

2024（令和6）年度 修士学位論文

樹脂および繊維物性が強化繊維破断 AE の特性に与える影響
に関する研究

Effect of Mechanical Properties of Resin and Fibers on AE
Characteristics by fiber breakage

2025 年 3 月 3 日

高知工科大学大学院 工学研究科基盤工学専攻
知能機械工学コース

1275037 山本 一球

指導教員 高坂 達郎

目次

第1章 緒言	1
1.1 研究背景	1
1.2 先行研究	2
1.3 研究目的	2
第2章 AE (Acoustic Emission) 測定による損傷同定法	3
2.1 AE (Acoustic Emission)	3
2.1.1 AE (Acoustic Emission) とは	3
2.1.2 AE センサ	4
2.1.3 AE 計測システム	4
2.1.4 AE 特性	6
2.1.5 FFT による周波数解析	7
2.1.6 Wavelet 解析	8
2.2 FRP の損傷と AE 特性	10
2.2.1 FRP の微視的損傷	10
2.2.2 複合材料の微視的損傷と AE 特性	11
2.2.3 フラグメンテーション試験法	13
第3章 材料および計測・試験方法	14
3.1 使用材料および試験片	14
3.1.1 繊維	14
3.1.2 樹脂	15
3.1.3 試験片	16
3.2 AE 計測システム	18
3.3 AE 解析システム	19
3.3.1 既存の AE 波形パラメータ	19
3.3.2 Wavelet 変換による AE 波形解析	20
3.4 実験方法	23
3.4.1 フラグメンテーション試験	23
3.4.2 AE 測定	26
3.4.3 偏光観察	27
第4章 実験結果	28
4.1 AE 波形と Wavelet 変換による AE 特性の解析	28
4.1.1 AE 波形	28
4.1.2 Wavelet 変換による解析	30
4.2 PAN 系と Pitch 系による AE 波の特性	33
4.2.1 AE 波の周波数特性	33
4.2.2 AE 波の振幅特性	36
4.2.3 AE 波の持続時間特性	37
4.3 目視確認できたデータのみの繊維破断 AE	38
4.3.1 測定された繊維破断 AE の位置特定の計算方法	38

4.3.2 繊維破断位置と中心周波数の関係	40
4.3.3 ひずみと中心周波数の関係	42
4.4 樹脂の特性による AE	43
4.4.1 AE 波の周波数特性	43
4.4.2 AE 波の振幅特性	45
4.4.3 AE 波の持続時間特性	48
4.5 光ファイバーによる AE 特性	50
第 5 章 結言	52
参考文献	54
謝辞	55

第1章 緒言

1.1 研究背景

複合材料とは二種類以上の基材を組み合わせて単一の材料にはなかった特性を生み出したものである。その代表的な材料の一つに繊維強化プラスチック（FRP：Fiber Reinforced Plastic）がある。FRPとは繊維で補強されたプラスチック材料である。FRPはプラスチックを基地としているため錆にくく腐食しづらい性質である。その中でも炭素繊維強化プラスチック（CFRP）は剛性、強度、軽量性に優れており、航空機器や自動車、スポーツ用品など幅広く使用されている先端材料である。しかし、損傷形態が複雑であり内部損傷が生じるため一般的な目視検査では損傷進展を発見するのが困難である。一般的にCFRPの損傷形態には、母材の割れ（matrix cracking）、繊維と樹脂の間で生じる界面剥離（debonding）、繊維破断（fiber breakage）、繊維の引き抜き（fiber pullout）、層間剥離（delamination）など多くの形態がある。そのため、CFRPの強度特性を明らかにする上では損傷がどのような形態で支配されているかを把握することが重要である。そこで、微視的な損傷形態を同定する手法として破面観察や非破壊試験がある。破面観察とは金属材料や樹脂材料が外力などにより破壊された際、その破断面に残されたマクロ・ミクロの模様を解析することで亀裂の発生部位や損傷進展、損傷形態などを把握する分析手法である。しかし、事故後の原因究明には大いに役立つものの、破断面以外の箇所の損傷進展状況は把握できず、またリアルタイムで情報を得ることができないといった欠点がある。CFRPは主に航空機器に使用されているため事故後の情報よりもリアルタイムで情報を把握する方が重要である。そのため、リアルタイムで材料内部の損傷進展状況を把握できる非破壊試験が一般的に用いられている。

非破壊試験には、UT（超音波深傷試験）や放射線（X線）透過試験（RT）、AE（Acoustic Emission）法など様々な手法がある。UTは超音波を利用し対象物の損傷を確認する試験のことであり超音波探傷器を使用する。超音波探傷器はセンサから超音波を発信し、対象物の損傷に反射しセンサまで戻ってくるまでの時間と強さを計測するシステムである。また、放射線（X線）透過試験は対象物に放射線（X線）を透過させ内部状態を撮影像としてフィルムに記録して検査する手法である。しかし、これらの手法は一度に検査できる範囲が限られ、構造物の運用を停止する必要があるため、膨大な時間とコストを要するため、より効率的な検査法の導入が求められている。そこで、リアルタイム健全性モニタリングによる運用コスト抑制としてAE法という手法がある。AE法は構造物や部材の動的な損傷をリアルタイムで検出し、位置の特定が可能な検査法である。

AEとは、微小破壊を始めとする材料内部の動的な変形、変態、転位、破断などにより弾性波が発生する現象、またはそのようにして発生する過渡的な弾性波動である。過去の研究より、CFRPの損傷形態の違いによりAEの周波数や振幅、波形、持続時間などのAE特性が異なることはよく知られており、AE特性から損傷形態を推定する研究が多く行われている。以上で述べた研究では、AE法によって損傷形態が推定可能であることが示されている。しかし、損傷形態を特定する周波数の範囲が広く、材料によっても異なっているためあまり正確でないと思える。この原因としては以上で述べた報告はFRP板での報告であり複数の損傷形態がほぼ同時に生じるためである。複数の損傷形態がほぼ同時に生じた際、FFTによって周波数解析を行うと、複数の損傷に起因するAEが重なり、周波数解析に影響を与える。そのため、近年ではWavelet解析による時間一周波数空間解析を用いた損傷モードの同定に関する研究が行われている。しかし、損傷モードの区分は従来の手法に従っているため、あまり正確でないものがほとんどである。そこで、Wavelet解析をより有効に活用するためには、特定の損傷モードで生じるAE特性を従来よりも細

かく、明らかにする必要があると考える。なお、これらの研究については、2章にて詳細に供述する。

以上より本研究では、基本的な損傷モードの一つである繊維破断とそれに起因する損傷モードに着目し、単繊維強化複合材料（SFC, single fiber composite）の引張り試験（フラグメンテーション試験）を行い、Wavelet 解析によって AE 特性を詳細に得ることを考えた。

1.2 先行研究

これまでの研究で繊維破断と界面剥離による AE の特性を Wavelet 解析で詳細に調べる手法を構築し、AE 特性による損傷モードの特定について実験が行われた。従来の特性解析による手法は、高速フーリエ変換 FFT (Fast Fourier Transform) を用いた周波数解析であったが、繊維破断と界面剥離の精密な特定にはこの手法での AE 特性パラメータはあまり有効ではなかった。これは繊維破断と界面剥離の AE 特性が類似しているものがあるためである。特に繊維破断による高周波 AE の持続時間は短く、FFT による解析では損傷モードの特定が不正確であるため Wavelet 解析が提案された。

試験片形状を変更し、さらに2つのセンサを用いることでセンサの検知精度を向上させ得られたデータから Wavelet 解析を行った。この際、PAN 系繊維と Pitch 系繊維を使用しその違いを明らかにした。その結果、繊維破断 AE の周波数特性について、周波数分布に大きな違いは見られなかった。これは繊維の特性が AE 特性にあまり影響を与えないことを示している。また PAN 系と Pitch 系の繊維破断時 AE の周波数特性について、損傷のタイミングには違いが見られ、Pitch 系のほうが繊維/界面剥離が多く生じた。しかしこれらの結果は繊維の違いによる特性が明らかになっただけであり、その詳細までは明白にはなっていない。実際に損傷モードの特定を行うためにはより詳細に AE 特性を調査する必要がある。また、繊維物性だけでなく樹脂の物性が AE 特性に与える影響も調査することが必要であると考えられる。

1.3 研究目的

本研究では、カーボン繊維を埋め込んだ試験片の引張り試験を行い、繊維破断のみに起因する損傷モードに着目し、引張破断時における AE 特性をより詳細に調べることを目的として研究を行った。

また、偏光観察と到達時間差によって AE の繊維破断位置を特定し、目視確認された繊維破断 AE についてその特性を調査することを目的とした。

さらに、異なる樹脂で成形した Single Fiber CFRP 試験片を用いて、樹脂物性が AE 特性に与える影響を調査することを目的とした。

第2章 AE (Acoustic Emission) 測定による損傷同定法

2.1 AE (Acoustic Emission)

2.1.1 AE (Acoustic Emission) とは

AE (Acoustic Emission) とは、微小破壊を始めとする材料内部の動的な変形、変態、転位、破断などにより弾性波が発生する現象、またはそのようにして発生する過渡的な弾性波動である。AE センサで弾性波を検出することで損傷をモニタリングする非破壊試験のことを AE 法という。AE 信号には突発型と連続型の二種類ある。突発型は破断や破壊によって生じる連続的な波であり、損傷の発生や進展のモニタリングに応用されている。連続型は滑りや摩擦などにより生じる連続的な波であり、機械の異常検出に応用されている。

AE 法で使用される AE センサは一般的に PZT (ジルコン酸チタン酸鉛) などの圧電素子を使用している。検出機構は、ばね、質量、ダンパーを組み合わせたバネマスダンパー系である。この系を Fig2.1 に示す。質量 m を弾性定数 k のばねとダンパー係数 c のダンパーが支えた構造である。接着面で受けた変位 x から、センサ内の質量は相対変位 y が生じる。圧電素子の圧電効果を利用し、外部から加えられた力(ひずみ)を打ち消す方向に圧電素子内部で電荷を発生させ AE 信号を検出している。

