

炭素繊維材料のX線応力測定

河村惟友* 西田真之**

X-ray Stress Measurement of Carbon Fiber Material

Yuito KAWAMURA* Masayuki NISHIDA**

ABSTRACT

In a fiber reinforced material such as CFRP(carbon fiber reinforced plastic), a large residual stress occurs in the reinforcing fiber due to the difference in thermal expansion coefficient between the fiber and the base material. The purpose of this research is to focus on the carbon fiber material and the polyamide used for CFRP and evaluate its internal stress state. In this study the residual stress was measured by X-ray stress measurement method. In this research, we attempted stress measurement with higher precision by using the transmission method instead of the reflection method. Tensile loads were applied to a carbon fiber material by a small tensile testing machine, and the generated stress was measured using characteristic X-ray of MoK α and CuK α . As a result, in the X-ray stress measurement method using the transmission method, the high angle side of the diffraction peak shifted and the asymmetry increased.

Keywords : X-ray stress measurement, carbon fiber, CFRP, residual stress, d - $\sin^2\psi$ method

1. はじめに

炭素繊維は高分子材料と組み合わせることで、炭素繊維強化プラスチック(CFRP)などの複合材料として用いられる。現在、CFRPは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。そのため、航空宇宙や自動車分野などで広く使用されている。繊維強化材料では、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、材料の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線応力測定法がある。

本研究では、CFRPに使用される炭素繊維材料の内部応力を評価する。既知の引張負荷を与え、発生した応力をMoK α とCuK α の2種類の特性X線を用いて測定する。得られた結果から負荷応力とX線により測定された応力の関係を求め、X線的弾性定数を算出し、炭素繊維材料の内部応力状態について比較を行う。また、CFRPの母材に使用されるポリアミドについても同様にX線応力測定を行い、内部応力状態を考察する。

2. X線応力測定および測定試料の準備

2.1 $\sin^2\psi$ 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。

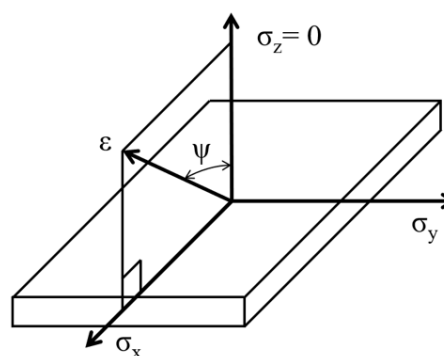


Fig. 1 Coordinate system of X-ray stress measurement.

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、試料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(1)のようになる⁽¹⁾。

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

* 専攻科 機械システム工学専攻

** 機械工学科 教授

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可能となる⁽²⁾⁽³⁾。このグラフは $d\text{-}\sin^2\psi$ 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 $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図の概要を示す。

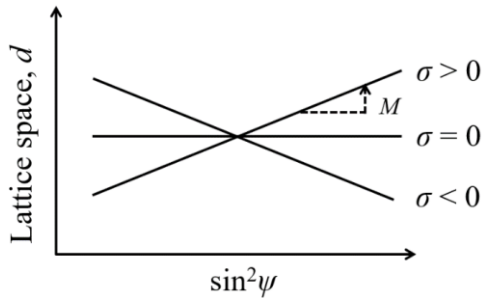


Fig. 2 Schematic diagram of $d\text{-}\sin^2\psi$ diagram.

さらに、一般的な応力測定を適用するために、試料に既知の応力負荷を加え、いくつかの $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図を作成する。これらの $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図から得た直線の傾き M を縦軸に、既知の負荷応力を横軸にとると、Fig. 3 に示す $M\text{-}\sigma$ 線図が得られる。この $M\text{-}\sigma$ 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。

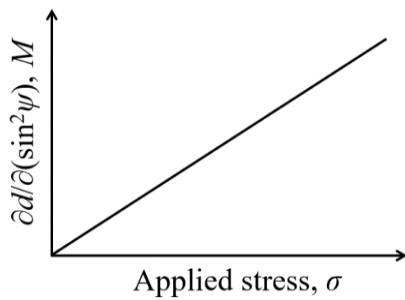


Fig. 3 Coordinate system of $M\text{-}\sigma$ diagram.

