

# CFRP の繊維及び界面の特性が繊維破断 AE に与える影響

## Effect of Mechanical Property and surface treatment of Carbon Fibers on Fiber-Break AE of single fiber composite

航空宇宙工学コース

先端機械・航空材料工学研究室 1255025 石原 功一

### 1. 緒言

FRP は、軽量性、強度、剛性に優れているが、破壊プロセスは複雑であるため、信頼性向上のために FRP のリアルタイム非破壊検査法の開発が進められている。FRP の破壊形態は、主に繊維破断や界面剥離、マトリクスクラックなどがある。このような微視的な破壊形態を非破壊で検出する方法のひとつとして AE(Acoustic Emission)法がある。AE とはひずみエネルギーが破壊に伴って弾性波として放出される現象である。CFRP の損傷形態の違いにより、AE の周波数や持続時間などの特性が異なることは一般的に広く知られている<sup>1-3)</sup>。近年では、Wavelet 解析による時間一周波数解析も多く行われている<sup>4,5)</sup>。それらの解析技術は様々な FRP 構造に対して応用されているが、基本的な破壊モードによる AE のみを対象として Wavelet 解析を応用した研究はそれほど多くない。先行研究では繊維の機械特性と表面処理が繊維破断 AE に与える影響について検証を行ったが違いはあまり見られなかった。そこで本研究では、炭素繊維の機械特性および界面特性が繊維破断 AE に与える影響を明らかにすることを目的として、センサ間の距離すなわち繊維破断が生じる範囲を狭めた試験片を用いて引張試験を行い繊維破断 AE の Wavelet 解析を行った。

### 2. 実験方法

本研究では 2 種類のカーボンの単繊維強化 FRP (SFC, Single fiber composite) を作製した。炭素繊維は PAN 系 T700SC(東レ)とピッチ系 YSH-50A-20S(日本グラファイトファイバー)の 2 種類を用いた。繊維の引張強度と引張弾性率を表 1 に示す。エポキシ樹脂は主剤 ARALDITELY5052 と硬化剤 ARADUR5052CH (配合比 100:38) を使用し、図 1 に示す試験片を作製した。樹脂の硬化時間は、常温で 24 時間、80°C で 2 時間とした。図 2 に、本研究で行う引張試験の概要を示す。本研究では試験片の両端にそれぞれ 2 個のセンサを設置し、クロスヘッド速度 0.2mm/min で引張試験を行った。2 個のセンサ間の距離は、検査領域(平行部)10 mm と 25mm の試験片で、それぞれ 20mm と 35mm とした。平行部 25 mm は界面処理の条件で実験を行った。繊維の界面処理は、ごみの付着を除くエタノール処理だけでなく、アセトンで繊維のサイジング剤を除いたものも用意した。平行部 10 mm は、アセトンで繊維のサイジング剤を除いた。試験片当研究室で構成した AE 計測システムを用いて AE 波形を時間分解能 0.1μs、時間幅 1ms で記録した。さらにビデオマイクロスコープを用いた偏光観察により、目視による繊維破断の発生と進展のモニタリングを行った。

Table.1 Tensile Strength and Modulus of carbon fibers

	Tensile Strength [MPa]	Tensile Modulus [GPa]
T700SC	4900	230
YSH-50A-20S	3830	520

