

X線応力測定法による CFRP の残留応力評価

今本 京吾 * 西田 真之 **

Residual Stress Estimation of CFRP by X-ray stress measurement method

Keigo IMAMOTO* Masayuki NISHIDA**

ABSTRACT

The purpose of this study is the estimation of the internal stress distribution in CFRP composite by the X-ray stress measurement method. This CFRP is consisting of the carbon fiber and the polyamide matrix. There are thermo induced initial residual stresses by heat press processes in CFRP composite. In this study, the carbon fiber and the polyamide matrix were measured separately to estimate stress distribution in the CFRP. Each sample of the carbon fiber and the polyamide matrix were loaded known several values respectively by the small tensile testing machine. These stresses were measured by the X-ray stress measurement method nondestructively. From measurement results, the stress relationships between the applied stresses and the measured X-ray stresses were obtained from the carbon fiber and the polyamide matrix respectively. This time, the carbon fiber is measured by the 3-axis method and $\sin^2\psi$ method. These stresses calculated to compare.

Keywords : X-ray stress measurement, CFRP composite, carbon fiber

1. はじめに

複合材料は高分子材料を他の材料と複合化することで繊維強化プラスチック（FRP）として発展してきた。中でも炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は炭素繊維と高分子を複合化することで、鉄やアルミ等の金属材料より低密度ながらも比強度が高く、軽くて強い材料であることから、現在では航空宇宙や自動車分野などに広い分野で使用されている⁽¹⁾。繊維強化材料の製作過程により、繊維と母材間の熱膨張係数の違いから繊維強化内部に熱誘起型の大きな残留応力が発生し性能に与える影響が問題となっている。そこで、これらの材料内部に存在する残留応力を測定する方法としてX線応力測定法が知られている⁽²⁾。

本研究では、炭素繊維とポリアミドを用いて製作した CFRP 材の内部応力を評価する。CFRP 材中の内部の応力状態を調べるための準備として、まず CFRP 材を構成する炭素繊維とポリアミドのそれぞれについて測定を行う。概知の引張の負荷を与え、発生した応力を X 線応力測定法により測定する。先行研究によりポリアミドの X 線応力測定はすでに終わっているため⁽²⁾、炭素繊維について応力測定を行う。今回、3 軸法と $\sin^2\psi$ 法により CFRP 材の応力を算出し、それぞれを比較し考察を行う。

2. X線応力測定法の原理

2.1 3軸応力解析法 高分子材料や炭素繊維のように、X線による透過法が使用可能な場合は3軸応力解析法（3軸法）の適用が可能となる。3軸法は主に中性子回折を用いた応力測定に用いられる手法である。試料の直交する3方向のX線回折ピークを測定し、得られた格子面間隔 d を用いて式(1)に示すフックの法則から応力値を算出する。

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0}$$

$$\sigma_x = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{ (1-\nu)\varepsilon_x + \nu(\varepsilon_y + \varepsilon_z) \}$$

$$\sigma_y = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{ (1-\nu)\varepsilon_y + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_z) \} \quad (1)$$

$$\sigma_z = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)} \{ (1-\nu)\varepsilon_z + \nu(\varepsilon_x + \varepsilon_y) \}$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 ε はひずみ、 d は格子面間隔、 d_0 は無応力状態の格子面間隔である。

* 専攻科 機械システム工学専攻

** 機械工学科 教授

2.2 $\sin^2\psi$ 法 Fig. 1 に X 線応力測定における座標系を示す。この図において試料法線方向からの傾きを ψ 角と定義する。

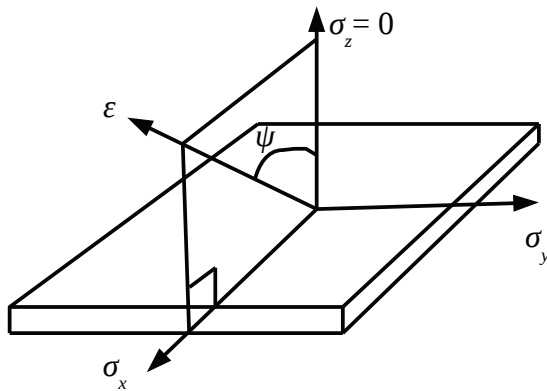


Fig. 1 Coordinate system of X-ray stress measurement

ここで X 線の侵入深さがきわめて浅い場合、もしくは試料厚さがきわめて薄い場合、サンプルの測定部分は平面応力状態であると仮定でき表面層の応力 σ はフックの法則を用いてまとめると式 (2) のようになる⁽³⁾。