この $d\text{-}\sin^2\psi$ 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。

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ため、 ψ 角を十分に確保できない。しかし、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ることができ、 ψ 角を十分に確保することができる。逆に回折線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、透過法では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、光学系としては並行スリットまたはコリメータを使用する必要がある。

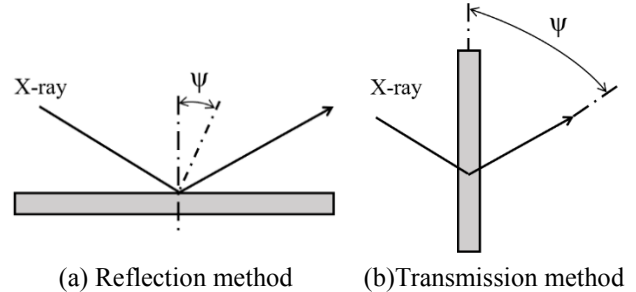


Fig. 4 Reflection and Transmission method.

2.2 測定試料の準備 測定に用いた炭素繊維は、Table 1 に示す物性値を有する(株)東レの T300-3000 である。炭素繊維に引張の負荷を与えるために小型の引張試験機を使用する。Fig. 5 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。

本実験では、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。また、ポリアミドの測定には 80×10 mm、厚さが 0.055 mm の寸法のポリアミドシートを使用した。Table 2 にポリアミドシートの物性値を示す。

Table 1 Characteristics of T300-3000.

Maximum stress [GPa]	3.53
Young's modulus [GPa]	230
density [g/cm^3]	1.76
Maximum strain [%]	1.5



Fig. 5 Sample of carbon fiber.

Table 2 Characteristics of polyamide.

Poison's raito	0.41
Young's modulus [GPa]	2.5
Density [kg/m^3]	1130
Liner expansion coefficient [ppm/K]	90
Thermal conductivity [$\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$]	0.25

3. 実験方法

3.1 MoK α 線を用いた X 線回折 本実験では炭素繊維とポリアミドの試料をそれぞれ, MoK α の特性 X 線を用い透過法にて X 線応力測定を行う. 二つの試料を MoK α の特性 X 線で測定したピークプロファイルを Fig. 6 に示す.

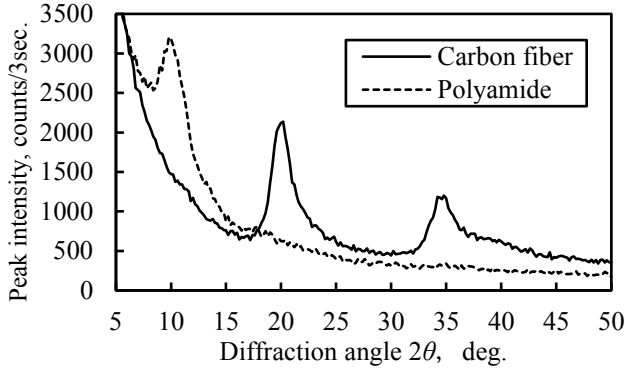


Fig. 6 Peak profile of carbon fiber and polyamide (MoK α).

Fig. 6 に示している炭素繊維のピークプロファイル上において, $2\theta = 20^\circ$ 近辺に出現しているピークを使用して内部応力状態を確認する. 炭素繊維試料を X 線回折装置のゴニオメータ上に設置した小型の引張試験機に取り付け, 段階的に荷重を与えていく. 引張荷重はねじを締めていくことで負荷しており, 小型引張試験機に取り付けられたひずみゲージから荷重を算出している. また, ポリアミドの測定ではポリアミドシートを試験機に取り付け, 分銅によって段階的に引張荷重を与えていく. ポリアミドのピークプロファイル上において, $2\theta = 10^\circ$ 近辺に出現しているピークを使用する. MoK α の特性 X 線を用いた X 線応力測定の測定条件を Table 3 に示す.

Table 3 Condition of X-ray measurement (MoK α).