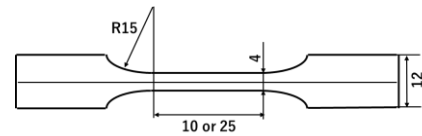


Fig.1 Dimension of the SFC specimen

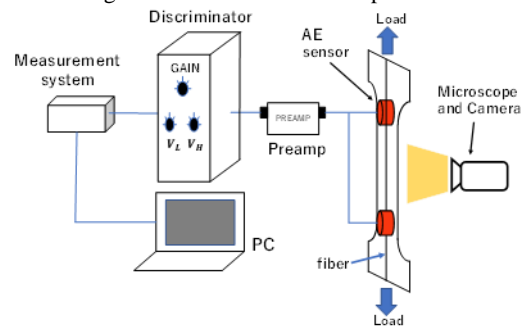


Fig.2 Schematic view of tensile test

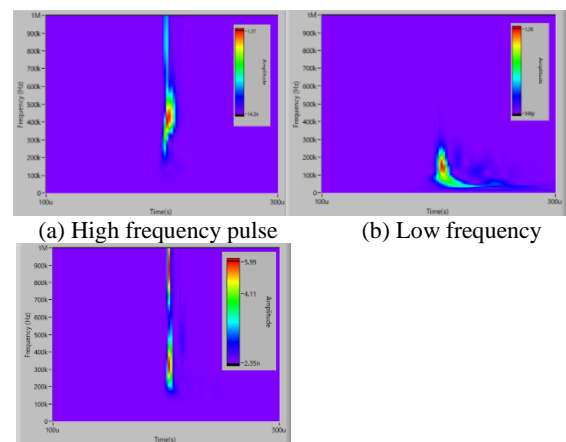


Fig.3 Wavelet daigram of AE signals in carbon SFC

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 AE 波形のウェブレットダイアグラム

図 3 に、AE 波形のウェブレットダイアグラムを示す。横軸は時間、縦軸は周波数である。時間一周波数関係から、その周波数特性が明確になることが分かる。図 3(a)は 400kHz 付近の中心周波数を持つパルス波であり、過去の研究から繊維破断による AE であることが分かる。図 3(b)は 200kHz 付近の中心周波数を持つ波形であり、過去の研究からマトリクスクラックまたは界面剥離によるものと思われる。さらに図 3(c)は 300kHz と 800kHz 付近の 2 つの中心周波数を持つ波形であり、繊維破断と繊維の引き抜きが同時に生じたと考えられる。

### 3.2 機械特性と界面特性による AE 周波数(平行部 25 mm)

200kHz 以上の AE に注目し、Wavelet 変換を用いて高周波 AE 信号の特性解析を行った。図 4 に、T700SC の高周波 AE の周波数と負荷ひずみの関係を示す。以前の研究で得られた図 4(a)の結果では 300kHz~400kHz に繊維破断による AE の分布が見られた。一方で図 4(b)では、300kHz~400kHz の繊維破断 AE に加えて、800kHz 付近の引き抜きによる高周波 AE が多く見られた。また、繊維破断 AE の周波数も(a)のサ

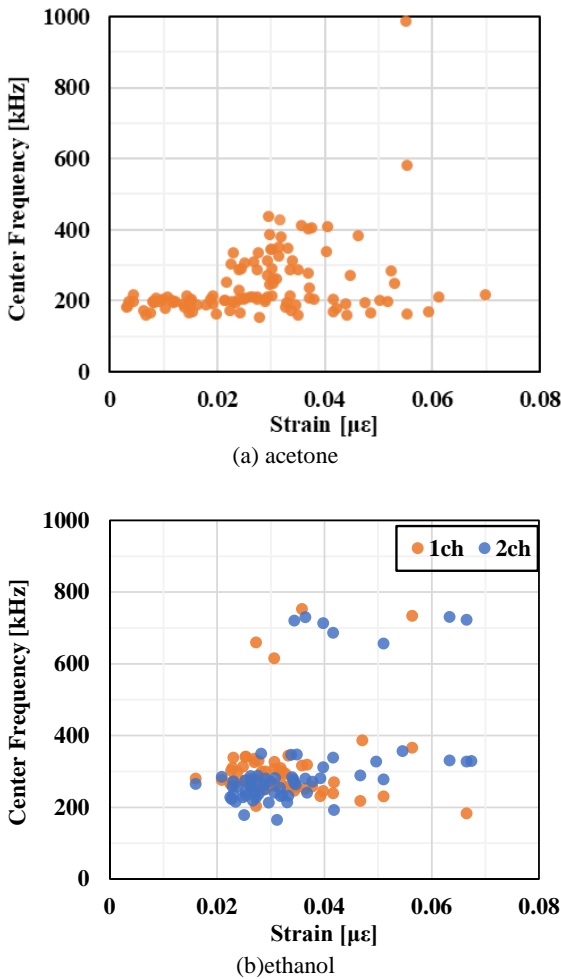


Fig.4 Relationship between strain and AE frequency in SFC of T700SC

イジング除去の方がやや低い傾向がある。ただし図 4(a)は AE センサ 1 つの結果であるので、この違いが界面処理の違いによるものかは断言できず、より詳細な検討が必要だろう。