$$\sigma_x = \frac{E}{1+\nu} \cdot \frac{1}{d_0} \cdot \frac{\partial d_\psi}{\partial(\sin^2\psi)} \quad (2)$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 d_0 は無応力状態の格子面間隔、 d_ψ は ψ 角傾いた時の格子面間隔である。いくつかの ψ 角で回折線ピークを測定し、格子面間隔 d を算出する。これらの測定結果を縦軸に ψ 角毎の回折角 2θ から算出した格子面間隔 d 、横軸に $\sin^2\psi$ でグラフにプロットする。これらの測定点を回帰直線で直線近似すると、近似直線の傾きから応力を計算することができる。このグラフは $d-\sin^2\psi$ 線図と呼ばれ、X 線応力測定法では最も広く利用されている手法である。Fig. 2 に $d-\sin^2\psi$ 線図の概要を示す。

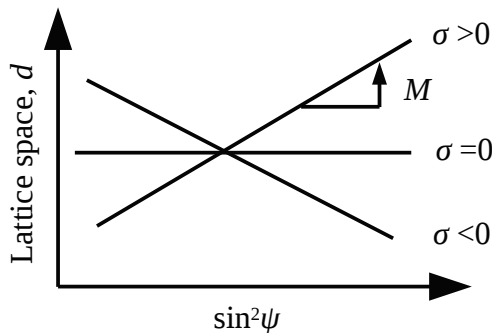


Fig. 2 Schematic diagram of $d-\sin^2\psi$ diagram

さらに、一般的な応力測定に適用するために、試料に既知の負荷応力を加え、いくつかの $d-\sin^2\psi$ 線図を測定する。これらの $d-\sin^2\psi$ 線図から得られた直線の傾き M を縦軸に、既知の負荷応力を横軸にとると、Fig. 3 に示す $M-\sigma$ 線図が得られる。この $M-\sigma$ 線図を材料ごとに準備すれば必要な応力評価が可能となる。

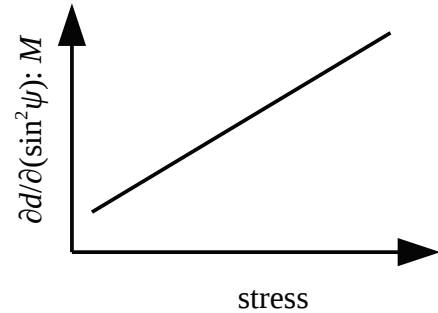


Fig. 3 Coordinate system of $M-\sigma$ diagram

さらに、この $d-\sin^2\psi$ 法を用いた測定法として反射法と透過法があり、一般に金属材料の X 線応力測定には、反射法が用いられ、エネルギーが高い X 線や吸収率が低い材料の場合には透過法を用いることができる。反射法および透過法のモデル図を Fig. 4 に示す。

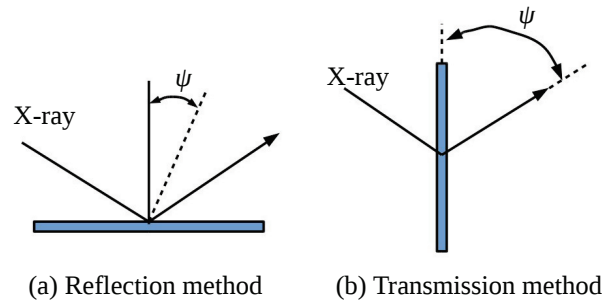


Fig. 4 Reflection and transmission method

低角側に出現する材料の回折線ピークを測定する場合、通常の並傾法では X 線応力装置の照射域に対して試料の可動域が小さいので、 ψ 角を十分に確保できないが、透過法を用いれば X 線応力装置の照射域に対して試料の可動域を大きくとれるので、 ψ 角を十分に確保することができる。逆にピークの出現位置が低角側であるほど ψ 角を広く設定することができる。

