よりも鮮明に可視化することが可能となり、金属部品周囲のCFRPの内部欠損や剥離をより詳細に観察することができるようになりました。

解析例

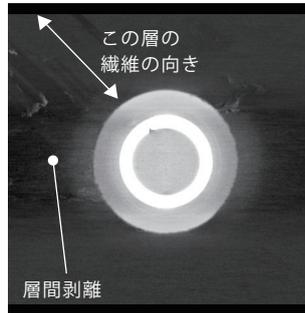


CFRP試験片

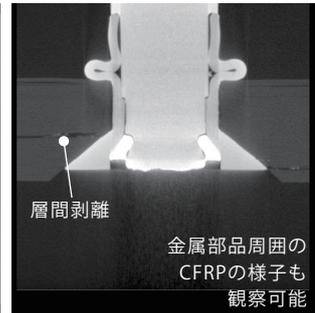
ファスナー締結部を有する
CFRP積層板の雷撃損傷
評価用供試体



ファスナー近傍の断層画像



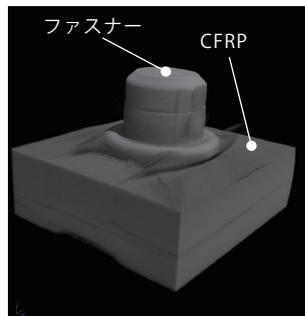
この層の
繊維の向き
層間剥離



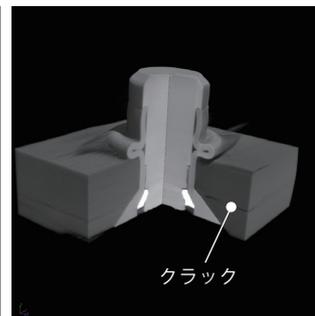
層間剥離

金属部品周囲の
CFRPの様子も
観察可能

断層画像を作成することで
試験片内部の層間剥離の様子を観察することができます



ファスナー
CFRP



クラック

断層画像を元に立体画像を作成すると、
剥離の三次元的な広がりを観察することができます

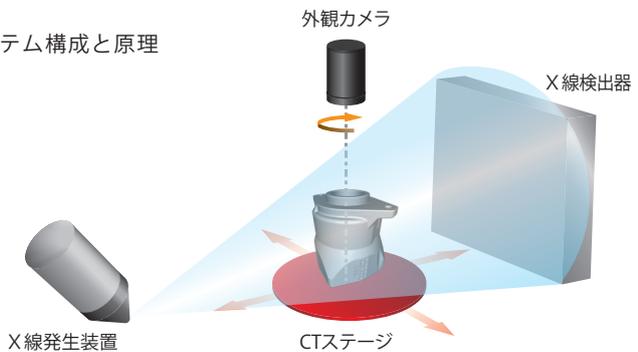
試料提供: 宇宙航空研究開発機構 (JAXA) 航空本部 複合材技術研究センター
参考文献: Y. Hirano, et al., "Damage Behavior of CFRP Laminate with a Fastener Subjected to Simulated Lightning Current", ECCM-15, Tu.4.5.1, Venice, Italy, 24-28 June 2012

使用装置



マイクロフォーカスX線CTシステム
inspeXio SMX-225CT FPD HR Plus

システム構成と原理

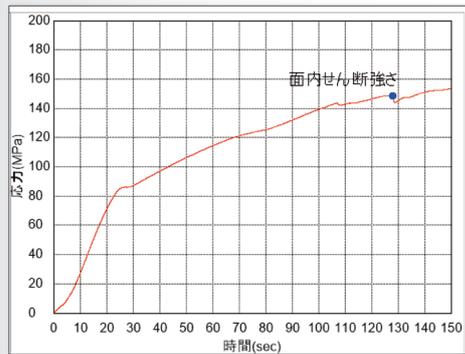


X線発生装置とX線検出器との間に検査対象物(ワーク)を設置します。360°回転させて、あらゆる角度からのX線透過データを収集して、断層画像(CT画像)を計算します。

CFRPの強度評価法はASTMの各種規格に規定されている。ここではASTM D5379「面内せん断試験 ダブルV-ノッチせん断法」に準拠した試験例、及び、各種規格に準拠した治具をご紹介します。

炭素繊維強化プラスチックの面内せん断強さ、面内せん断破壊ひずみ及び面内せん断弾性率を、ダブルV-ノッチ付き試験片を用いた面内せん断試験(イオシペスク試験)によって求めます。一方向強化(UD)材、一方向強化層又は織物強化層から構成される積層版(直交積層材、疑似等方積層材など)に適用される試験となります。

試験例

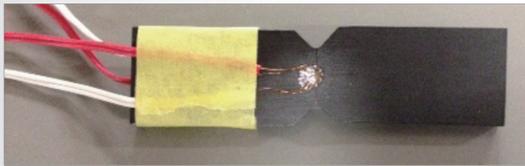


ASTM D5379 対応治具

を用いてV-ノッチ付き試験片の面内せん断強さを求めました。

グラフ上の応力降下点が検出され、

「面内せん断強さ」=148 Mpa が算出されました。

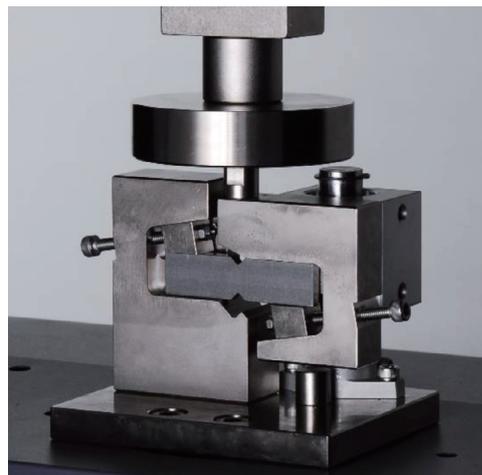


ひずみゲージを $\pm 45^\circ$ 方向に貼付けることで、せん断ひずみの測定も行えます。

使用装置



精密万能試験機 オートグラフ
AGX-V

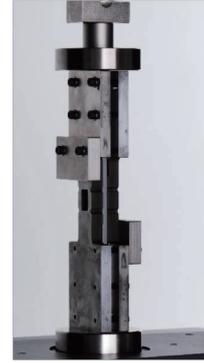


ASTM D5379 対応治具

ASTM D6484 / D6484M

ポリマーマトリクス複合積層材の有孔圧縮強度の試験

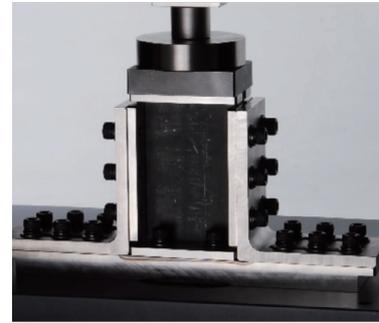
炭素繊維強化プラスチックの有孔試験片の圧縮強さを求める方法として、ASTM D6484が代表的です。試験片の両面に、試験片の長手方向に力を加えて有孔部の圧縮強さを求める方法(せん断負荷方式)です。一方、JIS K7093に規定する方法は、試験片端部に直接圧縮力を加えて圧縮強さを求める方法(端部負荷方式)で、ASTM D6484の方法と比較して小形の試験片及び小形のジグを用いて、同等な結果が得られることが知られています。



ASTM D7137 / D7137M

損傷したポリマーマトリクス複合材プレートの圧縮残留強度特性の試験

ASTM D7137 / D7137Mに基づく圧縮試験は、衝撃試験によって損傷したサンプルの圧縮試験に用います。衝撃試験についてはASTM D7136にて規定されています。この治具はBOEING社によって開発されました。試験片は、すでに衝撃力を与えた複合材料の長方形のサンプルを用い、治具に設置され、圧縮荷重を荷重します。試験片が破壊する荷重を非衝撃時の圧縮強度と比較することにより、試験片の残留強度を決定することができます。層状の複合板の耐損傷性を把握することは、製品開発と材料選定の両方に役立ちます。



ASTM D7078 / D7078M

複合材料のVノッチ型レールせん断試験評価

90度のVノッチを上下に入れたサンプルの両端を把持し、せん断を行う試験です。ASTM D5379では、上下の端点へ荷重をかける方法をとっていますが、D7078では、面でつかむ事により、より高いせん断荷重を荷重することが可能になります。またD5379よりも大きなサンプルでの試験も可能となります。

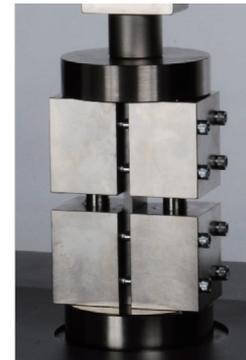


ASTM D6641 / D6641M

複合荷重圧縮 (CLC) 試験治具を使用したポリマーマトリクス複合積層板の圧縮特性評価

複合荷重圧縮 (Combined Loading Compression, CLC) 試験は、せん断荷重と端面荷重を組み合わせた試験方法です。試験サンプルはタブなしの短冊状を使用、強度評価と弾性率測定を同時に可能なことなどが利点です。