図 5 に YSH-50A-20S の高周波 AE の周波数と負荷ひずみの関係を示す。図 5 より、ひずみ 0.01~0.03 の範囲で 250~400kHz に繊維破断 AE が、800~900kHz 付近に引き抜きによる高周波 AE が分布していることが分かった。T700 とピッチ系を比較すると、強度の違いによって繊維破断が発生するひずみが小さくなることが分かる。一方で、AE 周波数に関しては、繊維破断、引き抜き共に T700 とピッチ系繊維で明確な違いは見られなかった。この理由は、AE センサで取得できる周波数範囲では繊維破断の瞬間に生じる弾性波は捉えられず、繊維を支える樹脂の振動が繊維破断 AE として捉え

られているためだと考えられる。

また、引き抜きによる AE について T700 とピッチ系繊維を比較すると、T700 では広いひずみ範囲で引き抜きが生じているが、ピッチ系では繊維破断と同時に多く生じる傾向があることが分かる。これはピッチ系では T700 より剥離が生じやすく、引き抜きが起きやすいためではないかと思われる。

ピッチ系繊維の AE 周波数について、サイジング除去のアセトン処理とエタノール処理を比較すると、繊維破断 AE の周波数がやや低い傾向が見える。これは、繊維破断時の界面剥離長がサイジング除去により長くなり、繊維破断付近の樹脂部の共振特性がやや異なるためではないかと予想される。より定量的には、これらのデータから適切なパラメータを抽出する必要があるだろう。

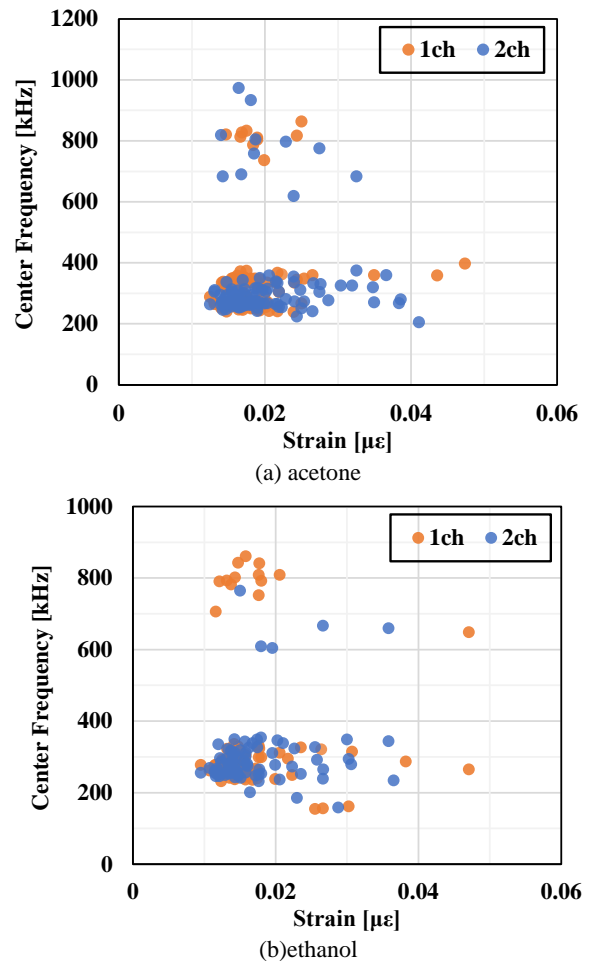


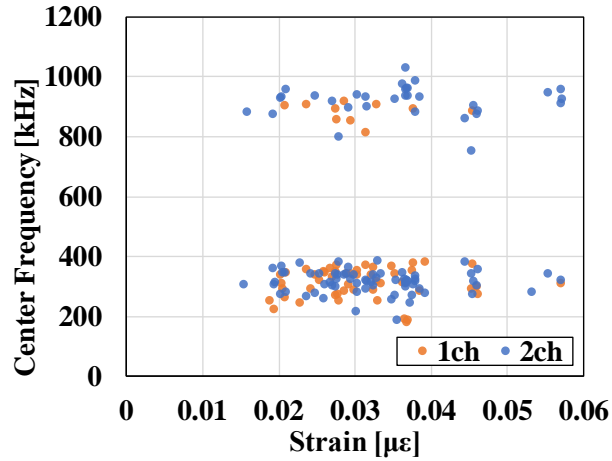
Fig.5 Relationship between strain and AE frequency in SFC of YSH-50A-20S