Characteristic x-ray	MoK α
Tube voltage [kV]	40
Tube current [mA]	20
$\sin^2\psi$	(carbon fiber) 0.5~1.0
	(polyamide Sheet) 0.5~1.0
Measurement angle	(carbon fiber) $2\theta = 17.0 \sim 25.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
	(polyamide Sheet) $2\theta = 8.0 \sim 14.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
F.T. [sec]	15
Filter	Zirconium

3.2 CuK α 線を用いた X 線回折 前節と同様に炭素繊維とポリアミドの試料をゴニオメータ上の試験機に設置し, 段階的に引張荷重を与え, CuK α の特性 X 線を用い透過法で X 線応力測定を行う. 二つの試料を MoK α の特性 X 線で測定したピークプロファイルを Fig. 7 に示す.

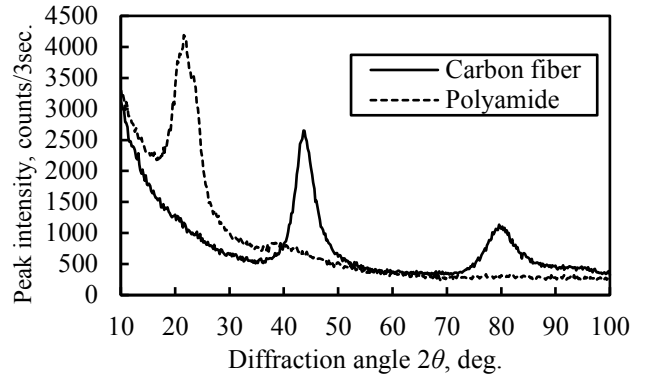


Fig. 7 Peak profile of carbon fiber and polyamide (CuK α).

Fig. 7 に示している炭素繊維のピークプロファイル上において, $2\theta = 45^\circ$ 近辺に出現しているピークを使用する. また, ポリアミドの場合はピークプロファイル上において, $2\theta = 22^\circ$ 近辺に出現しているピークを使用する. CuK α の特性 X 線を用いた X 線応力測定の測定条件を Table 4 に示す

Table 4 Conditions of X-ray measurement (CuK α).

Characteristic x-ray	CuK α
Tube voltage [kV]	40
Tube current [mA]	20
$\sin^2\psi$	(carbon fiber) 0.5~1.0
	(polyamide sheet) 0.5~1.0
Measurement angle	(carbon fiber) $2\theta = 38.0 \sim 51.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
	(polyamide Sheet) $2\theta = 17.0 \sim 28.0^\circ, 0.2 \text{ step}$
Fixed time [sec]	15
Filter	Nikkel

4. 実験結果および考察

4.1 MoK α 線を用いた X 線回折結果 Fig. 8 に MoK α 線による炭素繊維の X 線回折結果から半価幅法を用いて求めた $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図を示す. また, $d\text{-}\sin^2\psi$ 線図から得られた傾きと負荷応力により描いた $M\text{-}\sigma$ 線図を Fig. 9 に示す.

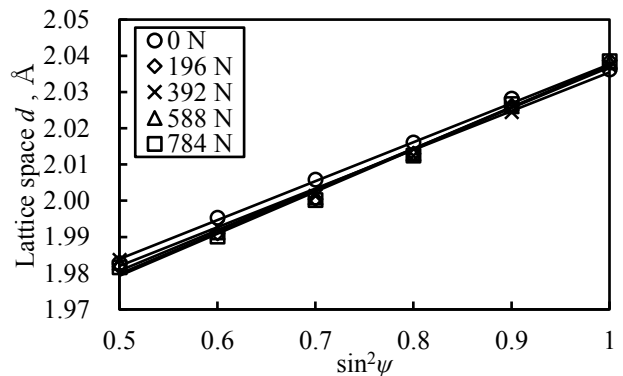


Fig. 8 $d\text{-}\sin^2\psi$ diagrams of carbon fiber (H.W. 50 %, MoK α).

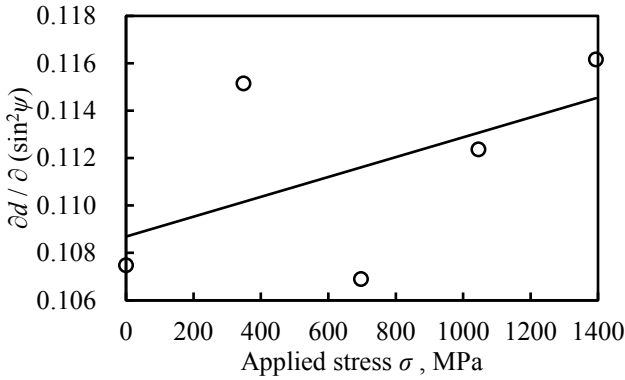


Fig. 9 M - σ diagram of carbon fiber (H.W. 50%, MoK α).