短冊状サンプルを方向の短面に合わせた上下ブロックにて固定し、サンプル端面を直接圧縮します。



炭素繊維はCFRPに欠かすことのできない素材であり、一般鉄鋼材と比べて比重で約4分の1、比強度が約10倍もあるとされる先端素材です。CFRPの設計において、その力学的性能は、炭素繊維の剛さや強さ、樹脂への炭素繊維の充填率、炭素繊維の配向などに大きく影響を受けるとわれています。

ここでは炭素繊維の物性評価として剛さの指標である引張弾性率を測定した事例をご紹介します。

試験例

本試験においては、Fig. 1のように炭素単繊維を紙、金属もしくは樹脂のシートで作製された試験片台紙に固定した上でつかみ具に取り付け、引張試験を実施します。規格においては台紙の形状、炭素単繊維を台紙に設置する際に用いる接着剤の種類、そして炭素繊維の設置手順についても細かく解説が記載されています(詳細は該当規格 JIS R 7606:2000の内容をご参照ください)。つかみ具については、サンプルのチャック切れの頻度を低減可能なクリップ式つかみ具、試験片に引張荷重を与える軸心を微調整可能なX-Yステージを用いて試験を実施しました。

引張弾性率については、標点間距離の異なる5種類の試験片を評価することで装置のコンプライアンスを求め、JIS R 7606に規定されているB法によって算出しました。

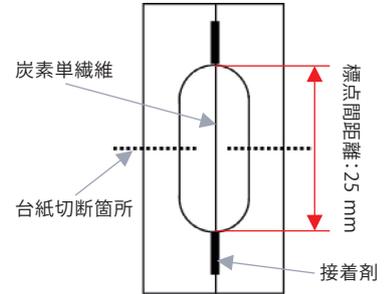
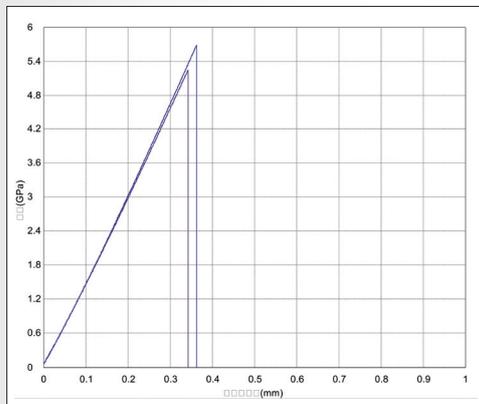
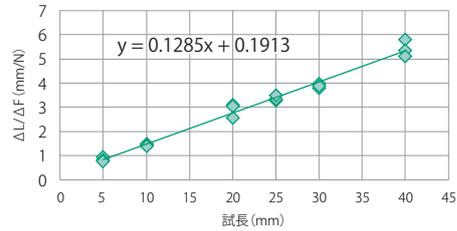


Fig. 1 標準サンプルと台紙(枠体)



サンプルC



サンプルC

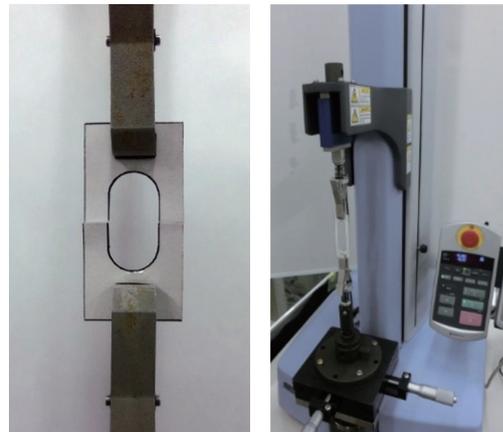
サンプル名	引張弾性率 (GPa)
A	251.3
B	282.1
C	356.1
D	434.7

4試料結果比較

使用装置



EZ Test



クリップ式つかみ具および引張負荷軸調整治具

CFRPの設計におけるもうひとつの大きな要素として、その軽量が挙げられます。CFRPが軽く、剛性が高ければ、構造効率が高いと評価されます。前出のように、炭素繊維は、CFRPの力学的性能を決定づける重要な要素です。よって、炭素繊維の軽さは、CFRPの軽さや剛性といった構造指標においても大事な要素といえます。

ここでは、前出の物性評価と同じA～Dの炭素繊維について、軽さの指標である密度を乾式法により測定した例を紹介します。

試験例

Density and Volume Table						
Cycle#	Volume (cm ³)	Volume Deviation (cm ³)	Density (g/cm ³)	Density Deviation (g/cm ³)	Elapsed Time (mm:ss)	Temperature (°C)
1	0.6026	-0.0021	1.7752	0.0061	7 : 08	24.71
2	0.6033	-0.0013	1.773	0.0039	9 : 01	24.72
3	0.6047	0.0001	1.7689	-0.0002	11 : 06	24.68
4	0.6047	0	1.7691	0	13 : 30	24.74
5	0.6025	-0.0022	1.7755	0.0064	15 : 39	24.7
6	0.6061	0.0015	1.7648	-0.0043	17 : 41	24.78
7	0.6054	0.0008	1.7669	-0.0022	19 : 51	24.72
8	0.6062	0.0016	1.7645	-0.0046	21 : 54	24.73
9	0.6049	0.0003	1.7683	-0.0008	23 : 59	24.77
10	0.6061	0.0015	1.7648	-0.0043	26 : 14 : 00	24.76
Summary Data		Average		Standard Deviation		
Volume :		0.6047 cm ³		0.0014 cm ³		
Density :		1.7691 g/cm ³		0.0040 g/cm ³		

試料Aの10回繰り返し測定結果

乾式法の密度測定では濡れ特性や、気泡の付着を考慮する必要がありません。また測定後の試料の回収や、同一試料の繰り返し測定が容易に行えます。ここでは10回の繰り返し測定を行いその平均値を採用することにより測定精度の向上を図っています。

サンプル名	密度 g/cm ³
A	1.7691
B	1.8110
C	1.8335
D	1.9319

4試料結果比較

使用装置

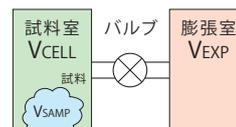


乾式自動密度計 アクピックII 1340

本装置は、定容積膨張法を使用しています。この方法では一定体積V_{CELL}の試料室中に体積V_{SAMP}の試料を装填し、定圧力P₁(ゲージ圧)にした後、バルブを開け、別の一定体積V_{EXP}の膨張室と試料室をつなぎます。この時、系の中の気体は膨張し、圧力はP₂になります。ボイル・シャルルの法則から、次のような圧力と体積の関係式が得られます。

したがって、試料室の体積V_{CELL}と膨張室の体積V_{EXP}が予め分かっているならば、膨張前後の気体圧力P₁とP₂を測定すれば、試料の体積が計算できます。

$$V_{SAMP} = V_{CELL} \cdot \frac{V_{EXP}}{\frac{P_1}{P_2} - 1}$$

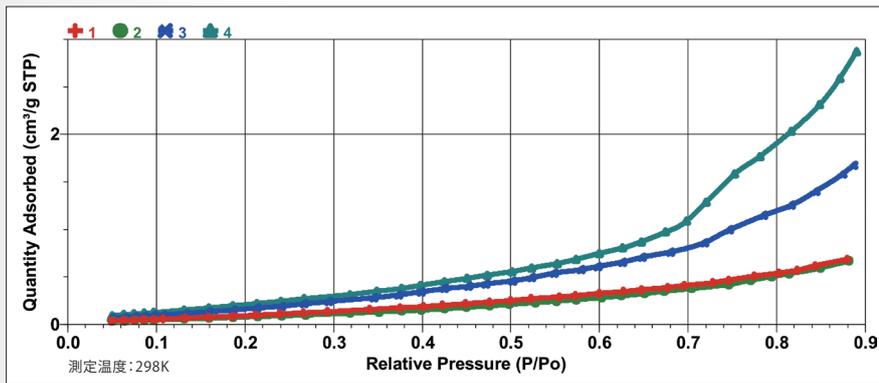


原理図

炭素繊維の表面性状は、炭素繊維の物性のみならず、CFRPの性能をも決定づけるひとつの要素です。中でも接着性は、炭素繊維表面に存在する極性官能基の影響を受け、CFRPの繊維-樹脂界面の特性に反映されます。水蒸気や窒素を用いたガス吸着法によって表面の親水性・疎水性や比表面積を定量的に評価することができます。