また、透過法の場合、反射法のように回折線が受光側のスリット上に集光せず逆に発散してしまう。そのため透過法を使用するときには、光学系としては平行スリットまた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。

3. 測定サンプル

3.1 CFRP 材 Fig.5 (a) に炭素繊維とポリアミド繊維から成る CFRP 材の完成時の外観 (上) と炭素繊維とポリアミド繊維を編みこんだ状態の製作前の材料 (下) の様子を示す。製作前の材料をヒートプレスで加熱成型することでポリアミドが炭素繊維を保持する複合材料となる。今回、測定で用いたサンプルは Fig.5 (b) の CFRP の板材である。寸法は $80 \times 10 \text{ mm}$ 、 $t=1.1 \text{ mm}$ である。

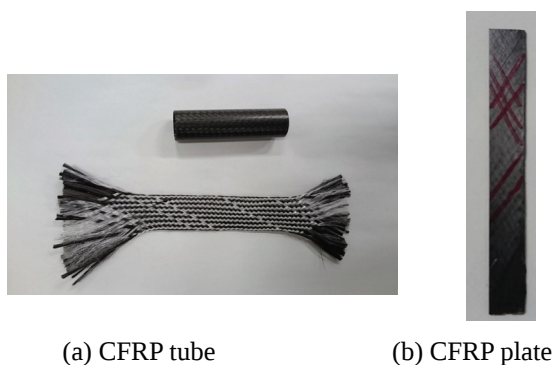


Fig. 5 CFRP composite

3.2 炭素繊維 測定で用いるサンプルは (株) 東レの T300-3000 の炭素繊維である。以下の手順で炭素繊維材の引張試験用サンプルを作製した。

- ・炭素繊維とポリアミドを編みこんだ状態のものから炭素繊維だけを抜き取る。
- ・炭素繊維をアセトンで脱脂する。
- ・紙に寸法 (40~50 mm) を書き込む。
- ・紙に接着剤を付ける。接着剤を薄くのぼす。
- ・接着剤を着けた位置に炭素繊維の両端を置き、その上から接着剤を炭素繊維に指ですり込ませ、紙で挟む。
- ・炉で 100°C の温度で 30 分以上熱した後、サンプルを炉から取り出す。
- ・サンプルの両端に圧着端子を着け接着剤で固定する。これにより、小型引張試験機のチャック部での滑りを少なくしている。完成したサンプルを Fig.6 に示す。また、この炭素繊維の物性値を Table 1 に示す。



Fig. 6 Sample of carbon fiber

Table 1 Characteristic of carbon fiber (TORAY T300-3000)⁽⁴⁾

Tensile strength	3260 MPa
Tensile elasticity	233 GPa
Filament	3000
Density	1.76 g/cm^3

4. X線による測定

4.1 3軸法による測定 炭素繊維を MoK α の特性 X 線を使用して 0N から 98N まで段階的に負荷をかけながら反射法及び透過法で X 線回折を行う。このときの測定条件を Table 2 に示す。

Table 2 Conditions of X-ray stress measurement for carbon fiber samples

	Reflection method	Transmission method
Characteristic X-ray	MoK α	MoK α
Tube voltage	30 kV	37.5 kV
Tube current	20 mA	22.5 mA
Measurement angle	$2\theta=8.0 \sim 16.0^\circ$, 0.2 step	$2\theta=15.0 \sim 25.0^\circ$, 0.2 step
F.T.	5 s	30 s
Filter	Zirconium	Zirconium