Fig. 8 より、負荷をかけていない初期状態においても d - $\sin^2\psi$ 線図が傾いていることが確認できる。また Fig. 9 より、 M - σ 線図にプロットされた点がきわめてばらついており、直線性が良くないことが分かる。プロットした点がばらつくひとつの要因として、 ψ 角が 90° から 45° へと傾くに連れて回折線ピークの高角側がシフトし、ピークプロファイル全体が非対称性を示して回折線ピークが広がることが挙げられる。そこで、非対称性が大きくなるピークの高角側を除いて Gauss 曲線近似法を用いて再度ピーク位置の決定を行った。Fig. 10 に Gauss 曲線を用いた d - $\sin^2\psi$ 線図を示し、Fig. 11 に M - σ 線図を半価幅法と Gauss 曲線近似法で比較したグラフを示す。

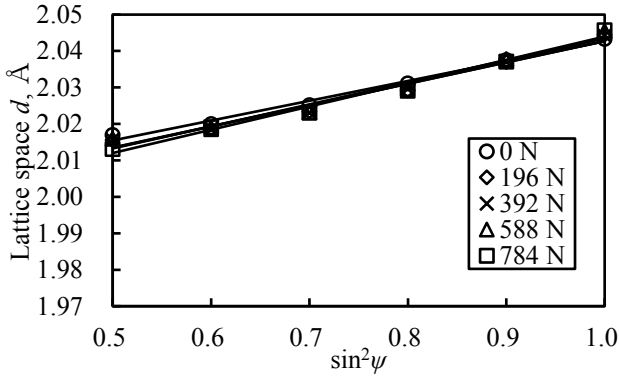


Fig. 10 d - $\sin^2\psi$ diagrams of carbon fiber (Gaussian 80 %, MoK α).

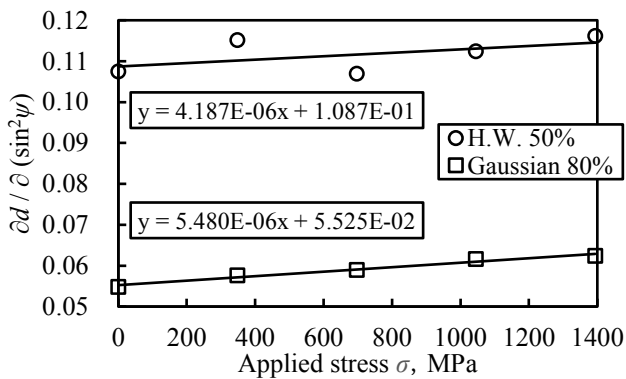


Fig. 11 M - σ diagrams of carbon fiber (H.W. 50 % and Gaussian 80 %, MoK α).

Fig. 10より、Gauss曲線近似法を用いた場合でも負荷をかけていない初期状態において d - $\sin^2\psi$ 線図が傾いていることが確認できる。また、炭素繊維に与える負荷が大きくなるにつれて、わずかながら d - $\sin^2\psi$ 線図の傾きが変化していることが分かる。Fig. 11より、半価幅法と Gauss 曲線近似法で M - σ 線図を比較すると Gauss 曲線近似法を用いた場合で直線性が良くなり、わずかながら傾きも増大している。このことから、MoK α 線を用いた炭素繊維の X 線回折において、Gauss 曲線近似法でのフィッティングが有効であると考えられる。

次に、Fig. 12 に MoK α 線を用いたポリアミドの X 線回折結果から半価幅法でピーク位置の決定をして求めた d - $\sin^2\psi$ 線図を示す。また、 d - $\sin^2\psi$ 線図から得られた傾きと負荷応力により描いた M - σ 線図を Fig. 13 に示す。