ここでは、表面性状が異なる1~4の炭素繊維について、接着性の指標である親水性について水蒸気吸着測定によって評価した例を紹介します。

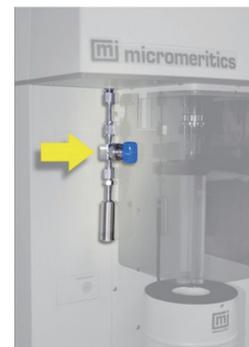
試験例



今回の測定では蒸気吸着オプション内に純水を入れ、試料の入ったセル内に段階的に少しずつ水蒸気を導入し、吸着量を測定しました。横軸は各プロットにおける相対圧(吸着平衡圧/飽和蒸気圧)を、縦軸は各プロットにおける試料1gあたりの吸着量を表しています。相対圧0.9付近における各試料の吸着量は下記になります。炭素繊維の種類によって水蒸気の吸着量が大きく異なるのがわかります。

サンプル名	水蒸気吸着量(cm³/g)
1	0.69
2	0.67
3	1.68
4	2.87

4試料の水蒸気吸着量



蒸気吸着オプション

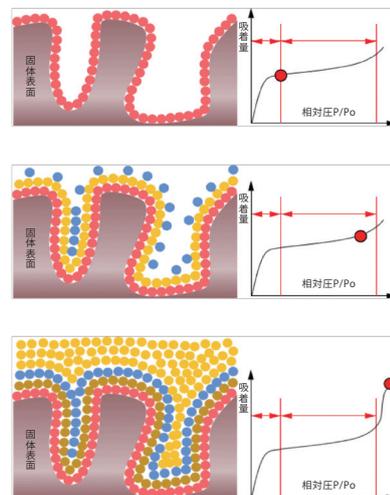
使用装置



多検体高性能比表面積・細孔分布測定装置 3Flex

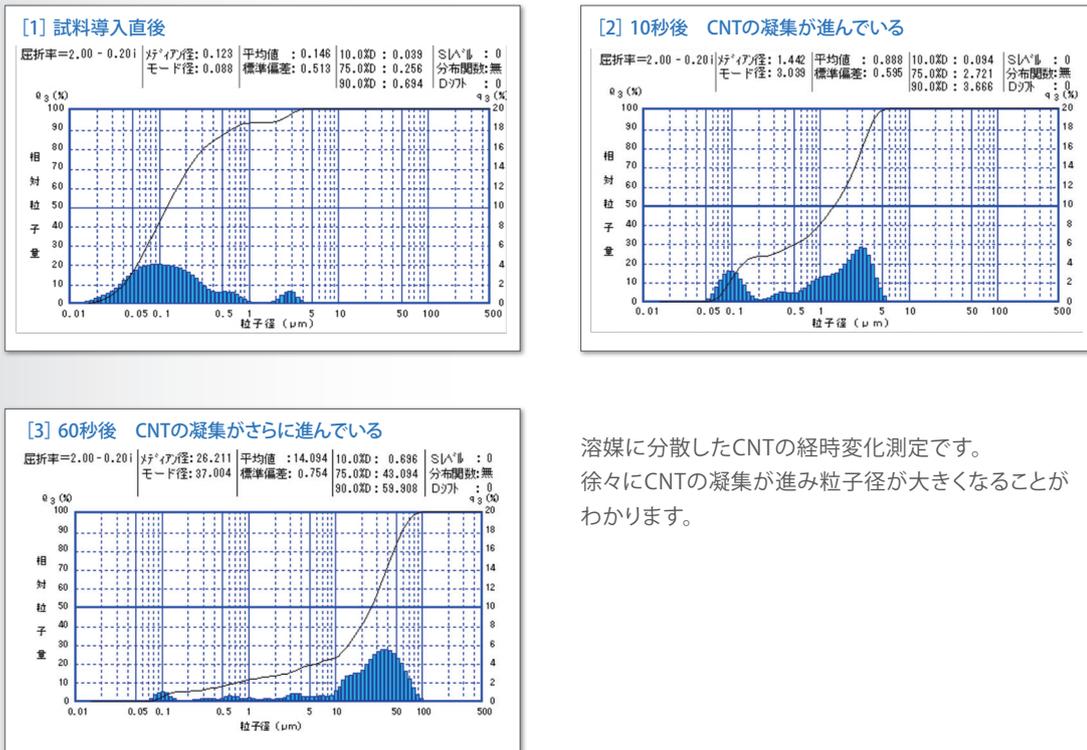
ガス吸着法

ガス吸着法は大きさや性質が既知であるガス分子を、固体表面に吸着させ、吸着したガス分子の量を測定し、比表面積や細孔分布を求める方法です。特に液体窒素温度における窒素ガス吸着がよく利用されます。液体窒素温度において窒素ガスは個体の種類によらずその表面に吸着します。その量は周囲の圧力(吸着平衡圧)に依存し、単調性を持っています。



レーザー回折粒子分布測定装置では、どのような大きさのCNTが、どのような割合で含まれているのかを測定することができます。さらにリアルタイム測定機能を用いることでCNTの凝集の状態やその変化が分かります。レーザー回折・散乱法は、粒子による散乱光強度分布により粒度分布を求めるものですが、より小さな粒子径をみるためには短波長光源が必要になります。今回使用したSALD-7500nanoは従来使用されている680 nmよりも短い405 nmのレーザーを用いているため、測定下限7 nmが実現できます。

試験例



溶媒に分散したCNTの経時変化測定です。徐々にCNTの凝集が進み粒子径が大きくなることがわかります。

使用装置



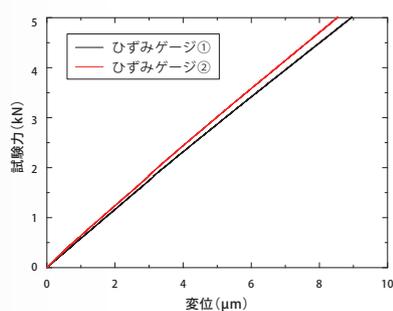
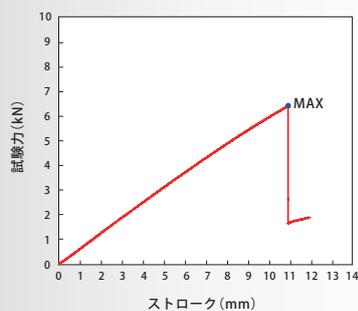
ナノ粒子径分布測定装置
SALD-7500nano

- ・ナノ粒子の実用化において最も重要な分散・凝集特性の評価を広範囲かつリアルタイムで実現
- ・低濃度ナノ粒子や光吸収性の高いナノ粒子の粒子径分布を正確かつ高感度に測定したいという強いニーズに応じて開発しました。ナノ領域において従来の約10倍の高感度を実現、1 ppm未満の低濃度サンプルも測定可能。今までは諦めていた低濃度ナノ粒子の測定が可能になります。

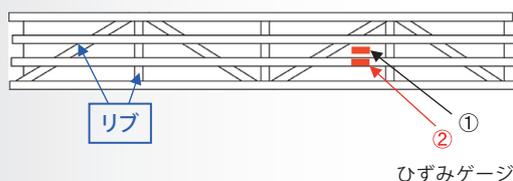
一般工業製品であれば輸送費の節約、車やバイクなどの輸送機器であれば燃費の大幅な向上が見込まれるため、従来材料よりも比強度の高い繊維強化複合材料は様々な工業製品への適用が進められています。繊維強化プラスチックの一種であるガラス繊維強化プラスチック (Glass Fiber Reinforced Plastics, GFRP) については、ねじおよび電子基板等の小形部品や自動車のスポイラーといった大型部品の主材にも幅広く実用化されている重要素材です。

大型部品においては、リブやハニカム構造を内部に設けることによって部品の剛性を高めるための設計がなされる場合があります。本稿では実物試験の一例として、リブ構造を有するGFRP構造体の3点曲げ試験の一例をご紹介します。

試験例



サンプル



ひずみゲージ



大型構造体の強度設計を行う場合、局所的に部材がどのような強度特性を有しているかを実測することが重要です。リブ非補強部①と補強部②にひずみゲージをはり各々変形量を比較しました。

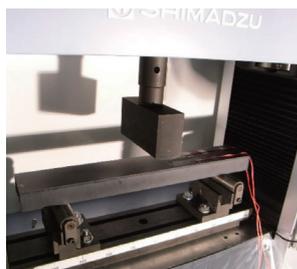
ひずみゲージによって採取した変位量により、リブによって補強された部分では剛性が高くなる傾向が示唆されています。

ひずみゲージのデータは最大 8CH 分の出力を試験機からの試験力、ストローク、伸び計等のデータと同期させてパソコンに取り込むことが可能です。本機能により対象物のひずみ-応力特性を正確に多点計測することで、複雑構造体の強度設計モデルの構築にお役立ていただくことが可能です。