次に CFRP の板材について MoK α の特性 X 線を用いて X 線回折を行う。この時、CFRP の板材は Fig.7 中の楕円で囲まれている白線の方向の炭素繊維を対象とする。この炭素繊維に対して 3 軸の方向の格子面間隔を測定する。また、Fig.8 に示すように CFRP の板材の炭素繊維は格子状になっているため、X 線管球に対し平行に台に取り付けてしまうと、炭素繊維の長手方向を測定をすることができない。しかし CFRP の板材を傾けて繊維方向を X 線管球に対し平行に台に取り付けることで CFRP の板材中の炭素繊維を測定することができる。これは、繊維同士が 60° で交わっており、繊維長手方向では $\psi=\pm 45^\circ$ 、直交方向では $\psi=\pm 20^\circ$ の範囲において交わっている方向の繊維は測定されないからである。この CFRP の板材のセッティングの方法は $\sin^2\psi$ 法による測定も同じである。また、3 軸方向の測定の様子を Fig.9 に示す。

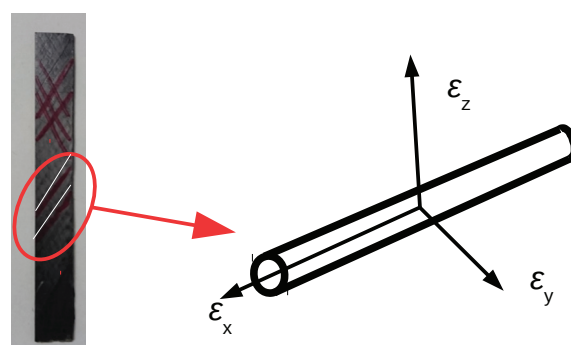


Fig. 7 3-axis coordinate of carbon fiber part of CFRP plate

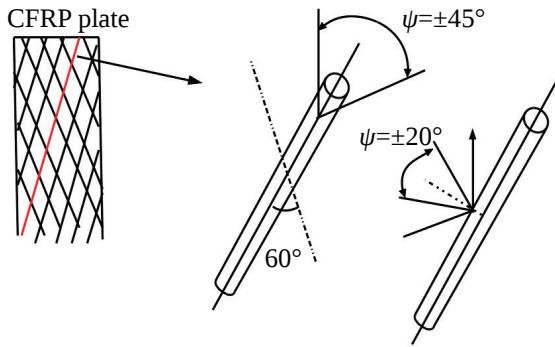


Fig. 8 Texter angle and measurement direction

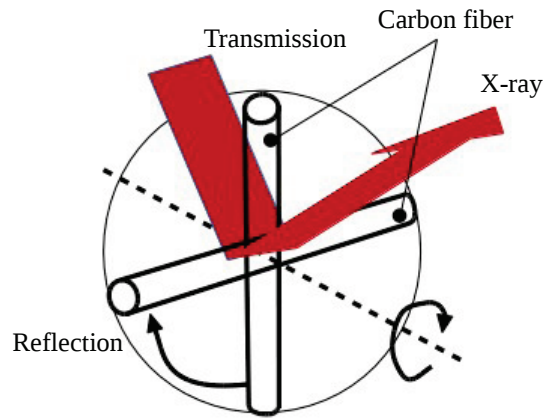


Fig. 10 Fiber orientation and $\sin^2\psi$ method

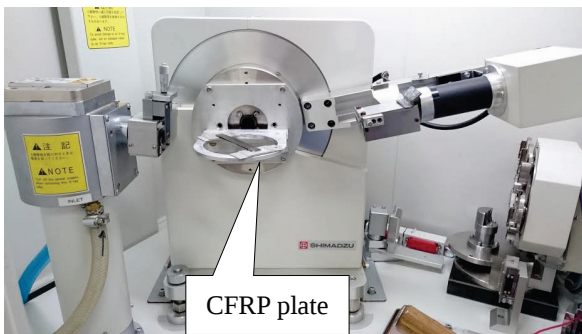


Fig. 9 Measurement of 3-axis direction



Fig. 11 Measurement of $\sin^2\psi$ method

CFRP の板材の 3 軸方向の測定条件を Table3 に示す。

Table3 Conditions of X-ray stress measurement for CFRP plate by 3-axis method

	x-axis	y-axis	z-axis
Characteristic X-ray	MoKα	MoKα	MoKα
Tube voltage	30 kV	30 kV	30 kV
Tube current	20 mA	20 mA	20 mA
Measurement angle	2θ=7.0~24.0°, 0.2 step	2θ=7.0~18.0°, 0.2 step	2θ=7.0~18.0°, 0.2 step
F.T.	60 s	60 s	60 s
Filter	Zirconium	Zirconium	Zirconium