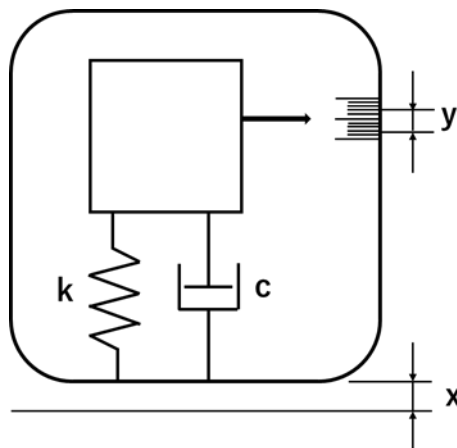


Fig2.1 Schematic view of AE sensor

2.1.2 AE センサ

AE センサは共振型と広域型の 2 種類存在する．共振型は共振周波数付近の感度を向上させたセンサであり，ノイズ感度が低下する．特定の損傷や摩擦挙動をとらえるのに向いているため，時間周波数解析には不向きである．広域型は数k～数MHzまでの帯域で測定可能であり，感度は共振型よりも低くノイズが混入する．様々な損傷の解析に向いており，時間周波数解析が可能である．本研究で使用するのは，広域型センサで NF 回路設計ブロック株式会社の AE-900M-WB を使用する．

広域型センサは圧電素子の周りをダンパー材で覆い，共振を抑えることで広域の周波数を得る．広域型 AE センサの構造を Fig2.2 に示す．

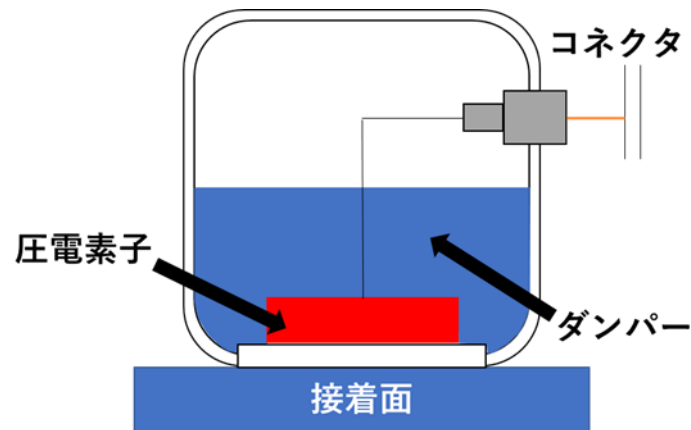


Fig2.2 Structure of broad-band AE sensor

2.1.3 AE 計測システム

AE 信号の強度は微弱なため，2 段のアンプを介して増幅するのが一般的である．き裂などから放出された信号は，材料の表面に接着された AE センサにより検出され，電気信号に変換される．センサの出力信号をプリアンプによって入力に必要なレベルまで増幅させる．プリアンプでは AE 信号は微小であるためインピーダンス変換されており，一般的に AE センサはプリアンプの使用が前提である．その後，もう 1 段の直流アンプを通してさらに増幅する．増幅された信号をオシロスコープで観察することで，AE 信号を測定できる (Fig2.3)．



Fig2.3 AE measurement system using oscilloscope

実用上は、ある一定強度以上の AE 発生数 (AE カウント) のみを測定し、損傷の評価に用いることが多い。その場合、オシロスコープは必要なく、AE の発生のみを特定するディスクリミネータを介して AE カウントを記録する (Fig2.4)。以前はオシロスコープが高価であり、それに加え波形を取り込むための膨大なストレージを用意するのが困難だったため、この構成が多かった。しかし今日では、オシロスコープとストレージが安価になったため、オシロスコープを取り込む構成も一般的によく利用されている。

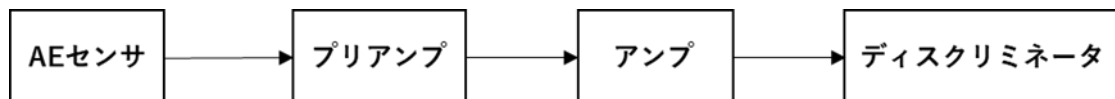


Fig2.4 AE measurement system using discriminator

ディスクリミネータは自身が直流アンプであり、AE 信号発生の特徴を TTL トリガ信号として外部出力する機能を持つものが多い。TTL トリガ信号は積分回路を通した包絡線 (エンベロープ) の立ち上がりと立下りで、 V_H を超えた信号のみについて ON/OFF のトリガ信号を発生させる (Fig2.5)。そこで、区別の TTL をトリガ信号としてオシロスコープに取り込む構成が用いられることも多々ある (Fig2.6)。

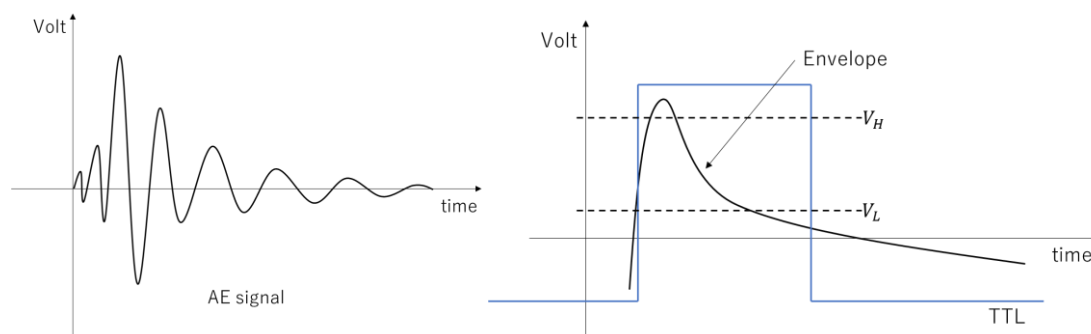


Fig2.5 AE trigger system of discriminator



Fig2.6 AE measurement system using discriminator and oscilloscope

2.1.4 AE 特性

AE 波形の特性としてよく用いられるのが，周波数や振幅，エネルギー，持続時間である．Fig2.7 にそれぞれの特性と波形を示す．

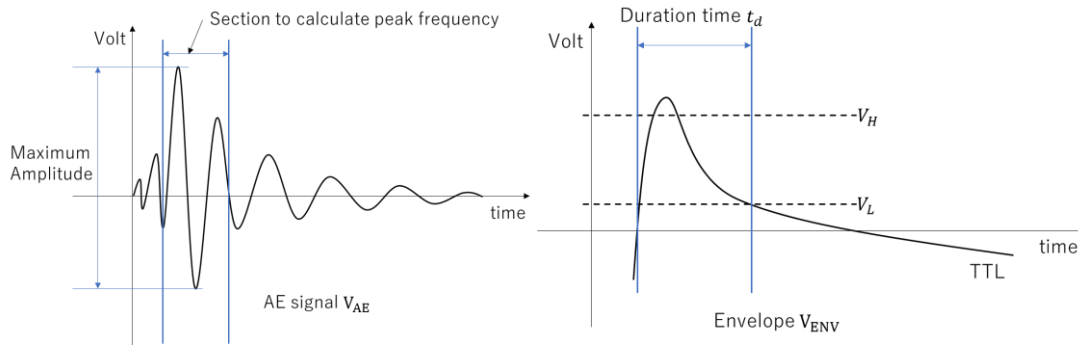


Fig2.7 Relationship between AE parameters and waveform

AE の周波数定義として，平均周波数 (AF, Average Frequency) とピーク周波数 (PF, Peak Frequency) がある．平均周波数は持続時間内の平均的な周波数であり，FFT により持続時間分のデータの周波数解析を行うことで得られる周波数である．ピーク周波数はピーク付近の周波数で異なる周波数の AE が混合した際，ピーク付近のデータのみの周波数解析を行うことにより最大強度の周波数成分を求める手法である．また，複数の周波数成分が同程度の強さを持つ場合は周波数スペクトルから複数の周波数成分を捉えることが可能である．

次に，信号の山から谷までの大きさを振幅と定義する．そこで，最大の振幅は最大振幅または，ピーク振幅と呼ばれる．また，平均振幅を評価することもあるが平均振幅は以下の $2\sqrt{2}RMS$ で計算することが多い．

$$RMS = \sqrt{\frac{1}{t_d} \int_{t_0}^{t_0+t_d} V_{AE}^2 dt} \quad (2.1)$$

$$A_{avg} = 2\sqrt{2}RMS \quad (2.2)$$

ここで， t_d は持続時間， t_0 は母系の立ち上がり時間を示している．

次に，エネルギーは AE 信号の振幅の二乗の総和として定義する．

$$U = \int_{t_0}^{t_0+t_d} V_{AE}^2 dt \quad (2.3)$$

よって，平均振幅とは以下の関係性がある．

$$U = \frac{t_0}{8} A_{avg}^2 \quad (2.4)$$

次に，包路線（エンベロープ）信号の立ち上がり時間から立下り時間までを下限 (V_L) を指定し，測定した時間幅を持続時間（duration time）と呼ぶ． V_L の指定には，絶対値を用いる手法と最大値からの相対値 (%) を用いる手法がある．

2.1.5 FFT による周波数解析

FFT (Fast Fourier Transform, 高速フーリエ変換) とは, 離散フーリエ変換 (DFT, Discrete Fourier Transform) を高速に行うアルゴリズムである. ここでは FFT の原理について記述しないが, フーリエ変換について記述する.