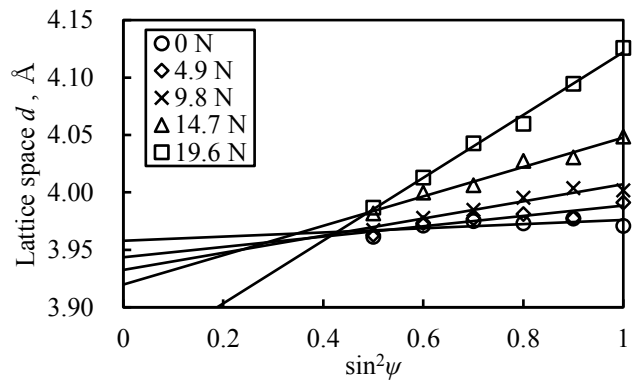


Fig. 12 d - $\sin^2\psi$ diagrams of polyamide (H.W. 50 %, MoK α).

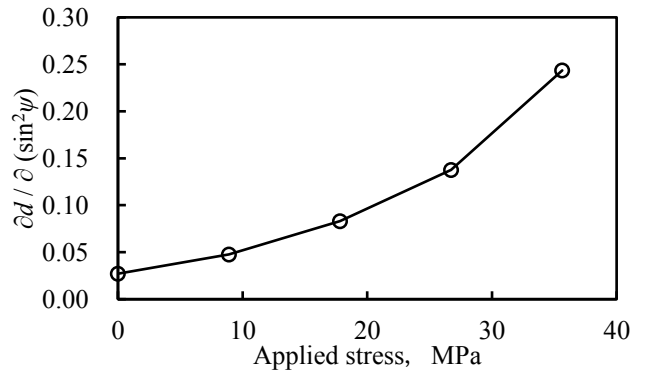


Fig. 13 M - σ diagram of polyamide (H.W. 50 %, MoK α).

Fig. 12より、それぞれの近似直線は良好な直線性を示し、 $\sin^2\psi = 0.4$ 付近で交わっている。したがって、残留応力を算出することが可能であると考えられる。近似直線のひとつが大きく傾いているが、これは負荷応力が大きいために塑性変形を起こしているためだと考えられる。Fig. 13より、負荷応力が増加するにつれて d - $\sin^2\psi$ 線図の傾きも増大している。よって、ポリアミドの残留応力測定は可能であることが分かる。しかし、 M - σ 線図は直線的ではなく湾曲している。このことについては更なる調査が必要である。

4.2 CuK α 線を用いたX線回折結果 Fig. 14にCuK α 線を用いた炭素繊維のX線回折結果からGauss曲線近似法を用いて求めた d - $\sin^2\psi$ 線図を示す. また, M - σ 線図をMoK α 線とCuK α 線で比較したグラフをFig. 15に示す.

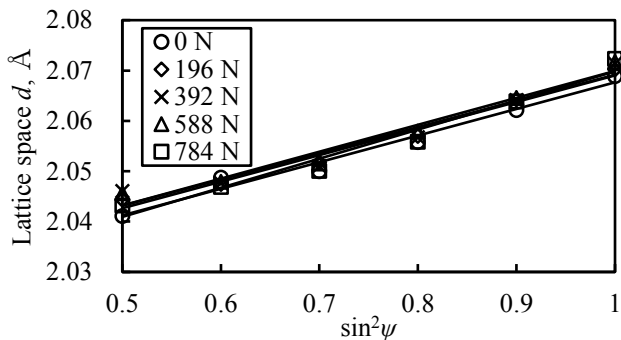


Fig. 14 d - $\sin^2\psi$ diagrams of carbon fiber (Gaussian80%, CuK α).

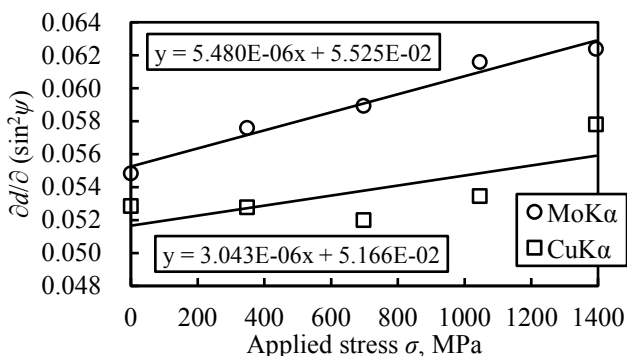


Fig. 15 M - σ diagrams of carbon fiber using MoK α and CuK α .