4.2 $\sin^2\psi$ 法による測定 初めに、X線の入射に対する炭素繊維に対してFig. 10のように90から0°まで10°ずつ傾けながらX線回折を行い $\sin^2\psi$ 法の確認を行う。このときの様子をFig. 11に示す。また、この測定で得られたピークプロファイルFig. 12に示す。

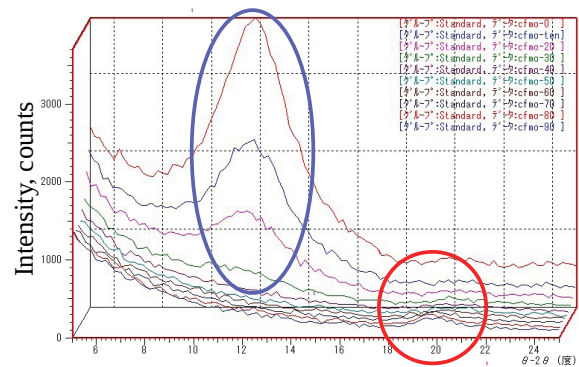


Fig. 12 Peak profile alterations of carbon fiber

このピークプロファイルでは、楕円で囲まれているピークが $\psi = 0 \sim 20^\circ$ 、円で囲まれているピークが $\psi = 90 \sim 40^\circ$ で出現している。そこで、円で囲まれている繊維長手方向に対して測定することとした。測定は炭素繊維とCFRPの板材のそれぞれに対して、透過法で $\sin^2\psi$ 法によるX線測定を行う。このとき炭素繊維の $\sin^2\psi$ 法の測定は ψ 角を $-90 \sim -45^\circ$ 傾けながら荷重を $0 \sim 39.2 \text{ N}$ まで5段階の負荷を与えて測定を行う。この工程を5回繰り返し行い、結果を重ねあわせた。炭素繊維の測定条件をTable 4に CFRPの板材の測定条件をTable 5に示す。

Table 4 Conditions of carbon fiber by $\sin^2\psi$ method

Characteristic X-ray	MoK α
Tube voltage	30 kV
Tube current	20 mA
$\sin^2\psi$	0.5 ~ 1.0
Measurement angle	$2\theta=17.0 \sim 23.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
F.T.	20 s
Filter	Zirconium

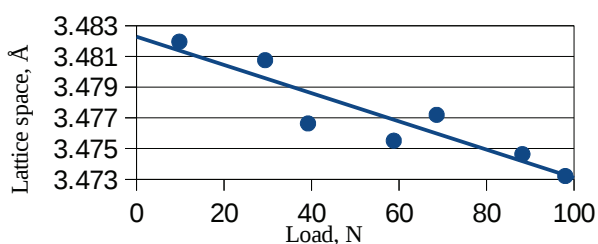
Table 5 Conditions of CFRP plate by $\sin^2\psi$ method

Characteristic X-ray	MoK α
Tube voltage	30 kV
Tube current	20 mA
$\sin^2\psi$	0.5 ~ 1.0
Measurement angle	$2\theta=17.0 \sim 24.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
F.T.	30 s
Filter	Zirconium

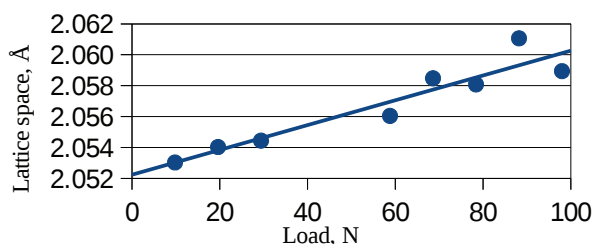
測定結果より $\sin^2\psi$ 線図を描き、この $\sin^2\psi$ 線図から傾きと応力のグラフである $M-\sigma$ 線図を求める。さらに $M-\sigma$ 線図を用いて応力値を算出する。