フーリエ変換は周期的時間データ $f(t)$ に各振動数の複素位相項を掛けて積分する積分変換であり, 以下で定義される.

$$F(\omega) = \int_{-\infty}^{\infty} f(t) e^{-i\omega t} dt \quad (2.5)$$

この変換により, 周期時間データは周波数空間の複素データに変換される. なお, 正弦関数, 余弦関数を掛ける場合はそれぞれフーリエ正弦変換, フーリエ余弦変換と呼ばれ, この場合は実数データとなる. 複素データの位相は位相遅れであり, 周波数分散によって波の速度が周波数で異なる場合には大きな意味を持つ. 周波数成分の大きさは複素データの絶対値であり, 以下の式で表される.

$$|F(\omega)| = F(\omega) \overline{F(\omega)} \quad (2.6)$$

ここで, オーバーバーは複素共役を示す. これをパワースペクトルと呼ぶ. 実際のフーリエ変換では, 時間は有限幅 T を持つので,

$$F(\omega) = \int_0^T f(t) e^{-i\omega t} dt \quad (2.7)$$

となり, パワースペクトルを積分区間で割った P をパワースペクトル密度 (PSD, Power Spectrum Density) として扱う.

$$P(\omega) = \frac{F(\omega) \overline{F(\omega)}}{T} \quad (2.8)$$

パワースペクトル密度は周期性の良い信号に対しては鋭いピークを示し, そのピーク位置が信号の周波数を与える.

2.1.6 Wavelet 解析

Wavelet 解析とは、検出された信号を周波数に応じて自由に時間間隔を変化させる時間一周波数解析である。周波数解析で有名な手法に 2.1.5 節で述べた FFT がある。FFT は時間成分を消去し、全ての信号を周波数成分に変換する。一方で、FFT に用いる時間区間を短く区切り、それを移動すればフーリエ変換でも時間一周波数解析を行うことが可能である。これを、STFT (Short Time Fourier Transform) と呼ぶ。ただし、周波数成分の波の数が少ないパルス状の信号の場合、これに適さない。その一方で、Wavelet 解析は短い持続時間を持つ損傷による AE 波形の解析に適している。

解析で基準となるものは、Mother Wavelet というパルス状の波形である。Fig2.8 は本研究で用いた Mother Wavelet (Mother (Gabor) Wavelet) であり、以下の複素 Wavelet 関数を用いている。

$$\psi_0(t) = \frac{1}{\sqrt[4]{\sigma^2\pi}} \exp\left(-\frac{t^2}{2\sigma^2} + j\omega_0 t\right) \quad (2.9)$$

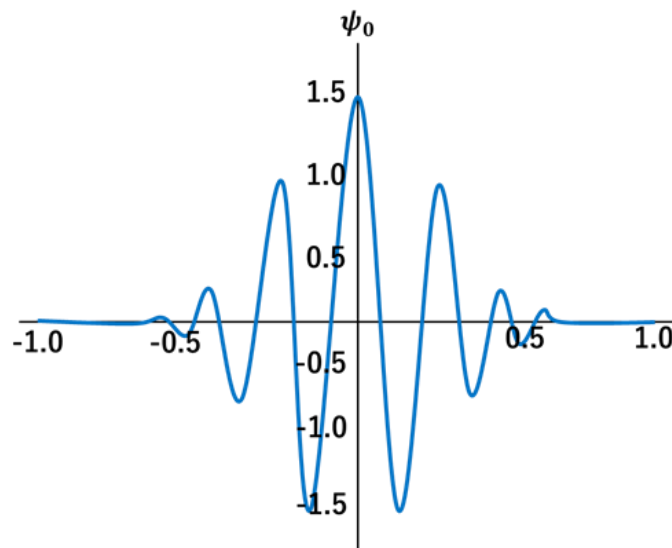


Fig2.8 Mother (Gabor) Wavelet ($\sigma = 0.2, \omega_0 = 10\pi$)

スケール化された Mother Wavelet は以下の式で表される。

$$\psi_n(\tau) = \frac{1}{\sqrt{n}} \psi\left(\frac{t-\tau}{n}\right) \quad (2.10)$$

ここで、 n はスケール、 τ は Wavelet の中心の時間位置である。この基準の波を対象の波に合わせた縮尺に伸縮させ、解析したい信号にあてがって解析する。(Fig2.9)



Fig2.9 Expansion of Mother Wavelet

個々のウェブレットを時間軸方向に移動させながら、それぞれの時間座標を解析する。つまり簡略化すると、解析する信号の中にどれだけウェブレットに近い成分が含まれているのかを調べるということである。これは以下で定義される内積によって計算されるのが一般的である。

$$\langle f, g \rangle = \int_{-\infty}^{\infty} f(t) \overline{g(t)} dt \quad (2.11)$$

スケール n を変えながら信号 $f(t)$ とウェブレット $\psi_n(t)$ との内積を計算し、ウェブレット成分の大きさを表すウェブレット係数 d_n を求める。

$$d_n = \langle f, \psi_n \rangle \quad (2.12)$$

ここで、ウェブレットの中心周波数は、スケールに対して、

$$\omega = \frac{\omega_0}{n} \quad (2.13)$$

となる。

本研究では、変換に LabView の advanced signal processing Toolkit の WA Analytic Wavelet Transform.VI を用いている。ウェブレット変換には離散ウェブレット (DWT, discrete wavelet transform) と連続ウェブレット (CWT, continuous wavelet transform) があるが、本研究で用いた VI は、より詳細な周波数分布を得ることが出来る CWT を用いている。

2.2 FRP の損傷と AE 特性

2.2.1 FRP の微視的損傷

FRP は高剛性，高強度，軽量性に優れており，航空機器や自動車，スポーツ用品など幅広く使用されている先端材料である．しかし，損傷進展が複雑であり損傷強度の予測が困難であるといったデメリットがある．Fig2.10 に FRP の代表的な損傷モードを示す．樹脂割れ，繊維破断，繊維／樹脂界面剥離，繊維の引き抜きが代表的な微視的損傷モードであり，また，FRP は積層板として製造することが多いことから層間剥離が生じやすい．一般的な FRP 積層板では，損傷するまでにこれらのすべての損傷が生じると考えてよい．

FRP を安全に信頼して利用するためには，最終強度に達するまでの損傷進展を把握することが重要である．これは，損傷進展を把握することで寿命予測が可能になり，また，損傷を遅らせるための対策を効率的に模索することが可能になるためである．

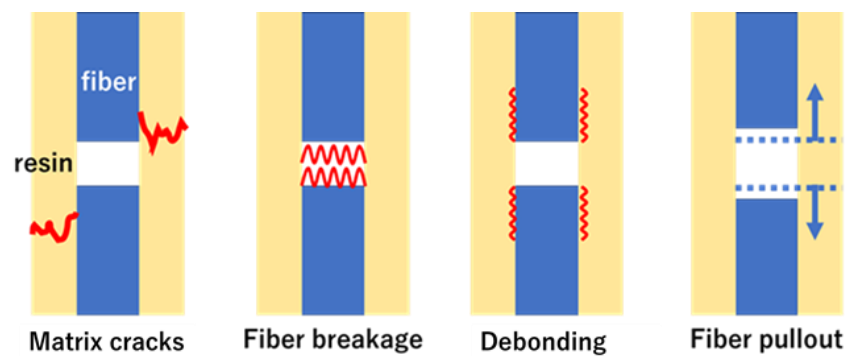


Fig2.10 Representative damage mode of FRP

2.2.2 複合材料の微視的損傷と AE 特性

複合材料の微視的損傷を観察する手法として、これまで様々な手法が提案されてきた。超音波検査や X 線検査による層間剥離の映像化は標準的な非破壊検査法として、航空機器等の FRP 構造の検査に活用されている。また、近年では微視的損傷の観察手法として、マイクロ／ナノフォーカス X 線を用いたマイクロ／ナノフォーカス X 線 CT 技術を用いた研究を多々見られる。これらは、直接的に微視的損傷を捉えるための非常に有効な手法である。しかし、試験片を用意する必要があり、実際の構造物の検査には不向きである。

一方で、AE 測定は、微視的損傷を観察するわけではなく、損傷履歴を記録する手法である。履歴を保持することでどの程度構造がダメージを受けたかを定量化することや、運用中にリアルタイムでデータを得ることが可能であり、実際の構造物の検査も容易であるといったメリットがある。しかし、FRP の損傷過程においては、様々な損傷モードに起因して非常に多くの AE が発生する。したがって、損傷モードによって AE を分類できることが望ましい。このため、AE 特性から損傷モードを同定する研究がこれまで多くなされてきており、Ono らが多くの研究成果について発表している。

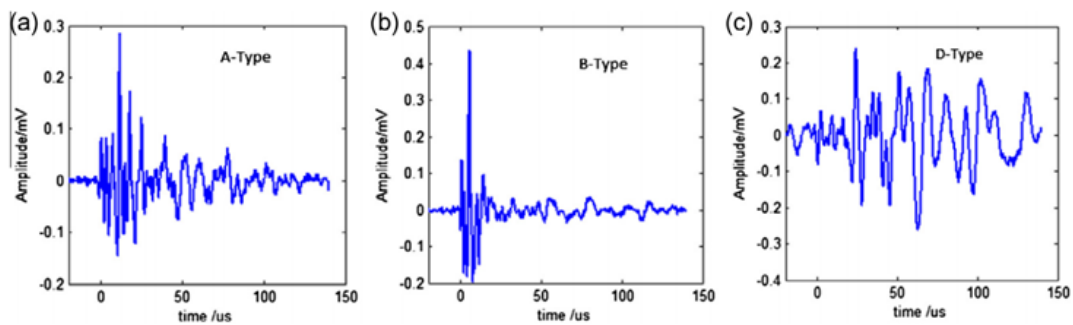
Li らの研究報告においては、AE 特性と損傷モードの関係について、Table2.1 にまとめられている。ここで、PA はピーク振幅、MTF は波形形状、PF はピーク周波数、AF は平均周波数である。これらの報告では、どのパラメータでも繊維破断、界面剥離、マトリクスクラックの同定はできるということが報告されている。また、Table2.2 は鈴木や宅間らに報告された CFRP、GFRP の損傷形態と AE 周波数の関係である。