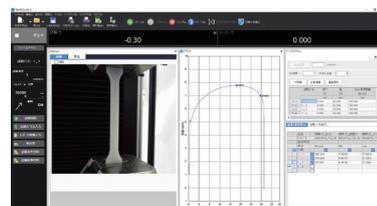
使用装置



精密万能試験機 オートグラフ
AGX-V



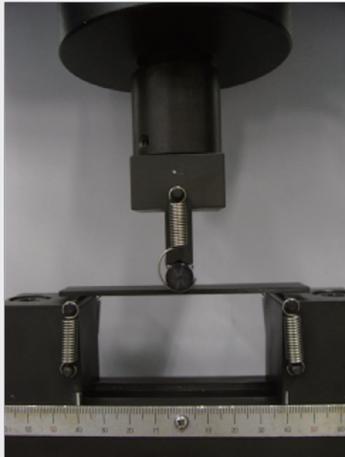
曲げ試験治具



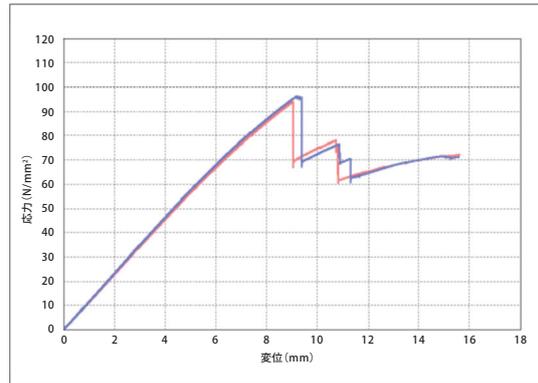
試験機オペレーションソフトウェア
TRAPEZIUMX-V

CFRPは、複合材料の中でも比強度に優れており、航空・宇宙分野でいち早く採用され、機体重量の軽量化に大きく貢献してきました。当初は金属材料を一部置き換える程度でしか使用されませんでした。最新の航空機ではCFRPを中心とした複合材料が機体重量の50%を占めています。今後の技術開発によって生産性の向上やコスト低下が見込まれ、自動車の車体などの主要部材にも普及していくものと期待されています。ここでは、精密万能試験機を利用してCFRPクロス材の3点曲げ試験を行い、材料の強度評価を行いました。

試験例



3点曲げ試験の様子



応力-変位線図

使用装置

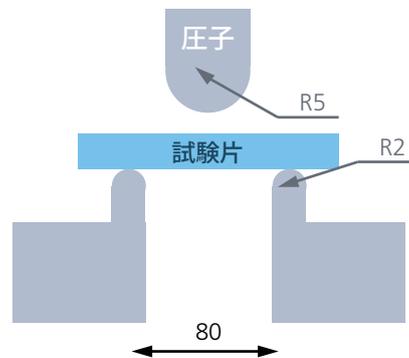
JIS K7074における3点曲げ試験の場合、圧子の半径は5 mm、支点の半径は2 mmと規定されており、試験片の標準寸法は次のように定められています。

長さ(l) = 100 ± 1 mm
幅(b) = 15 ± 0.2 mm
厚さ(h) = 2 ± 0.4 mm

標準寸法の試験片を用いて試験を行う場合、支点間距離(L)は 80 ± 0.2 mmとなります。また、ソフトウェア TRAPEZIUMX-Vを使用すると、試験力と試験片寸法などより曲げ応力を自動的に計算してグラフ表示できるとともに、曲げ破壊強さなどの特性値を簡単な操作で得ることができます。



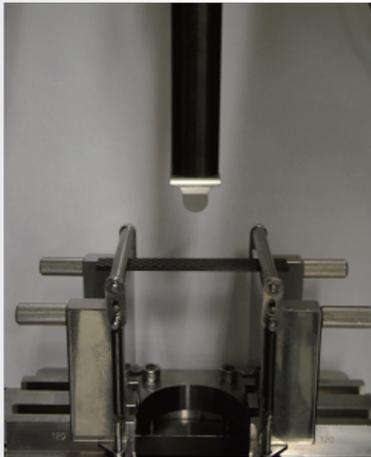
精密万能試験機 オートグラフ AGX-V



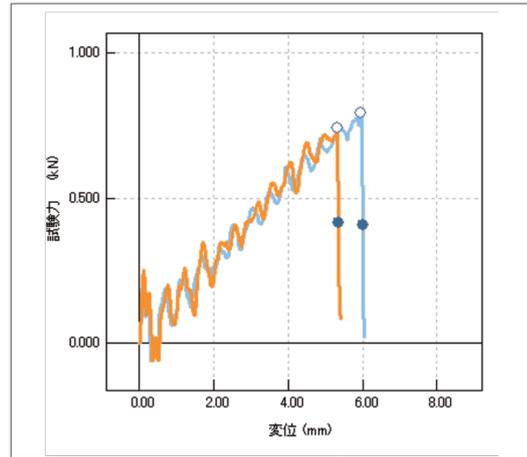
3点曲げ模式図

強く軽い材料として、近年、CFRPが注目されています。今までは、コストや生産性、リサイクル性に優れない熱硬化性樹脂を用いたCFRPが主流でした。そのため、航空機以外の輸送機にはほとんど使用されていませんでした。しかし、ここ数年で、熱可塑性樹脂を用いたCFRP関連の技術が一気に向上したため、上記デメリットの問題解決が進んでいます。今後、量産車にCFRPが使われる可能性は高く、そのための材料評価は必須になってきます。JIS K7084では重錘を自由落下させる試験機を規定していますが、ここでは接触時に速度低下の少ない高速パンクチャー衝撃試験機を利用して測定を行いました。

試験例



高速3点曲げ衝撃試験評価装置系



試験力-変位線図

使用装置

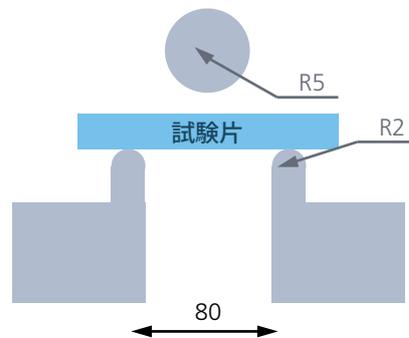
JIS K7084では、圧子の半径は5 mm、支持台の半径は2 mmと設定されています。試験速度は、3.8 m/sです。試験片の標準寸法は次のように定められています。

長さ(l) = 80 ± 1 mm
 幅 (b) = 10 ± 0.2 mm
 厚さ(h) = 2 ± 0.2 mm

標準寸法の試験片を用いて試験を行う場合、支点間距離(L)は 60 ± 0.2 mmとなります。JIS K 7084では試験力センサの精度が試験力値の $\pm 5\%$ 、サンプリングタイムが $10 \mu\text{s}$ 以下と指定しています。本システムでは 100 N 以上の試験で試験力センサの精度を満たしています。また、サンプリングタイムは最大で $1 \mu\text{s}$ まで可能です。



高速引張試験機
HITS-TX



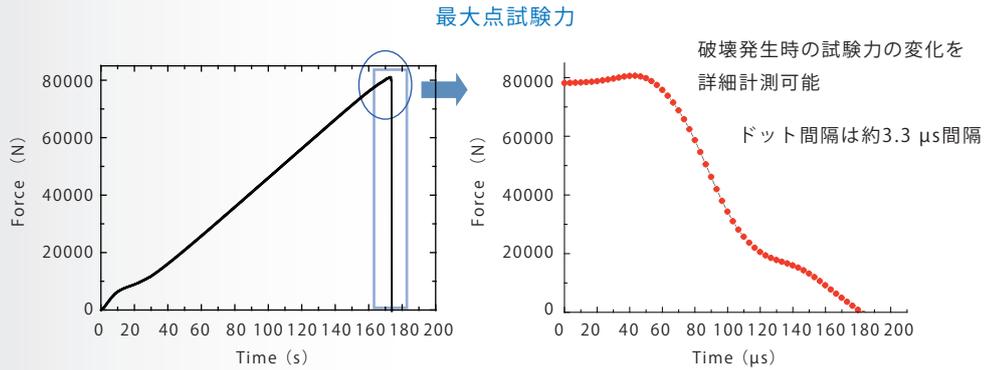
3点曲げ模式図

CFRPの引張試験評価において、これまでのS-Sカーブの取得のみならず、破壊挙動を観察し、部材の破壊挙動や面内分布の可視化といった技術を使用することにより、さらに詳細な強度特性を解析を行うことが求められています。

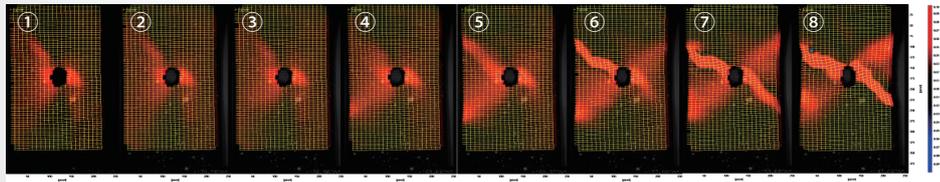
島津製作所は、300 kHzの試験力データ保存、破断の検出をロードアンプにて行い、高速度ビデオカメラ(最高1000万コマ/秒にて連続256枚の撮影が可能)にトリガー信号を伝送し、高時間分解計測という観点からCFRPの破壊プロセスを観察することが可能となりました。さらにデジタル画像相関法(Digital Image Correlation, DIC)を用いて、高速度ビデオカメラの撮影データをもとに変位の計測やひずみの二次元マッピングが可能です。