5. 測定結果と考察

5.1 3軸法の測定結果 Fig. 13に炭素繊維のX線測定の結果を示す。(a)は反射法、(b)は透過法を用いた測定結果である。



(a) Result of lattice spacing vs. applied load in reflection method



(b) Result of lattice spacing vs. applied load in transmission method

Fig. 13 Measurement results of MoK α

縦軸にX線回折のピークより算出した格子面間隔を取り、横軸は負荷荷重を示している。Fig. 13より、プロットした点が直線にほとんど乗っているの、良い結果が得られたと考えられる。また、荷重が負荷されると(a)の反射法の場合、C軸方向の格子面間隔が小さくなっていることが確認できる。これは、負荷を与えることで炭素繊維が繊維長手方向に引張られ、C軸方向[002]に収縮が発生したためであると考えられる。さらに、(b)の透過法の場合に繊維長手方向では、反射法と逆の傾向が出ていることが確認できる。フックの法則のひずみを算出するため、Fig. 13の(a)、(b)のグラフの切片を d_0 とする。

次にCFRPの板材の炭素繊維部の3軸方向の格子面間隔の測定結果はそれぞれx軸方向：2.008、y軸方向：3.563、z軸方向：3.556となった。これらを d として(1)式に代入して計算を行うと3軸方向の応力はTable6のように算出された。ここで、ポアソン比0.3は仮定して用いたものである。また、ポアソン比1.05は炭素繊維の測定で得られた格子面間隔より算出したものである。

Table 6 Results of stress by 3-axis direction

Poisson's ratio	σ_x [MPa]	σ_y [MPa]	σ_z [MPa]
0.30	5608.638	9894.052	9541.706
1.05	-4772.925	-2055.345	-2278.784

3軸法で求められた応力値は3方向とも2~4GPaの応力値となり実際の想定される応力値よりも大きな値となった。この結果より、3軸法による応力測定は今回の手法では正確な応力値が得られないことが明らかとなった。

これらの原因は材料の大きな異方性やひずみの測定精度が原因と考えられ、今後の課題である。

5.2 $\sin^2\psi$ 法の測定結果 Fig. 14に炭素繊維の $\sin^2\psi$ 線図の結果を示す。また、 $\sin^2\psi$ 線図から得られた傾きにより描いた $M-\sigma$ 線図をFig. 15に示す。これは縦軸に $\sin^2\psi$ 線図の傾き、横軸に負荷応力を示している。