### 3.3 機械特性による AE 周波数(平行部 10 mm)

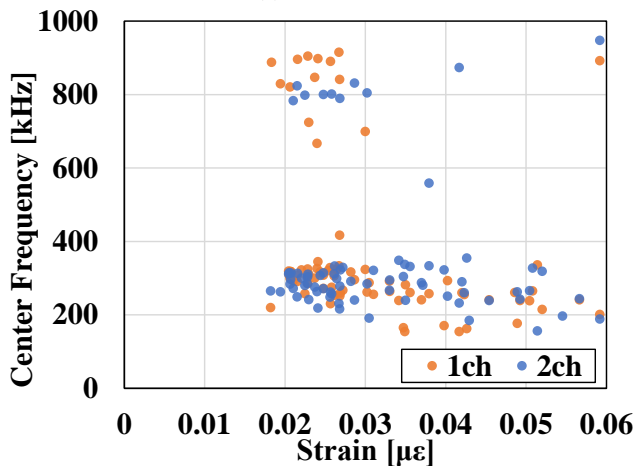
150kHz 以上の AE に注目し Wavelet 変換を用いて高周波 AE 信号の特性解析を行った。同時に複数の損傷が生じた場合を考慮して、解析は 150kHz~550kHz と 550kHz~1200kHz の区間で切り分けて解析した。図 6(a)に PAN 系の T700SC、図 6(b)にピッチ系の YSH-50A-20S の AE 周波数と負荷ひずみの関係を示す。300kHz 以上の AE カウントと目視による累積破断数の関係を図 7 に示す。図 6(a)の結果より、300kHz~400kHz に繊維破断の分布が見られ、900kHz 付近で引き抜

きによる高周波の AE が生じた。繊維破断や引き抜きの AE は、ひずみ 0.02~0.03 付近で多く生じていたことが分かった。

図 6(b)の結果でも繊維破断 AE が 300kHz 付近、引き抜きによる高周波 AE が 800kHz 付近で分布していることが分かった。繊維破断や引き抜きの AE は、ひずみ 0.02~0.03 の範囲で特に多く得られ、目視観察による繊維破断が生じた範囲も一致した。

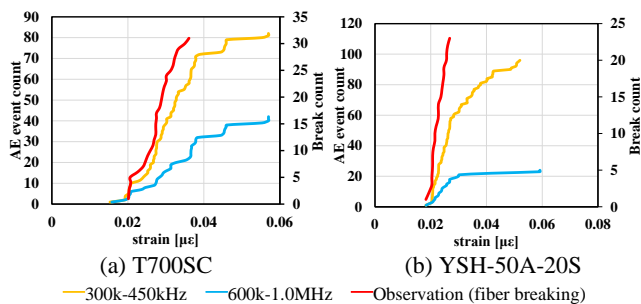


(a) T700SC



(b) YSH-50A-20S

Fig.6 Relationship between strain and AE frequency in SFC



(a) T700SC

(b) YSH-50A-20S

— 300k-450kHz — 600k-1.0MHz — Observation (fiber breaking)

Fig.7 Relationship between strain and AE counts measured by the AE sensor and visual inspection

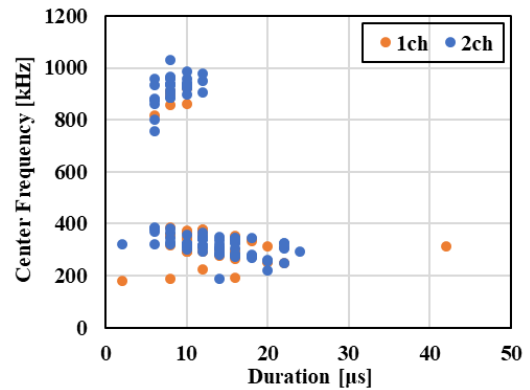
PAN 系とピッチ系を比較すると、引張強度が高い PAN 系は繊維破断が発生するひずみが大きくなると考えられる。引き抜きと考える高周波 AE に関しては、PAN 系では広範囲で生じるのに対して、ピッチ系では繊維破断 AE と同時に多く生じていた。これはピッチ系が PAN 系と比べ剥離が起きやすく、引き抜きが起きやすいと考えている。PAN 系とピッチ

系繊維で AE 周波数に明確な違いは見られなかった。これは、AE センサで取得できる周波数範囲では繊維破断の瞬間に生じる弾性波は捉えられず、繊維を支える樹脂の振動が繊維破断 AE として捉えられているためだと考えられる。また、繊維の機械特性ではなく、樹脂の剛性や粘性、樹脂と繊維の相性が AE 周波数に影響するのではないかとと思われる。