試験力の急激な減少を正確にロードセルに伝える高剛性で特殊な形状の下部つかみ具を開発し、破断時の挙動の観察を確実に行うことができます。

静的引張試験(高速サンプリング 300 kHz、試験速度 5 mm/min)

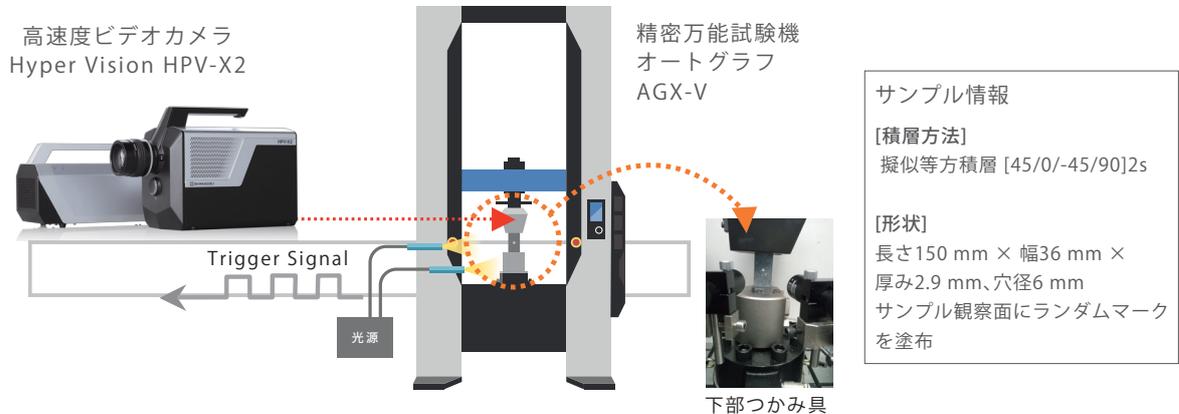


DIC解析による面内ひずみ分布の可視化



ひずみは45°方向だけでなく-45°方向にも集中していることが明らかに。

システムイメージ図
The image of testing system



参考文献：村上他、CFRPの破壊観察と内部観察、第37回複合材料シンポジウム講演要旨集、pp.123-124

破壊挙動観察に対応した引張強度試験装置は宇宙航空研究開発機構(JAXA)航空本部複合材研究センターとの共同研究の成果を活用し開発したシステムです。

近年、機械的な信頼性を要求される構造体の部材に対して従来の金属材料から軽量な代替材料への部材転換が進められています。その主な理由としては、製品を軽量化することで輸送質量が削減され、製品輸送に伴う二酸化炭素排出量を軽減できることが挙げられます。炭素繊維を使用したCFRPなどの繊維強化複合材料は、その卓越した強度と軽さを特長として、今や航空機材料として多用され、今後は軽量化を目的として自動車を始めとしたあらゆる製品へ適用拡大されると考えられています。

CFRPの実用化を目標として様々な観点から多様な場面で複合材料の評価・試験が実施されていますが、その中でもCFRPがどのような過程を経て破壊に至るかを観察することは、部材の強度向上や品質管理などを行う上で重要です。CFRPの破壊過程は非常に高速な脆性破壊現象であるため、従来の高速度ビデオカメラではき裂の発生点やき裂進展の様子を細部まで観察することができませんでした。本稿では最高撮影速度1,000万コマ/秒において400×250の動画サイズで256コマの動画撮影が可能な最新の高速度ビデオカメラHPV-X2と高速引張試験機HITS-TXを用いたCFRPの衝撃破壊観察事例をご紹介します。

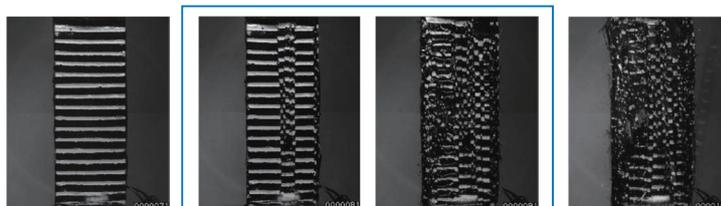
試験片と使用装置

- ・試験片 : CFRP 一方積層材(ガラスエポキシタブ接着、試験片評価部に0.5 mm幅の白線を1 mmピッチ間 隔でマーキング)
T800SCプリプレグ一方積層、8 mm[幅]×74 mm[長さ]×0.6 mm[厚さ]、試験片評価部20 mm
- ・使用装置 : 高速度ビデオカメラHPV-X2 (撮影速度1,000万コマ/秒)
高速度ビデオカメラHPV-2A (撮影速度100万コマ/秒)
光源としてストロボを使用
高速引張試験機HITS-TX (複合材料用つかみ具使用、試験速度10 m/s)

試験例

HPV-2A 採取データ

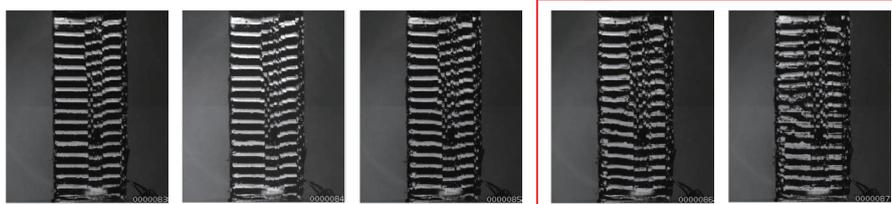
- 1 破壊の様相を解析 10 μs間隔の画像データ



注目

急激な破壊進行

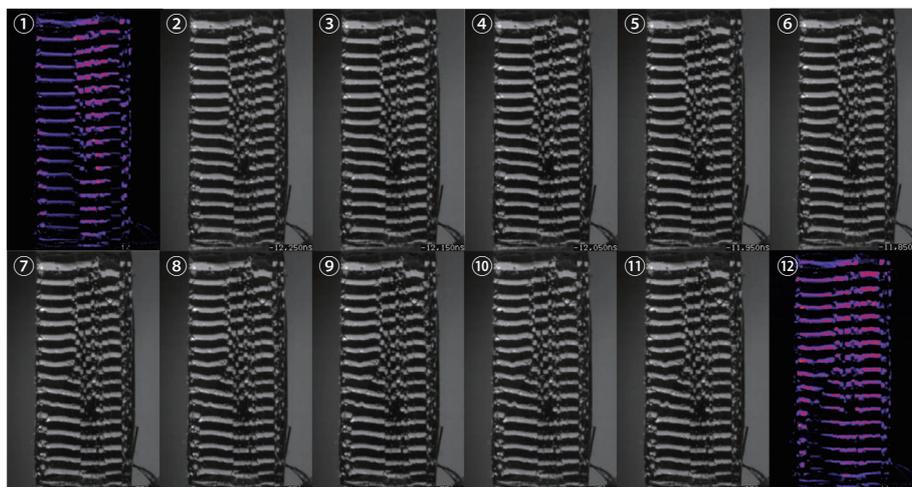
- 2 き裂の発生点を解析 1 μs間隔の連続画像データ (撮影速度100万コマ/秒)



き裂進展詳細を明らかにするため、さらに 高速度で撮影した画像データが必要



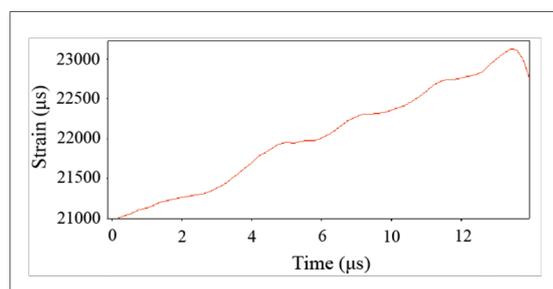
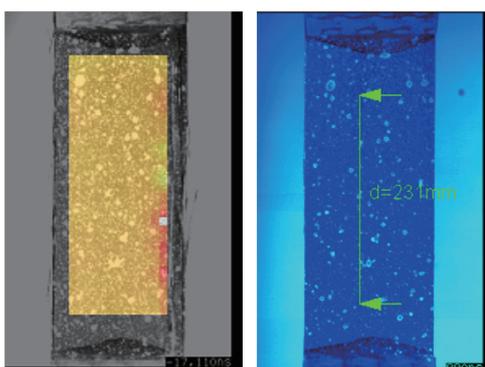
3 き裂進展詳細を解析 0.1 μ s 間隔の連続画像データ (撮影速度1,000万コマ/秒)



上記連続12コマの画像は試験片左端に生じていた縦方向へのき裂へ向かって中央部から発生したき裂が進展し、これらが繋がる様子を示しています。赤色の線は中央部から発生したき裂、青色の線は試験片左端に生じていたき裂のおおよその長さを示しています。⑥から⑩にかけてき裂が急速に進展していることがわかります。画像①および⑫についてのみ、画像差分解析^{注1)}を施した画像を示しています。