これらの報告から、マトリクスクラック、界面剥離、繊維破断、引き抜きの順に周波数が大きくなっていることが分かる。大まかにいうと、マトリクスクラックが30~150kHz、界面剥離が150~300kHz、繊維破断が250~500kHzの周波数を持ち、また周波数に関してこの関係は強化繊維にあまり依存しないということになる。

Table2.1 Summary of cluster results in the literature

(Li Li, Stepan V. Lomov, Xiong Yan, Valter Carvelli, “Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites”, Composite Structures, 116, 286–299 (2014))

AE feature	Matri craling	Debonding	Delamination	Fiber breakage	Fiber pull-out	Materials	Reference
PA(db)	40-50	60-65	-	85-95	65-85	G/PP	Barre
	A-type	B-type	-	-	-	G/PET	Huguet
MTF	A-type	B-type	-	C-type	-	G/PET	Godin
	A-type	B-type	D-type	-	-	G/E	Godin
PF(kHz)	30-150	180-290	-	300-400	180-290	G/PET	Suzuki
	80-110	230-250	130-200	250-300	-	G/E	Arumugam
AF(kHz)	100-200	210-310	-	330-450	-	G/PET	Pashmforoush
	<50	200-300	50-150	400-500	500-600	G/E	Gutkin



PA—peak amplitude, PF—peak frequency, AF—average frequency, MTF—multiple time features, G—glass fiber, C—carbon fiber, PP—polypropylene, PET—polyester, E—epoxy

Table2.2 Damage modes and frequency properties of CFRP and GFRP

破壊形態	周波数[kHz]	
	CFRP	GFRP
試験片・治具摩擦	50以下	30～80
樹脂割れ	50～100	30～80
繊維樹脂界面剥離	150～250	260付近
引き抜き・繊維破断	270～390	390付近
層間剥離摩擦・引き抜き	500	-

2.2.3 フラグメンテーション試験法

複合材料の一方向材においては繊維強度評価方法として、短繊維の引張試験（マイクロドロップレット法）やフラグメンテーション法がある。本実験では繊維破断時の測定のため、フラグメンテーション試験を行った。フラグメンテーション法は、単繊維を埋め込んだ樹脂に引張を加えると、繊維破断が生じる。この時、荷重は樹脂から界面を通して繊維にかかるが、破断面では応力がフリーとなり、破断面の位置では繊維の垂直応力がゼロとなる。よって、エッジ付近には界面せん断応力が生じる。Fig2.11 は一定の界面せん断応力が生じているモデルであるが、実際にはエッジで界面せん断応力が最大になる。繊維の破断が進むと、繊維の垂直応力はある値以上には上がらなくなり、繊維破断が生じなくなる。界面せん断応力はせん断強度以上には上がらないので、この繊維破断が生じなくなった時の界面せん断応力は取り得る最大値、つまり界面せん断強度になる。

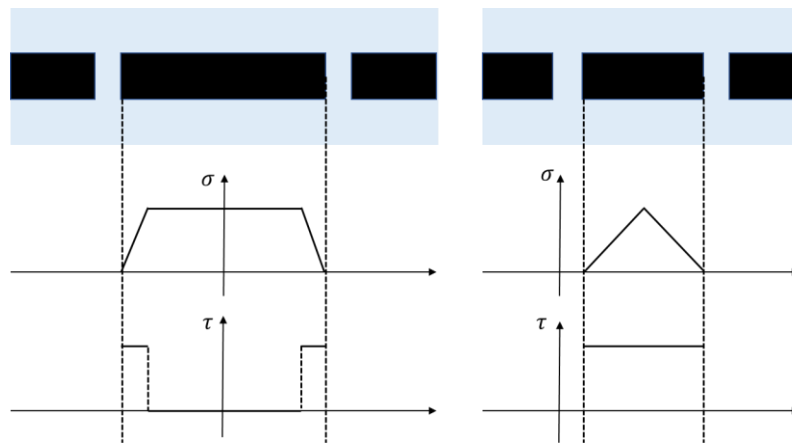


Fig2.11 Stress distribution of broken fiber in single fiber composite during fragmentation test

フラグメンテーション試験では、繊維破断時に破断エッジ付近から界面剥離を伴う場合がある。また、界面剥離が生じた付近では繊維の引き抜き、繊維破断時には樹脂割れが生じることがある。樹脂割れはまた、ボイド等による応力集中でも生じる。よって、フラグメンテーション試験で生じる破壊モードは、繊維破断、界面剥離、引き抜き、そして樹脂割れの四種類ということになる (Fig2.12)。しかし、一般的なFRPとは異なり、界面剥離と樹脂割れが連続して繰り返し起きてき裂が伝搬するようなモードは現れないため、破壊モードが複雑にはならないし、繊維束間の剥離や層間剥離のような破壊モードや、繊維間摩擦によるAEは現れない。

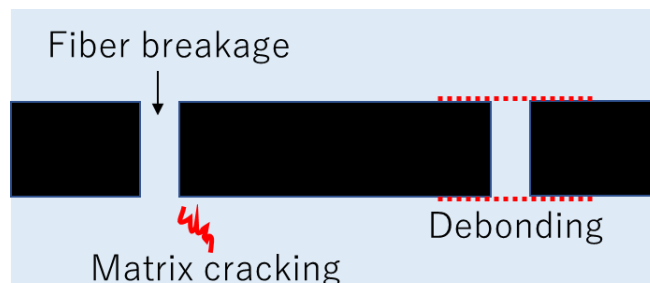


Fig2.12 Damage mode in single fiber composite during fragmentation test

第3章 材料および計測・試験方法

3.1 使用材料および試験片

3.1.1 繊維

炭素繊維は PAN 系の T700SC (東レ), Pitch 系の YSH-50A-20S (日本グラファイトファイバー) の二種類を用いた. 使用する繊維の特性を Table.2.3 に示す. 引張弾性率は Pitch 系繊維の方が高く, 一方で引張強度は PAN 系のほうが高い特性を持つ.

炭素繊維表面には, 繊維束の接着や繊維の損傷防止のためにサイジング剤 (繊維収束剤) の処理が行われている. 本研究で使用する炭素繊維はすべてサイジング剤を除去し試験片の作成を行った. サイジング剤除去は以下の手順で行った.

1. 350°Cのマッフル炉 (Fig3.1-1d) で1時間熱処理をした.
2. 熱処理後, 繊維を1級アセトン (Fig3.1-1a), 2-プロパノール (Fig3.1-1b), 精製水の順で超音波洗浄 (Fig3.1-1c) を1分間行いヒートガンで乾燥させる工程を繰り返し行った.
3. 洗浄後, 60°Cの乾燥炉で3時間乾燥させた.

Table2.3 Mechanical properties of fiber used in this paper

	Filament	Tensile modulus (GPa)	Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Density (g/cm ³)	Yield (g/1000m)
T700SC	12000	230	4900	2.1	1.8	800
YSH-50A-20S	2000	620	3839	0.7	2.1	250



Fig3.1-1a Acetone



Fig3.1-1b isopropanol



Fig3.1-1c Ultrasonic cleaning machine



Fig3.1-1d Furnace

3.1.2 樹脂

試験片は母材をエポキシ樹脂とポリウレタンの二種類とし、試験片中央に単繊維のカーボンを埋め込む。エポキシ樹脂は、主剤 ARALDITE LY5052 (Fig3.1-2a) と硬化剤 ARADUR5052CH (Fig3.1-2b) を使用し、その配合比 (主剤：硬化剤) は 100 : 38 で混合した。樹脂は均一に約 5 分間気泡ができる限り入らないよう混ぜ、真空ポンプ (Fig3.1-2c) で約 5 分間脱泡を行った。

ポリウレタンは、主剤 (Fig3.1-2d) と硬化剤 (Fig3.1-2e) を配合比 1 : 1 での混合を行った。ポリウレタンは硬化し始める時間が約 2 分ほどなので、できる限り素早く均一に混ぜ、素早く型に流し込んだ。



Fig3.1-2a Monomer (epoxy)

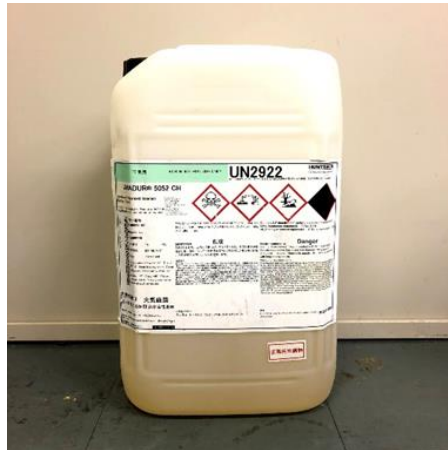


Fig3.1-2b Curing agent (epoxy)

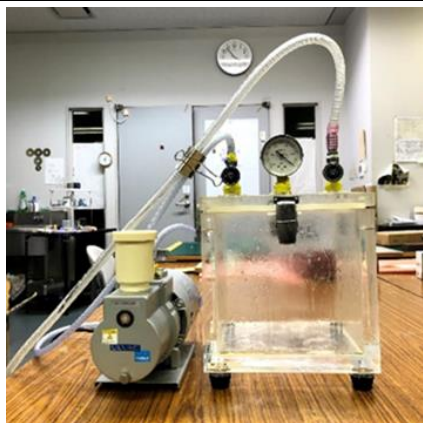


Fig3.1-2c Vacuum pump



Fig3.1-2d Monomer (polyurethane)



Fig3.1-2e Curing agent (polyurethane)