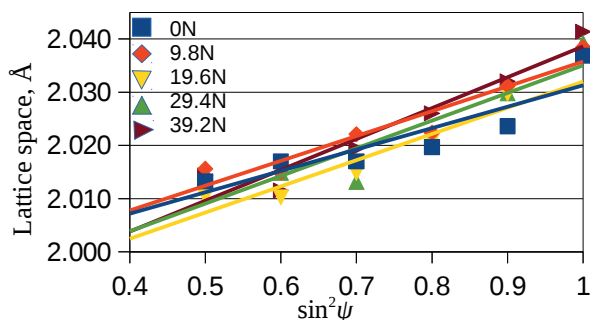


Fig. 14 $\sin^2\psi$ diagram of carbon fiber

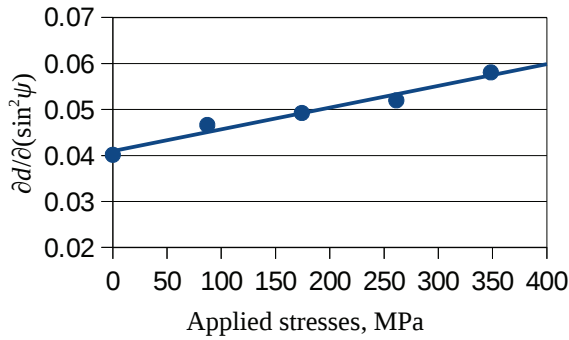
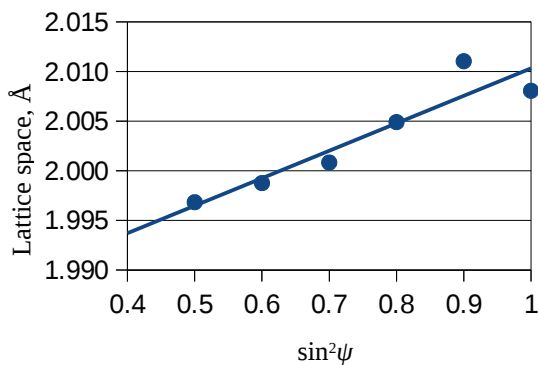


Fig. 15 M- σ diagram of carbon fiber

Fig. 14から荷重を増加させると、傾きが大きくなっていることや直線性が良いことがわかる。これは、誤差が生じてしまう場合があっても測定結果を重ねあわせることで誤差の影響を少なくしているからだと考えられる。また、Fig. 15からこの炭素繊維には引張の応力が負荷されていることがわかる。

次にFig. 16に CFRP の板材の炭素繊維部の $\sin^2\psi$ 線図



の結果を示す。

Fig. 16 $\sin^2\psi$ diagram of CFRP plate

Fig. 16より、直線性が良好だということがわかる。この $\sin^2\psi$ 線図より、この関数の傾きが0.0277と算出された。この傾きをFig. 15のM- σ 線図上にプロットすると、Fig. 17に示すようになる。

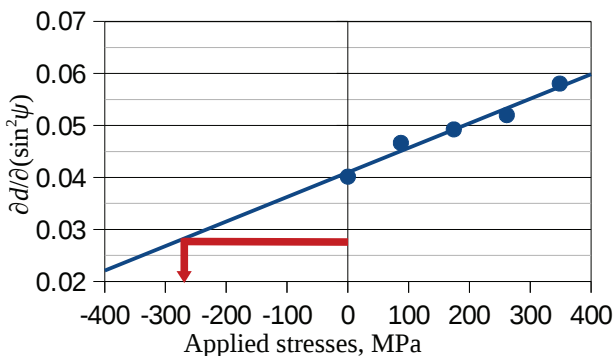


Fig. 17 Stress estimation by the M- σ diagram of CFRP plate

Fig. 17より CFRP の板材の炭素繊維部に -280MPa の圧縮があることがわかった。

6. まとめ

- (1) 3軸法による応力の計算は今回使用できないことがわかった。
- (2) 炭素繊維の $\sin^2\psi$ 法を用いた応力の計算ができることが確認できた。
- (3) MoK α の特性 X線を用いることで透過での測定を行えることがわかった。

謝辞

本研究は JSPS 科研費25420037の助成を受けたものです。ここに感謝の意を表します。

参考文献

- (1) CFRPとは | 株式会社 UCIDA
[online] www.uchida-k.co.jp/reference-cfrp/introduction
(参照 2016-2-16)。
- (2) 西田真之, 土居泰成, 松英達也, 英崇夫: CFRP コンポジットの X線応力測定, 第48回 X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, pp.95-98, 2014.
- (3) Taisei Doi, Masayuki Nishida and Junichi Ozaki: "Residual Stress Measurement of Industrial Polymers by X-ray Diffraction", Advanced Materials Research, Vol. 1110, pp 100-103, 2015 .
- (4) トレカ ®糸 | トレカ ® | TORAY
[online] www.torayca.com/lineup/product/pro_001.html
(参照 2016-2-23)。
- (5) 西田真之, 土居泰成: CFRP コンポジットの X線応力測定, 第49回 X線材料強度に関するシンポジウム講演論文集, pp.63-65, 2015.
- (6) Masashi Kitamura, Masayuki Nishida and Takao Hanabusa: "Residual Stress Measurement Of High Molecular Matter By Transmission X-ray Diffraction", Materias Science Forum, Vol. 681, pp 381-386, 2011.