注1) 撮影開始時1コマ目の画像を基本画像として各画像間で差分演算を施したもの。
比較する画像間で撮影像に差があるとその部位の輝度が上がるため、上記のような画像群においては対象物の破壊箇所を同定しやすい。

【補足】 DIC解析 (digital image correlation) (撮影速度1,000万コマ/秒)



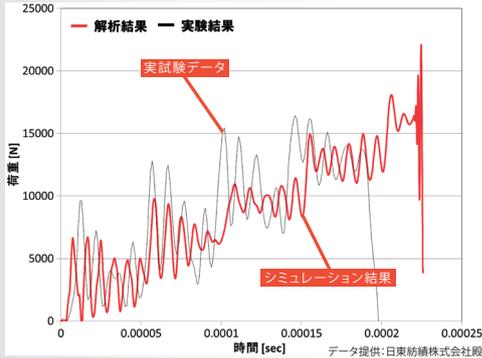
サンプル表面にランダムパターンをマーキングしDIC解析を行うことによって、試験片に発生したひずみ分布の可視化や設定した任意2点間におけるひずみの変化量を計測することも可能です。

CFRP・GFRPなどの複合材料は、軽量・高強度の特性を生かし、軽量化が求められる自動車部材への適用が進んでいます。製品開発では、設計段階でコンピュータシミュレーションを用いることが一般的となり、複合材料に対しても、解析技術の進歩に伴って複雑な解析が可能となってきました。速度依存特性が顕著な樹脂材料や複合材料に対するシミュレーション解析の信頼性向上のためには、低速から高速までの材料特性評価とその材料破壊時の挙動観察需求が重要となっています。

最新のトピックスとして、高速圧縮負荷時の材料特性データの採取を可能にした高速圧縮試験システムによる、複合材料破壊の詳細解析例をご紹介します。

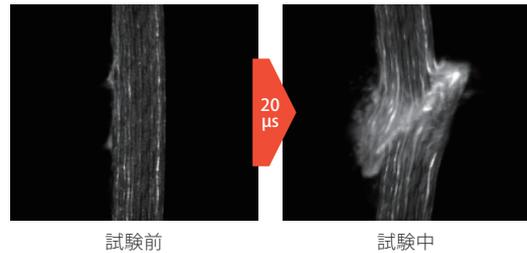
解析例

実試験で得られた結果とシミュレーション結果は非常に良い相関性が確認できました。



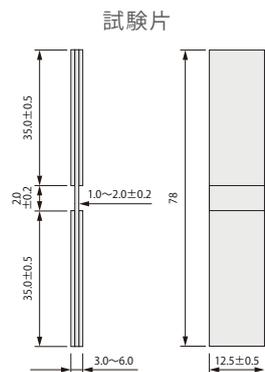
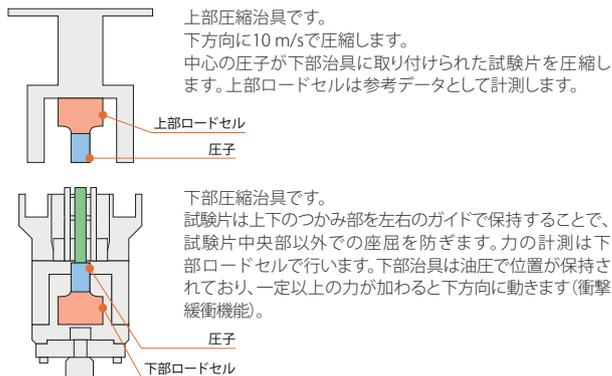
実際の挙動を観察することによりシミュレーションモードにフィードバック可能。

試験速度：10 m/s サンプル：GFRP

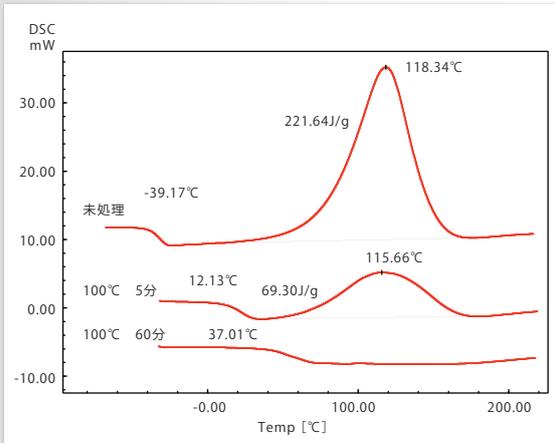


- 最速10 m/sの高速圧縮試験が可能。島津独自の衝撃緩衝機能により試験体に衝撃を与えた後の衝撃から装置を保護する。衝撃振動を最小限に抑え、精度の高い高速圧縮試験が可能。
- 最速1,000万コマ/sの高い時間分解能の高速ビデオカメラにより、詳細な破壊挙動が観察可能でデータ信頼性が更に高まる。

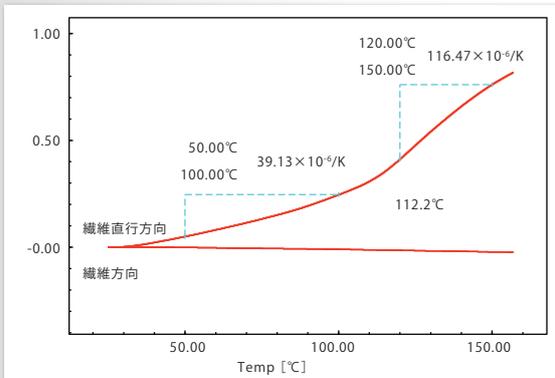
使用装置



熱分析装置では試料を加熱、冷却しながら融解、転移、結晶化、膨張、収縮、分解、燃焼等の様々な物理的、化学的な変化を測定します。代表的な手法としてDSC、TGA、TMAがあり、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、複合材料の熱的な特性の評価に有効です。



マトリックスとして用いられるエポキシ樹脂の硬化反応をDSCで評価しました。未処理試料は-39.1°Cにガラス転移が観測された後118°Cをピークとして硬化反応による大きな発熱が測定されました。100°Cで5分間処理した試料は硬化が既に進んでいるため発熱が小さくなりました。さらに60分処理した試料では硬化がほぼ終了し発熱が観測されません。このようにDSCにより熱処理と硬化の進行度合いを検討することが可能です。また、硬化が進むほどガラス転移が高温へ移行していることもわかります。



CFRPの加熱時の、炭素繊維方向とその直行方向の寸法の変化をTMAで測定しました。繊維直行方向では加熱に従って熱膨張が見られましたが繊維方向ではほとんど伸びは見られませんでした。また、繊維直行方向の測定では110°C付近でガラス転移が測定されました。ガラス転移の前後で熱膨張係数が変化していることがわかります。TMAでは温度に対する寸法の変化を詳細に追跡することが可能です。



示差走査熱量計
DSC-60 Plus

加熱時の試料と基準物質への熱流量の差(温度差を測定し融解、転移、結晶化、化学反応などの生じる温度と熱量変化を評価します。

- 広い温度範囲で安定したベースライン
- 高感度、高分解能センサー
- 液化窒素用冷却槽を内蔵



示差熱機械分析装置
TMA-60

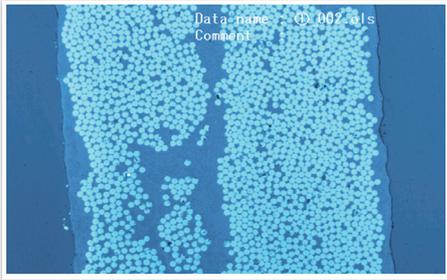
種々の測定方式(膨張、引張、針入)を用い、材料の温度に対する寸法変化(熱機械的特性)を測定することが可能です。試料の自動測長機能や安全機構など、高性能・高機能と操作性を高い次元で融合させました。

- 多様な形状の試料に対し、種々の測定方式で対応
- 高精度・低ドリフトな新型変位センサ採用
- 正確な自動測長

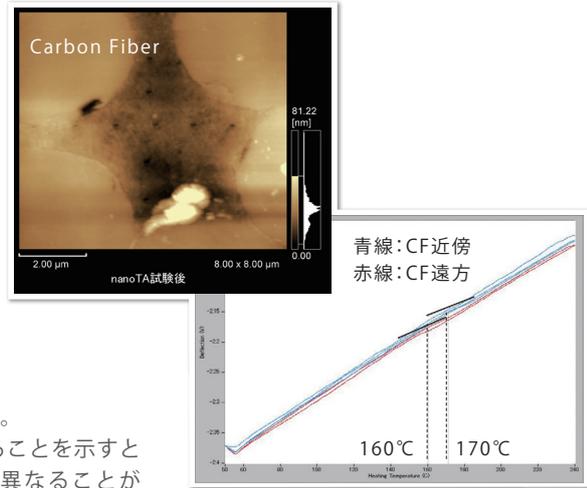
微小部熱分析試験装置複合型SPMシステムは走査型プローブ顕微鏡手法を応用した、新しい手法です。サブミクロン領域のガラス転移温度や融解温度の解析に用いられる他、熱伝導性の解析にも使用することができます。(本システムは走査型プローブ顕微鏡SPM-9700にアナシスインスツルメンツ社製ナノサーマルアナリシスシステムnano-TA2を複合した解析システムです。)