3.1.3 試験片

本研究では平行部（観測域）が 5mm, 10mm, 25mm の試験片を使用した。平行部（観測域）が 5mm, 10mm の試験片を使用するのは、平行部（観測域）が 25mm の試験片では、特に高周波成分の AE センサの検知精度が悪かったため、平行部（観測域）を短くすることで AE センサ間の距離を狭め、さらにセンサを中心部に近づけることで、中心部で繊維破断が発生した際より正確な AE 波形を検知させることができると考えたためである。各試験片形状と寸法を Fig3.1-3a, Fig3.1-3b, Fig3.1-3c に示す。試験片の厚さは 2mm のものを用意した。試験片の型は形状に切り抜かれたテフロンの型（Fig3.1-3d）を使用し、繊維は試験片長手方向（引張方向）の型の中心に張り、たわみを防ぐため 0.1mN の張力で固定した。繊維の片端を粘着テープで固定し、もう片端に取り付け約 1g の重りで張力をかけ固定した。そしてエポキシ樹脂の場合、脱泡処理を行いあらかじめ繊維が張られた試験片の型に流し込み硬化させた。一方で、ポリウレタンの場合は硬化し始める時間が約 2 分と硬化するまでに猶予がないため、素早く型に流し込む作業を行った。この時、気泡が混入しないよう、可能な限り低い位置から竹串などを使用し、それに伝わせゆっくりと流し込んだ。流し込んだ後、型の上にシリコンでできたシートをかぶせ、型の試験片上部が平らになるようその上から分銅を乗せた。

主剤と硬化剤の混合後から硬化が始まるため、混合から型に流し込むまでの過程を 40 分以内に完了させた。エポキシ樹脂の硬化時間は、常温で 24 時間、乾燥炉（Fig3.1-3e）で 80℃までの昇温 30 分と定温 80℃で 2 時間とした。また、ポリウレタンの硬化時間は常温で 24 時間とした。

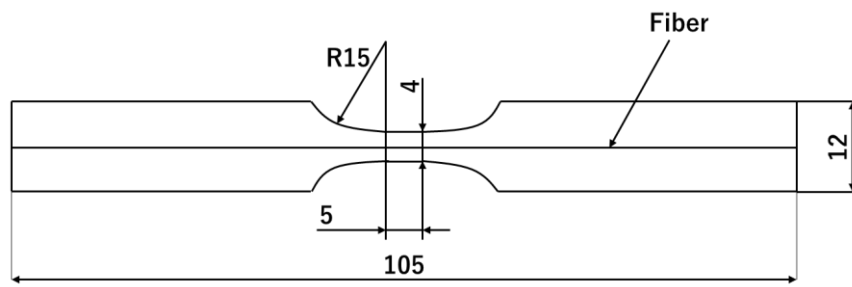


Fig3.1-3a Specimen with parallel region length of 5mm

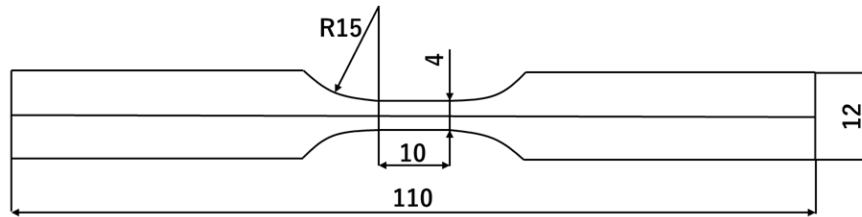


Fig3.1-3b Specimen with parallel region length of 10mm

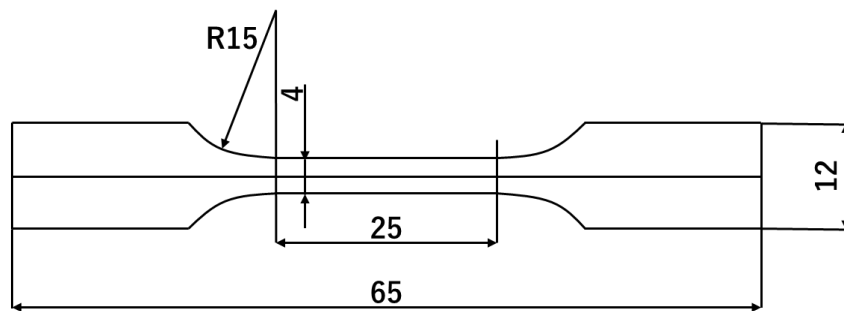


Fig3.1-3c Specimen with parallel region length of 25mm

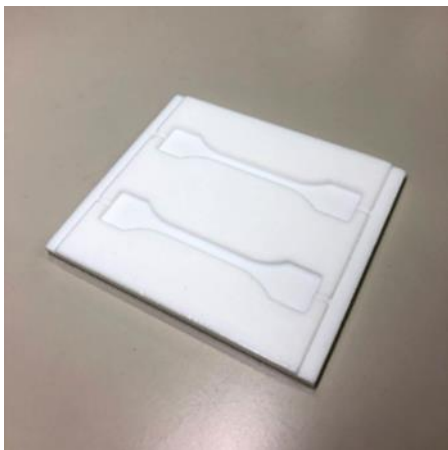


Fig3.1-3d Mold of specimen



Fig3.1-3e Drying furnace

3.2 AE 計測システム

Fig3.2 に本研究で構成した計測システムを示す。本システムは、ディスクリミネータ AE9922 (NF 回路設計ブロック株式会社) とプリアンプ 9917 (NF 回路設計ブロック株式会社), 広帯域 AE センサは AE-900M-WB (NF 回路設計ブロック株式会社) と, それを PC に取り込む USB デジタルオシロスコープ PA-S2000 (P&A Technologies Inc.), そしてそれを記録するソフトウェアから構成される。データ取得および解析ソフトウェアは, LabView を用いて当研究室で作成した。

ディスクリミネータから出力される信号は, 波形信号, エンベロープ信号, そしてトリガ TTL である。デジタルオシロスコープは 2 チャンネルであり, 外部トリガとしてトリガ TTL を接続し, それをトリガとして波形信号とエンベロープ信号を日時 (1ms 単位) と共に取得・記録する。

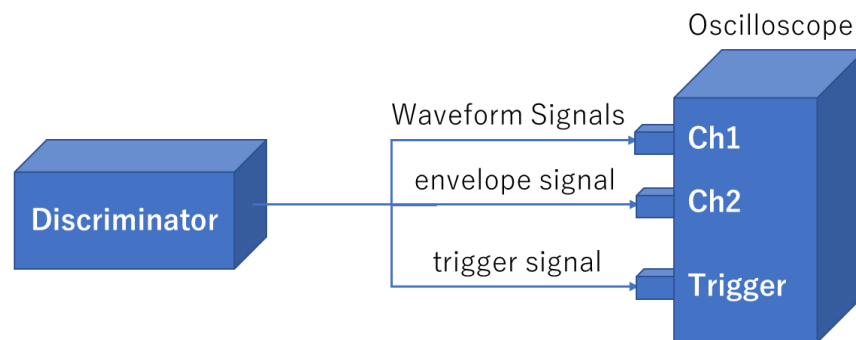


Fig3.2 AE measurement system

3.3 AE 解析システム

3.3.1 既存の AE 波形パラメータ

LabView を用いて AE 解析システムのプログラミングを行った。2 章で示した AE パラメータについては、その定義に従ってプログラミングを行い、(平均) 周波数、持続時間、最大振幅、平均振幅、エネルギー密度を計算するようにした。例えば Fig.3.3-1a の例では、閾値を $V_L = 0.212\text{V}$, $V_H = 0.313\text{V}$ に設定して、エンベロープ信号 (図中の ENV, 白線) から持続時間を求める。さらに、持続時間中のデータを取り出し、2 章の定義に従って、平均振幅 (RMS)、エネルギー密度を計算した。ただしピーク周波数の解析については、閾値を相対指定によりピーク付近になるように設定することで求めるようにしている。例えば Fig.3.3-1b の例では、閾値を $V_L = 60\%$, $V_H = 90\%$ に設定して、観測区間を狭めている。

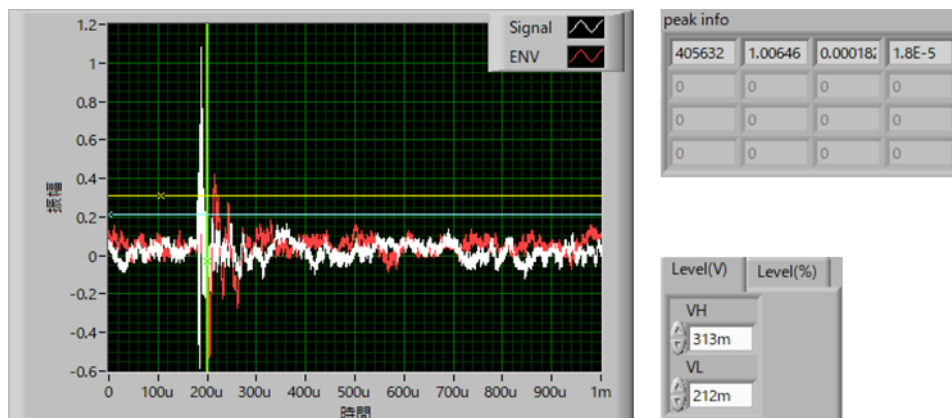


Fig.3.3-1a Analysis window of AE properties on the application (Threshold levels were set by Volt)

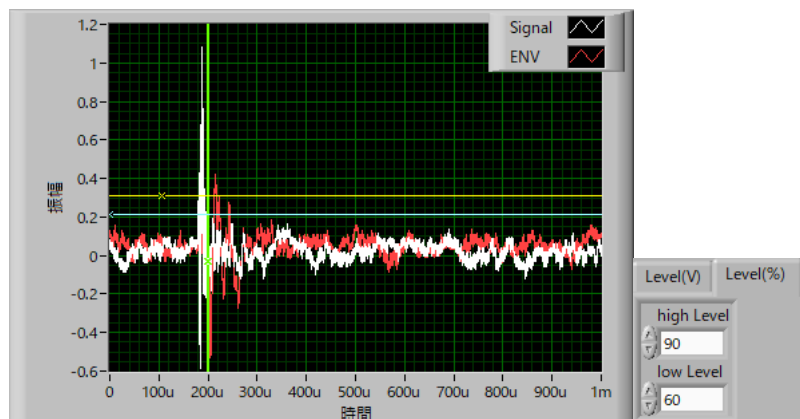


Fig.3.3-1b Analysis of AE properties on the application (Threshold levels were set by percent)