Fig. 14より, 負荷をかけていない初期状態においても d - $\sin^2\psi$ 線図が傾いていることが確認でき, CuK α 線を用いた炭素繊維のX線回折結果はFig. 10のMoK α 線を用いた回折結果と同様に d - $\sin^2\psi$ 線図が湾曲している形となった. Fig. 15より, MoK α とCuK α の特性X線の違いを比較すると, MoK α 線を用いて測定した場合で直線性が良好であり, 傾きもわずかではあるが大きい. したがって, 炭素繊維のX線回折応力測定においてMoK α の特性X線を用いて測定することでより詳細な内部応力状態を考察できると考えられる.

次に, Fig. 16にCuK α 線を用いたポリアミドのX線回折結果から求めた d - $\sin^2\psi$ 線図を示す. また, M - σ 線図をMoK α 線とCuK α 線で比較したグラフをFig. 17に示す.

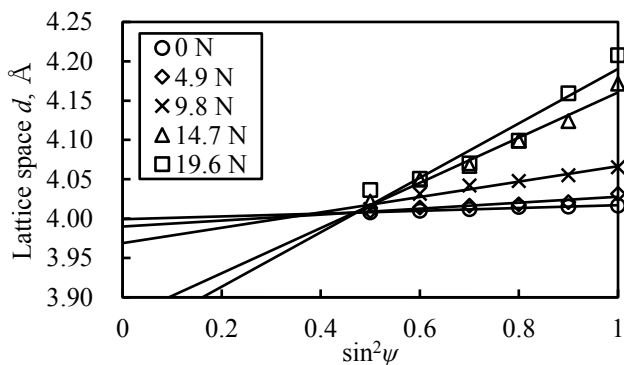


Fig. 16 d - $\sin^2\psi$ diagrams of polyamide (H.W. 50 %, MoK α).

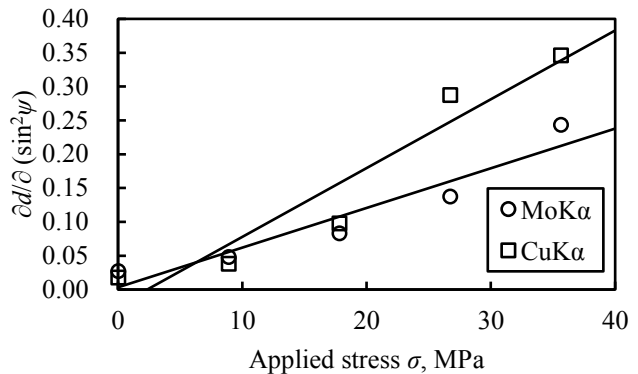


Fig. 17 M - σ diagrams of polyamide using MoK α and CuK α .

Fig. 16よりCuK α 線を用いた測定においても直線性が良好であることが分かる. Fig. 17より, 特性X線の違いによって比較すると, CuK α の特性X線を用いて測定した場合で傾きがやや大きくなっている. したがって, ポリアミドのX線回折応力測定においてCuK α の特性X線を用いて測定することでより詳細な内部応力状態を考察できると考えられる.

5. まとめ

1. 炭素繊維の X 線応力測定において, 透過法を用いた d - $\sin^2\psi$ 法では回折線ピークの高角側がシフトし非対称性が大きくなる.
2. 炭素繊維の X 線応力測定において, Gauss 曲線近似法でピーク位置の決定を行うことで良好な直線性を得ることができる.
3. MoK α と CuK α の特性 X 線を用いた透過法によって, 炭素繊維, ポリアミドの負荷荷重による d - $\sin^2\psi$ 線図の傾きの増加を確認できた.

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) Masashi Kitamura, Masayuki Nishida and Takao Hanabusa: "Residual Stress Measurement of High Molecular Matter by Transmission X-ray Diffraction", Materials Science Forum, Vol. 681, pp 381-386, 2011.
- (2) 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.
- (3) Masayuki Nishida, M Refai Muslih, Yasukazu Ikeuchi, Nobuaki Minakawa and Takao Hanabusa: "Internal stress measurement of fiber reinforced composite by neutron diffraction with in-situ low temperature stress measurement system", Materials Science Forum, Vol. 490-491, pp 239-244, 2005.