CFRPの微視的解析例

CFRP等複合材のファイバー部のみ、または樹脂部のみ、または熱物性値を得たい場合に、従来の熱分析試験法ではプローブ径や試験位置指定精度の点より適用できません。本システムを使用すれば、可能となります。(試料：UD積層板)



CFRP断面図(光学像)



微小部熱機械特性曲線

上記光学像における中央樹脂部の試験を実施しました。AFM像(右上図)の十字状に配列された痕跡が試験箇所です。CF(Carbon Fiber)を避けて樹脂部だけの試験ができていることを示すと共に試験結果より樹脂との距離によりガラス転移温度が異なることが分かります。

宇宙航空研究開発機構(JAXA)航空本部 複合材技術研究センターとの共同研究により実施

使用装置

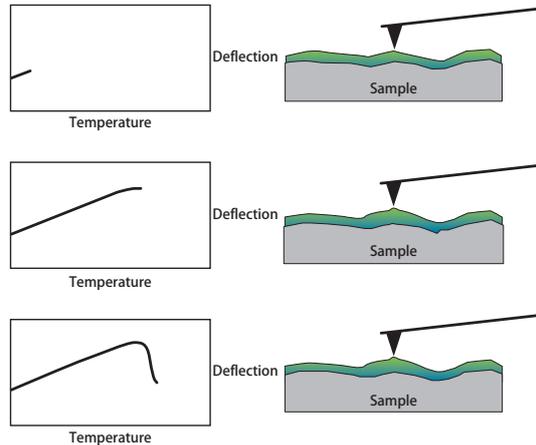


※写真は組み合わせの一例です。

微小部熱分析試験装置複合型SPMシステム

システムの特長

- サブミクロン領域の熱特性解析が可能
先端径50 nm以下のプローブを使用するため、極微小領域および表面近傍のみの試験が可能
- AFM画像により試験箇所を指定可能
圧電素子による位置決めのため高精度
- 昇温速度最高60万°C/min
従来の熱分析試験法より格段に高速
- 応用分野
熱可塑性樹脂のガラス転移温度解析、多層フィルムの各部分特性解析 等々



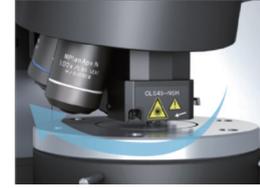
微小部熱分析試験装置複合型SPMシステム 原理図

プローブ先端を加熱していくと、通常試料表面は膨張し、それと共にプローブは反り始めます。温度が融解等軟化点に達すると、この反りは緩和されます。この情報を取得することにより極微小部の熱物性を解析することが可能です。

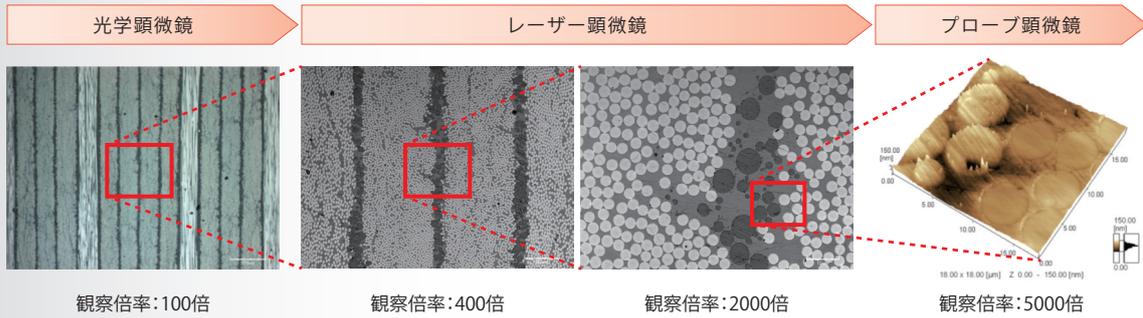
CFRPの微小部の評価のために各種顕微鏡が用いられています。ナノサーチ顕微鏡SFT-4500は、光学顕微鏡、走査型レーザー顕微鏡(LSM)、走査型プローブ顕微鏡(SPM)の複合顕微鏡で、様々な観察手法で対象物の評価ができます。以下はナノサーチ顕微鏡によるCFRPの観察例です。

ナノサーチ顕微鏡によるシームレス観察

ナノサーチ顕微鏡は光学顕微鏡、LSM、SPMをシームレスに切り替えることができるため、CFRPの特定部位を見失うことなく拡大観察することができます。下図は、CFRPの切断面を順次拡大して観察した画像です。

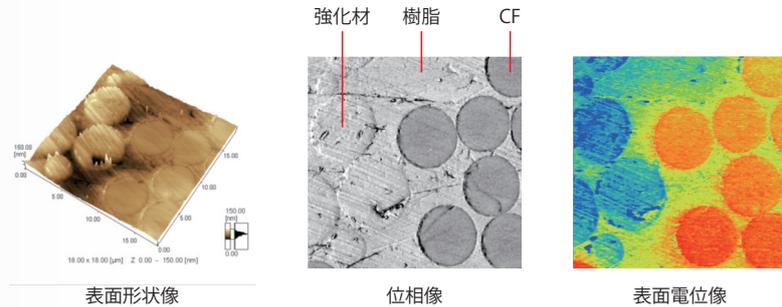


電動レボルバによる観察倍率、観察方法の切り替え



SPMによる物性評価

SPMでは表面形状の三次元観察と同時に各種物性評価が可能です。位相像では、CFと他の部分(樹脂、強化材)とでコントラストが異なります。これは粘弾性特性がCFと他の部分とで異なることを意味しています。表面電位像では、電気特性の差が表面電位の差となって観察されています。



宇宙航空研究開発機構(JAXA)航空本部 複合材料センターとの共同研究による

使用装置

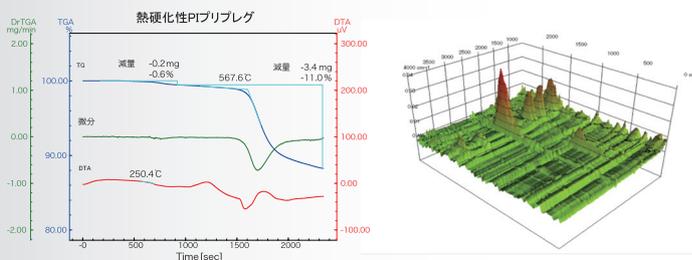


ナノサーチ顕微鏡 SFT-4500の主な特長

- 光学顕微鏡、LSM、SPMの複合顕微鏡
数十倍から百万倍の超ワイド領域において、ミリからナノまでの観察・測定を一台で実現します。
- スコープバリアフリーを実現
各種顕微鏡をシームレスに切り替えることができるため、一度探したターゲット(観察対象)を見失うことなく観察が可能です。
- SPMでは三次元形状以外の物性評価も可能
SPMでは、三次元形状の他、粘弾性や電流、電位、磁気などの物性の評価が可能です。

CFRPに使用される樹脂としてはエポキシ樹脂が一般的ですが、耐熱性に限界があるため、高耐熱性を有するポリイミド樹脂を用いたCFRPが開発されています。ここでは、熱硬化性ポリイミドをマトリックスとし、炭素繊維に含浸させてシート状にした複合材料の中間素材であるプリプレグをTG-FTIRとPy-GC/MSを用いて分析した結果をご紹介します。

TG-FTIRデータ



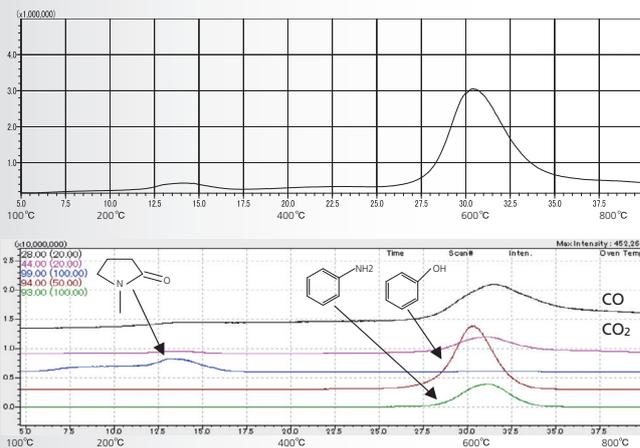
熱硬化性ポリイミドプリプレグのTG-DTA曲線

熱硬化性ポリイミドプリプレグ赤外スペクトル3D表示

上段左図がTG-DTAの測定チャート、右図がリアルタイムで測定したIRスペクトルの3D表示です。DTA曲線には、250°C付近にガラス転移が見られます。また、TG曲線より200°C～400°C付近に微量な重量減少が見られます。発生ガスのIRスペクトル検索結果より、N-メチルピロリドン(NMP)によると予想されます。これはポリイミドを溶解させるために用いた溶媒がNMPであることと一致します。NMPが残留していると成形時にボイドになるだけでなく、ガラス転移温度を下げってしまうので、残留NMPの確認にTG-FTIRは有効です。