3.3.2 Wavelet 変換による AE 波形解析

本研究では、AE 波形に Wavelet 変換を行うことで、時間－周波数データを計算した。Fig.3.3-1a で示した波形データの時間－周波数データを Fig.3.3-2a に示す。図より、この信号は 200kHz と 400kHz 付近に大きな周波数成分を持つことが分かる。しかし、Fig.3.3-1a で示した FFT による周波数解析結果によると、400kHz の周波数しか示されていないのが分かる。このように、複数の主要な周波数成分が混在した波形においては、Wavelet 変換による解析が非常に役立つことが分かる。

本研究で開発したソフトウェアは、ある任意の周波数範囲を切り出して最大値をとる時間位置を求め、その時間での周波数スペクトルについてピークカウントを行い、ピーク周波数を計算する。Fig.3.3-2b は、Fig.3.3-2a のデータについて 150～550kHz の範囲で切り出し、周波数スペクトルを求めた結果である。さらにピーク周波数における時間グラフを Fig.3.3-2c に示す。この時間データで閾値を超える時間幅を求めて、Wavelet 変換による持続時間とする。

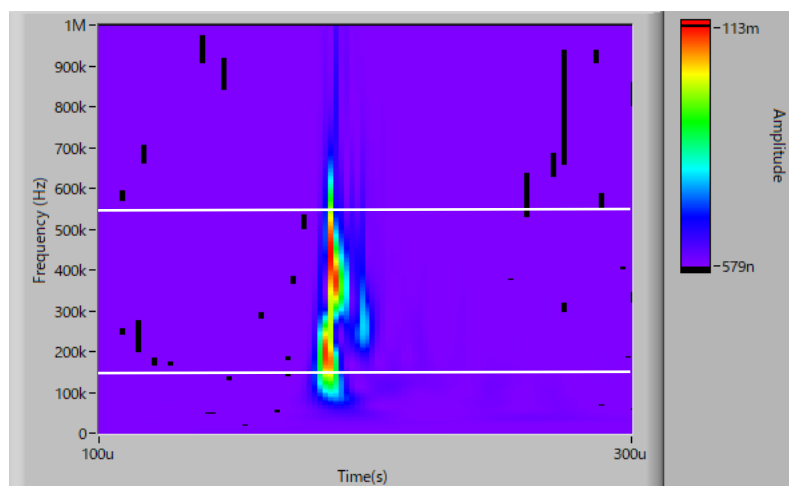
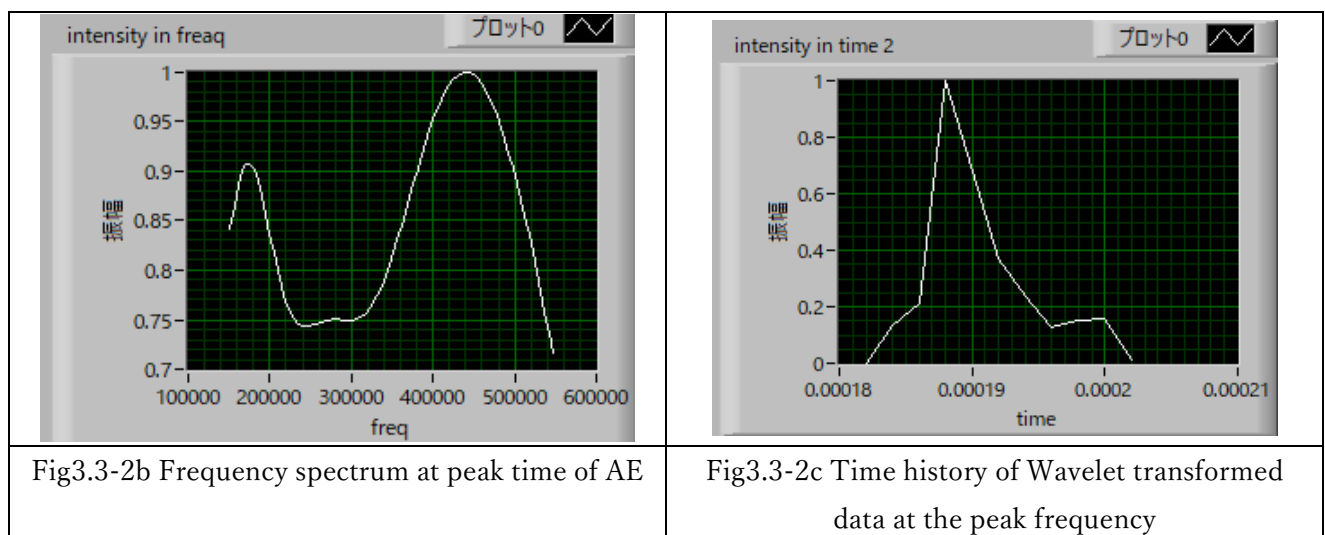


Fig3.3-2a Time-frequency scalogram obtained by wavelet transform



本研究では、Wavelet 変換を用いて AE 波形から時間周波数グラフを求めた。Mother Wavelet 関数として Morlet (Gabor) Wavelet を用いた。

$$\psi_0(t) = \frac{1}{\sqrt[4]{\sigma^2\pi}} \exp\left(-\frac{t^2}{2\sigma^2} + j\omega_0 t\right) \quad (3)$$

ここでは、 ω_0 が中心周波数、 σ がパルス幅であり、スケール化された Mother Wavelet は以下の式で表せられる。

$$\psi_0(t) = \frac{1}{\sqrt{n}} \psi\left(\frac{t-\tau}{n}\right) \quad (4)$$

整数 n によってスケール化された中心周波数は $\omega = \omega_0/n$ である。

得られた代表的な時間－周波数グラフを Fig3.3-2d に示す。Fig3.3-2d から、繊維破断 AE は 300kHz と 800kHz 付近に中心周波数成分を含むことが分かる。本研究では、これらの周波数帯に着目し AE 特性の解析を行った。具体的に、中心周波数とそれぞれの周波数成分の持続時間に着目する。

まず、時間－周波数グラフを最大値で正規化する。次に、Fig3.3-2d に示すように時間－周波数グラフを 550kHz の閾値で分割し、150～550kHz（領域 A）および 550～1200kHz（領域 B）の最大ピークが生じる時間を求め、その時間での周波数分布を取り出した。得られた周波数分布を Fig3.3-2e に示す。周波数分布の最大ピークに二次曲線を当てはめ、中心周波数を求めた。