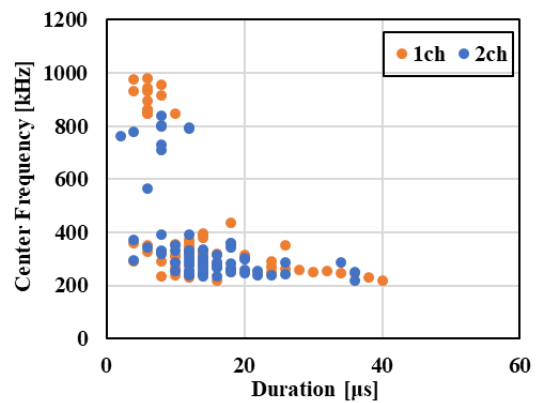
### 3.4 AE の持続時間や振幅

図 8 に持続時間と AE 周波数の関係を示す。持続時間の大きさに関して PAN 系では最大 24  $\mu$ s、ピッチ系で 36  $\mu$ s、900kHz 付近の高周波 AE は最大で 12  $\mu$ s で得られた。300kHz 付近の繊維破断 AE は 6  $\mu$ ~30  $\mu$ s で分布した。この理由は、繊維破断と界面剥離が混在した信号が多いためであると考えられる。

図 9 に T700 と YSH-50A-20S の振幅をひずみに対して示す。振幅の大きさに関しては、PAN 系では最大 10V でほとんどが 4V 以下であるのに対して、ピッチ系では PAN 系と比べ 4V 以上も多く得られたことが分かる。これは、表 1 より繊維の弾性率の違いによるものであり、繊維の弾性率は AE 振幅に大きく影響することが分かった。繊維破断が生じた範囲では 2V 以上の AE が多く得られた。800kHz 付近の振幅は繊維破断よりも低振幅であり、繊維破断 AE は高い振幅を示す傾向があった。



(a) T700SC



(b) YSH-50A-20S

Fig.8 Relationship between duration and AE frequency in SFC

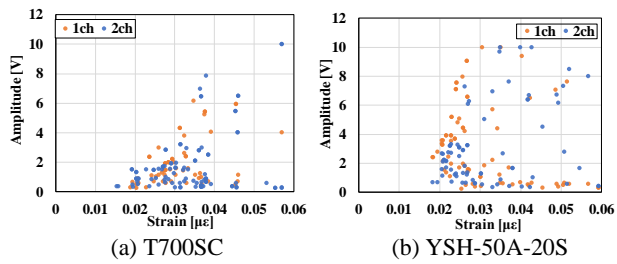


Fig.9 Relationship between strain and amplitude in SFC

#### 4. 結言

本研究では、Wavelet 変換を用いて高周波 AE 信号の特性解析を行った。その結果、Wavelet 変換を用いた解析結果から、界面剥離は 300kHz 付近まで分布し、繊維破断 300kHz～400kHz に分布することが考えられる。PAN 系では繊維破断数が飽和した後に生じる AE は少なかったが、ピッチ系では繊維破断数が飽和した後も多くの AE が生じた。その多くが低周波 AE であったため、ピッチ系では繊維破断数の飽和後にも界面剥離が多く生じると思われる。

界面処理の異なる繊維を用いた実験結果からは、周波数分布には明確な違いが見られなかった。繊維の機械特性は周波数には影響を与えず、持続時間や振幅に影響を与えた。振幅については PAN 系とピッチ系で明確に異なり、ピッチ系の AE 信号の振幅がより大きくなることが分かった。持続時間については、800～1000kHz の高周波信号は短く、240～300kHz の低周波数信号は長くなる傾向が見られた。

光学観察結果と併せることにより、繊維破断時の AE を特定した。その結果、繊維破断時には 300～400kHz と 800～1000kHz の周波数成分を併せ持つ AE が生じることが分かった。

#### 文献

- (1) Ono, K. et al., J. Acoust. Emiss, vol.30 (2012), pp.180-220.
- (2) 鈴木 恵ほか, 日本機械学会論文集(A 編), Vol.53, No.492 (1987), pp.1459-1465.
- (3) 孫 峰ほか, 材料, Vol.37, No.416 (1988), pp.517-522.
- (4) 宅間 正則ほか, 精密工学会誌, Vol.68, No.10 (2002), pp.1309-1315.
- (5) Li, Li, et. al., Vol.116 (2014), pp.286-299
- (6) “Detail of WA Analytic Wavelet Transform VI”, LabView 2017 Help, National Instruments. Co. Ltd (2017).