さらにTG曲線より550°C付近から大きな重量減少を伴う分解が始まっています。この温度付近では主にCO₂、CO、フェノールの発生が認められました。

Py-GC/MSデータ



熱硬化性ポリイミドプリプレグのサーモグラム：TIC(トータルイオンクロマトグラム上図)とMC(マスクロマトグラム下図)

更なる分解ガスの詳細な分析を行うべくPy-GC/MSでEGA(発生ガス分析法)モードを用いて測定しました。下段上図は温度に対する発生ガスのトータルイオンクロマトグラム(TIC)です。270°C付近と600°C付近にガスの発生ピークが認められます。下段下図は、発生ガスの特徴的なイオンのマスクロマトグラム(MC)です。NMP、アニリン、フェノール、CO、CO₂の発生を時系列で表示しています。これらは、芳香族ポリイミドの分解物と予想されます。Py-GC/MSを用いるとより詳細なガス発生機構を確認することができます。



TG-FTIR



Py-GC/MS

左図のTG-FTIRとは、示差熱・熱重量同時測定装置(DTG-60)とフーリエ変換赤外分光光度計(FTIR)を結合させた複合分析システムです。TG-FTIRでは、測定対象を加熱し、その時に起きる蒸発、揮発、脱離、分解などの質量変化を伴う反応がTG側で定量的に測定され、それに伴って発生するガスの赤外スペクトルがFTIR側で測定されることにより、定性分析も同時に行うことができ、発生ガスの同定や試料の分子構造に関する情報を得ることができます。

右図のPy-GC/MSとは、測定対象を加熱し、その時に発生する揮発成分(揮発、脱離、分解等)のマスマスペクトルを測定します。マスマスペクトルのライブラリ検索を行うことにより、化合物の定性を行うことができます。また、微量成分の定量を行うこともできます。また、EGA(発生ガス分析法)モードを使用することにより、加熱温度と発生ガスの温度相関(サーモグラム)を測定することも可能です。

DART(Direct Analysis in Real Time)は物質の表面を大気圧下でイオン化させ、分析できるLCMS用イオン源です。高速スキャン、高速極性切替のLCMS-2020/8040/8045/8050/8060と組み合わせることで、対象化合物の定性分析を非常に簡単に行うことができます。

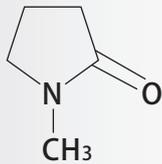
有機合成化合物、TLCで展開したスポット、紙上のインク、錠剤、樹脂中の添加剤、顔料、脂質、金属錯体、界面活性剤などさまざまな分野の分析に適用されています。

今回、このDART-MS手法を用いてCFRP残留有機溶媒の分析を試みました。

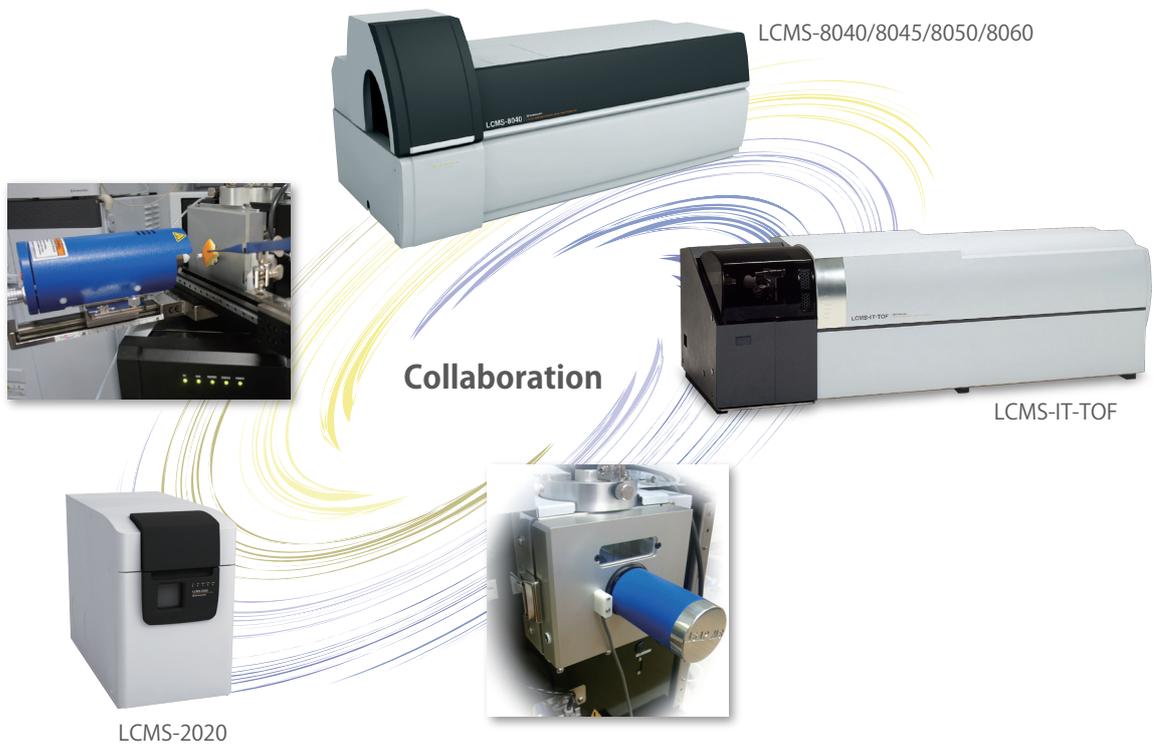
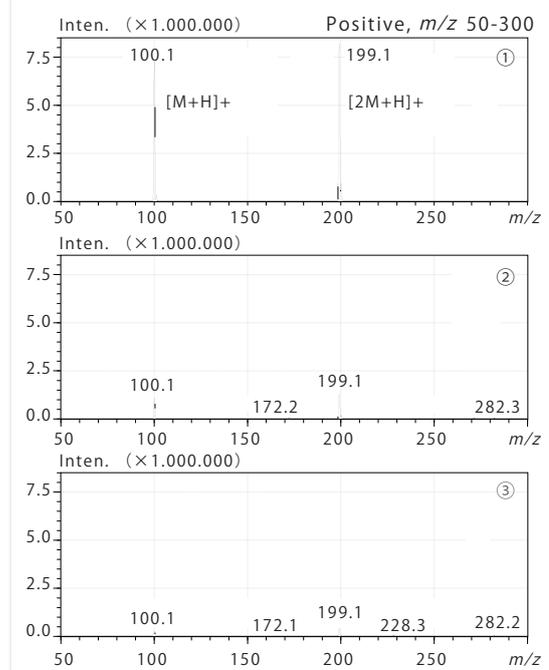
①熱硬化性ポリイミドプレプリグ(未処理)、②熱硬化性ポリイミドプレプリグ(乾燥)、③熱可塑性ポリイミドプレプリグをDART-MSで分析しました。

右のスペクトルは、各サンプルをかざしているときのポジティブのマススペクトル(m/z 50-300)です。

本測定に用いました熱硬化性ポリイミドは成型に有機溶媒(N-メチルピロリドン)を使用しますので、①のスペクトルにはN-メチルピロリドンの関連イオン $[M+H]^+$ (m/z 100)、 $[2M+H]^+$ (m/z 199)が非常に強く検出されています。②からも①と比べると強度が弱いですが、③と比べて有意に強度が強く検出されていることが分かります。



N-メチルピロリドン
C₅H₉NO
Mw 99



本書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。
 なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。
 本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。
 治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。
 トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
 外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3
 (03) 3219-(官公庁担当)5631・(大学担当)5616・(会社担当) 5735

関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階
 (06) 6373-(官公庁・大学担当)6541・(会社担当) 6661

札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011)700-6605

東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022)221-6231

郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024)939-3790

つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1
 (029)851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515

北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷ビル8階
 (048)646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0082

横浜支店 220-0004 横浜市西区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階
 (045)311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615

静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川1丁目1-1 伊伝静岡駅南ビル2階 (054)285-0124

名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階
 (052)565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7532

京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1
 (075)823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1602

神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町9-3 栄光ビル9階 (078)331-9665

岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 岡山ニューシティビル6階 (086)221-2511

四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 高松NKビル9階 (087)823-6623

広島支店 732-0057 広島市東区二葉の里3丁目5-7 GRANODE広島5階 (082)236-9652

九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階
 (092)283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

グローバルアプリケーション開発センター

京都 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1 (075)823-1153
 秦野 259-1304 秦野市堀山下380-1(秦野テクノパーク内) (0463)88-8660
 東京ハイテクプラザ 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3 (03)3219-5857

<https://www.an.shimadzu.co.jp/>