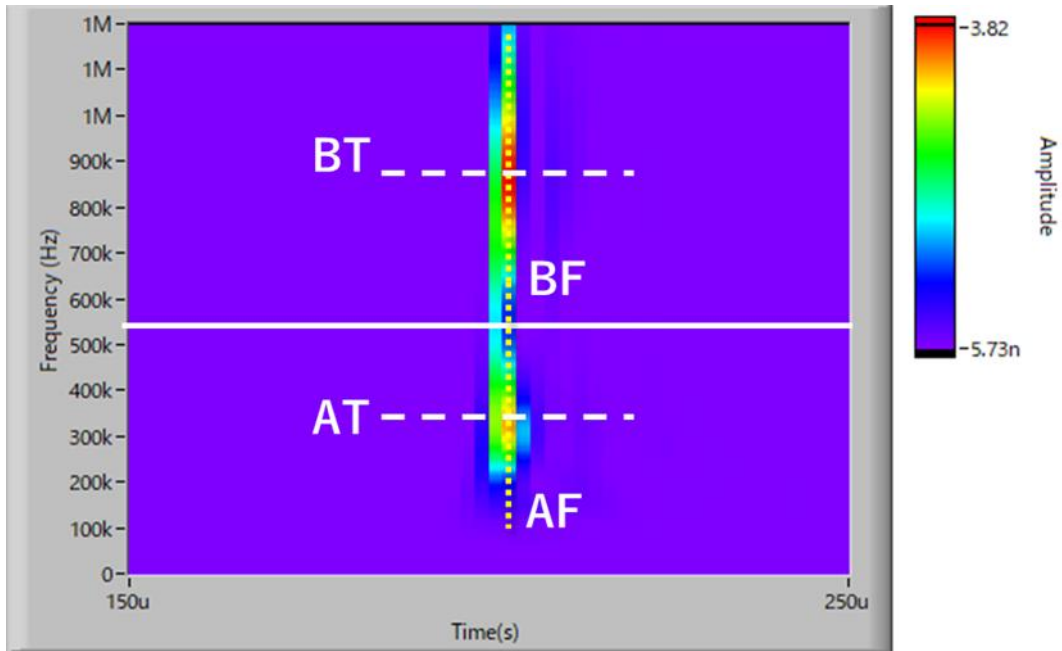


Fig3.3-2d Analyzing regions for AE in this paper

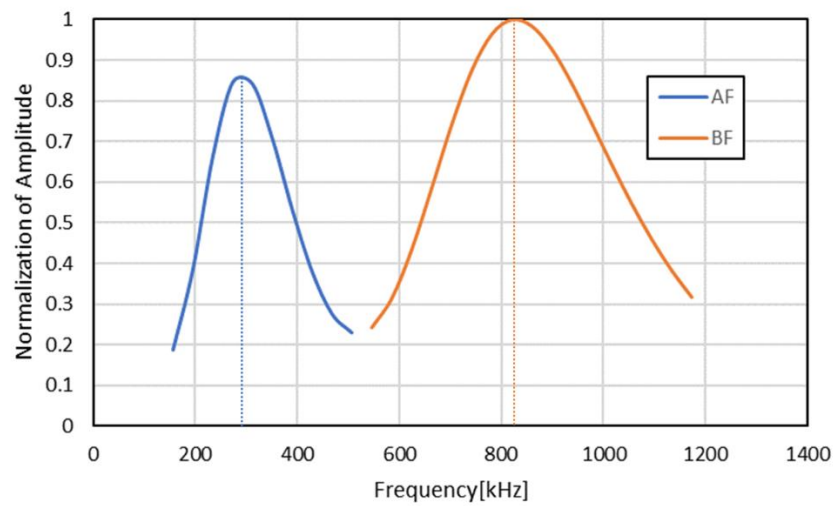


Fig3.3-2e Normalized frequency spectra in the regions of A and B

さらに、Fig3.3-2f に示すように、最大ピークの周波数における時間データを取り出し、正規化された値が 0.1 を超えた部分を持続時間として計算した。

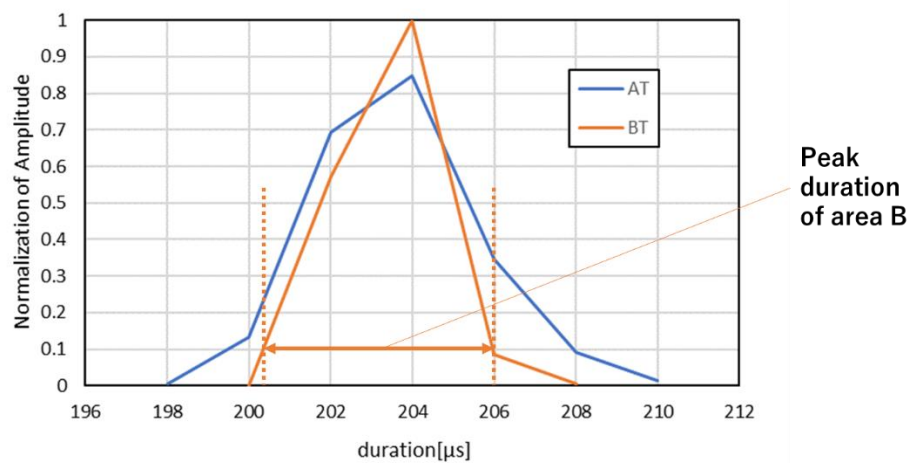


Fig3.3-2f Time histories of Wavelet data at the peak frequencies in the area B

3.4 実験方法

3.4.1 フラグメンテーション試験

本研究で行うフラグメンテーション試験の概要を Fig3.4-1a に示す。試験には引張試験機 (Fig3.4-1b) を使用して、変位制御で単調的に引張を行った。引張速度は $0.2\text{mm}/\text{min}$ で行った。試験片表面には AE センサ (AE-900M-WB, Fig3.4-1c) 2 個を設置し、ひずみゲージ (KFGS-2-120-C1-11 L1M2R, Fig3.4-1d) を接着させた。使用したひずみゲージの機械特性を Table3.1 に、AE センサの形状や特性を Table3.2 に示す。ひずみゲージは試験片の長手方向両面に瞬間接着剤で、AE センサはボンドガンを使って試験片の測定領域 (平行部) 外の両端に熱可塑接着剤で貼り付けた。発生した AE 信号は高周波数で空気中では大幅に減衰するため、試験片の密着性が重要である。そのため、センサ接地面の裏側から密着されているのかを確認した。AE センサは、試験片の測定領域の両端から 5mm 離れた位置で 2 個とも片方の表面に設置した。2 個のセンサ間の距離は、Fig3.4-1e より試験片 (a) で 15mm, (b) で 20mm, (c) で 35mm とした。試験片 (a), (b) においては試験片 (c) に比べ平行部が短く、ひずみゲージを接着すると繊維観察の妨げになってしまう。そのため、ひずみゲージは試験片 (a), (b) においては接着せず、試験片 (c) の実験で得られた物性値から FEM 解析を用いて負荷ひずみを推定した。

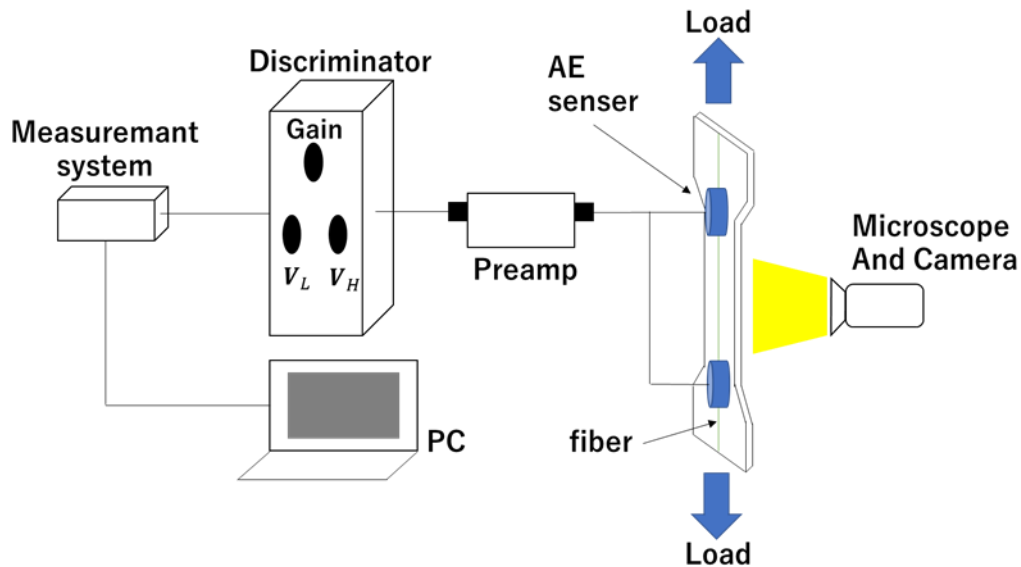


Fig3.4-1a Experimental set-up of fragmentation test with measuring AE and observing development of fiber breakage



Fig3.4-1b Tensile test machine



Fig3.4-1c AE sensor

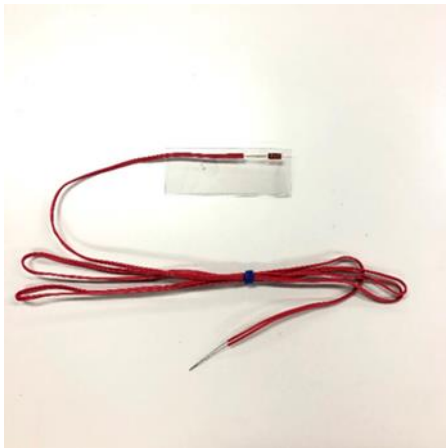
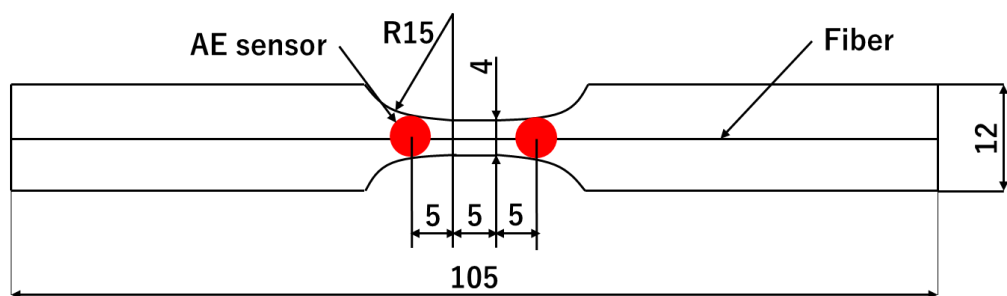
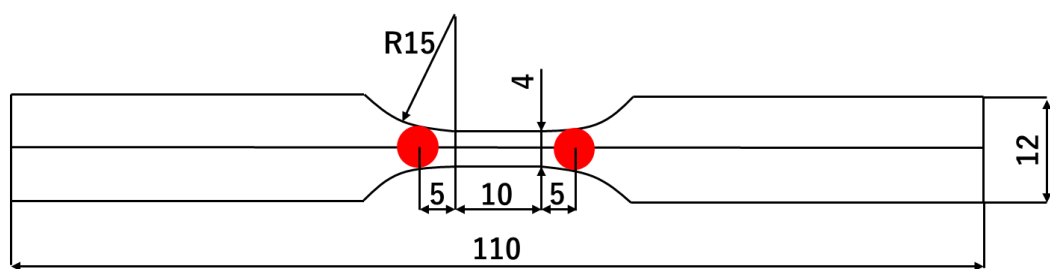


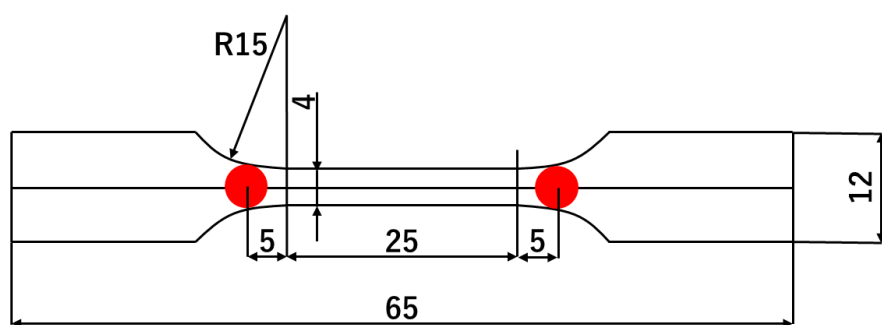
Fig3.4-1d Strain sensor



Specimen (a) Sensor position for specimen with parallel region length of 5mm



Specimen (b) Sensor position for specimen with parallel region length of 15mm



Specimen (c) Sensor position for specimen with parallel region length of 25mm

Fig3.4-1e Sensor position for each specimen

Table3.1 Properties of strain gauges

ゲージ率	ゲージ長	ゲージ抵抗	横感度比
$2.11 \pm 1.0\%$	2mm	$120.4\Omega \pm 0.4\%$	$(0.8 \pm 0.3\%)$

Table3.2 Properties of AE sensor

形状		周波数特性	感度
直径(mm)	高さ(mm)		
5	3.2	1M~4MHz(-10dB)	$34\text{dB} \pm 6\text{dB}(2\text{MHz})$

3.4.2 AE 測定

試験では、本研究室で構成した AE 計測システムを用いて AE 信号を測定した。本システムは、ディスクリミネータ AE9922 (NF 回路設計ブロック株式会社) とプリアンプ 9917 (NF 回路設計ブロック株式会社), 広帯域 AE センサは AE-900M-WB (NF 回路設計ブロック株式会社) と, それを PC に取り込む USB デジタルオシロスコープ PA-S2000 (P&A Technologies Inc.), そしてそれを記録するソフトウェアから構成される。2つのセンサを使用するマルチセンサで実験を行うため, AE センサ, プリアンプ, そしてディスクリミネータをそれぞれ2個用いてデジタルオシロスコープに接続した。プリアンプのゲインは40dB, ディスクリミネータのゲインは30dB とし, 周波数フィルタをかけずに計測した。また, ディスクリミネータからの TTL トリガ信号を用いて, AE 検出時のみ波形の記録を行った。記録波形の時間分解能は0.1 μ s, 時間幅は1msである。ディスクリミネータを Fig3.4-2a, プリアンプを Fig3.4-2b, USB デジタルオシロスコープを Fig3.4-2c, 実験用計測器を Fig3.4-2d に示す。

	
Fig3.4-2a Discriminator : AE9922	Fig3.4-2b Preamplifier : PREAMPLIFIER9917
	
Fig3.4-2c Oscilloscope : PA-S2000	Fig3.4-2d Data logger : NI my DAQ

3.4.3 偏光観察

偏光観察を用いたビデオマイクロスコープを用いて、目視による繊維破断の発生と進展のリアルタイムモニタリングを行い、1 秒間隔で連続撮影を行った。Micro links 社製 UM12 の卓上型デジタル顕微鏡 (Fig3.4-3a) と光源 (Fig3.4-3b) を使用した。試験片の繊維破断が目視確認できる焦点で、最大 13mm 角が撮影可能な範囲であった。偏光観察で繊維の状況が確認可能なのは、複屈折という現象を利用しているからである。複屈折とは、光線が方解石や水晶などの異方性決勝を透過することで二つの光に分けられることである。試験片のような異方体でないものは、変形などにより生じ、複屈折により色が変わる。本実験では繊維や繊維樹脂界面から光が差すときに繊維破断と判断した。偏光観察の原理を Fig3.4-3c に示す。また、マイクロスコープカメラで実際に撮影した繊維破断を Fig3.4-3d に示す。

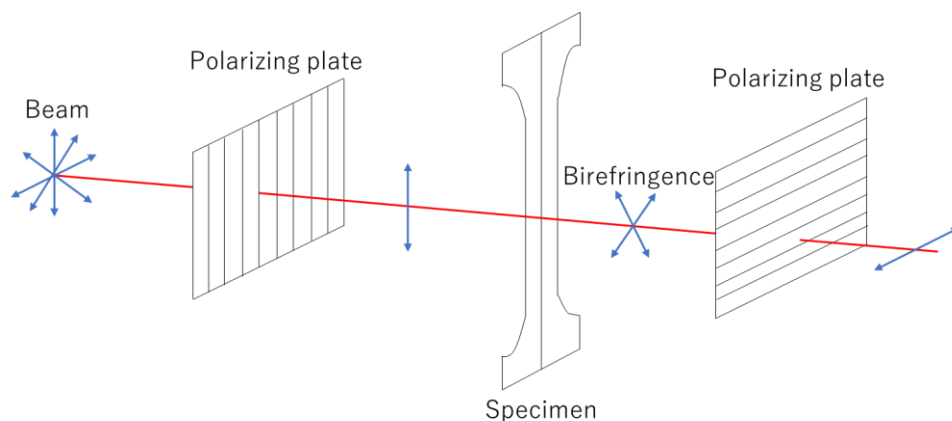
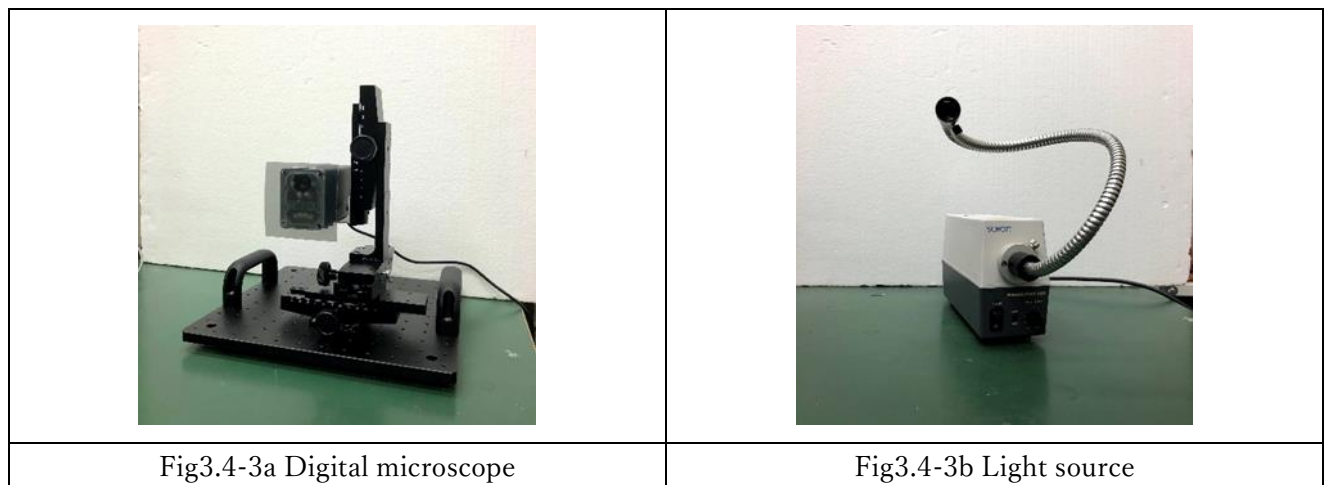


Fig3.4-3c Polarized light observation

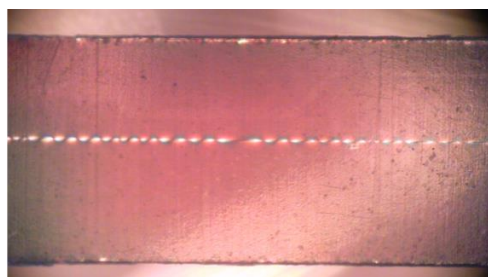


Fig3.4-3d Photograph of broken fiber in resin by polarized light observation

第4章 実験結果

4.1 AE 波形と Wavelet 変換による AE 特性の解析

4.1.1 AE 波形

過去の研究から、繊維破断 AE ではパルス状の高周波で振幅が高く持続時間が短く、樹脂割れや界面剥離は繊維破断よりも周波数が低く、振幅は小さいかつ持続時間は長いことが分かっている。本研究では、繊維破断、界面剥離、引き抜き、二つ以上の損傷モードがほぼ同時に生じている特徴的な AE 波形が得られた。その結果を Fig4.1-1a, Fig4.1-1b, Fig4.1-1c, Fig4.1-1d, に示す。

Type A (Fig4.1-1a) は突発型のパルス波であるため、繊維破断により生じた波形であると考えられる。この AE 波形は 2~3 周期ほどの持続しかなく、Fig4.1-1a より高周波であることが分かる。

Type B (Fig4.1-1b) は Fig4.1-1a と比較すると振幅が低く、周期と持続時間が長いことが分かる。このことから、Fig4.1-1b で示された AE 波形は界面剥離により生じたと考えられる。

Type C (Fig4.1-1c) は Fig4.1-1a, Fig4.1-1b と比較すると高振幅である。また、Fig4.1-1a と同様に高周波であることが分かる。したがって引き抜きにより生じた AE 波形だと考えられる。

Type D (Fig4.1-1d) は検出時に持続時間が短い高振幅が現れ、その後、周期と持続時間が長く低振幅の AE 波形が得られた。これは、検出された信号の波形には異なる周期の波が含まれており、波の重ね合わせが起きたと考えられる。このことから、Fig4.1-1d は繊維破断と界面剥離がほぼ同時に生じた AE 波形だと考えられる。

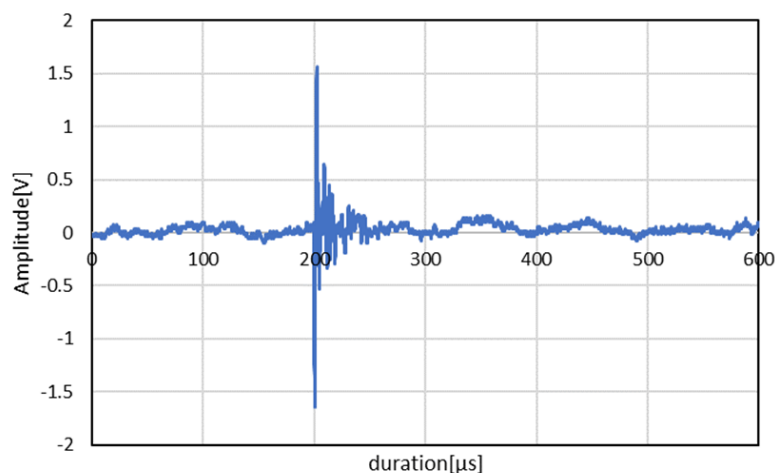


Fig4.1-1a Representative AE waveform : Type A

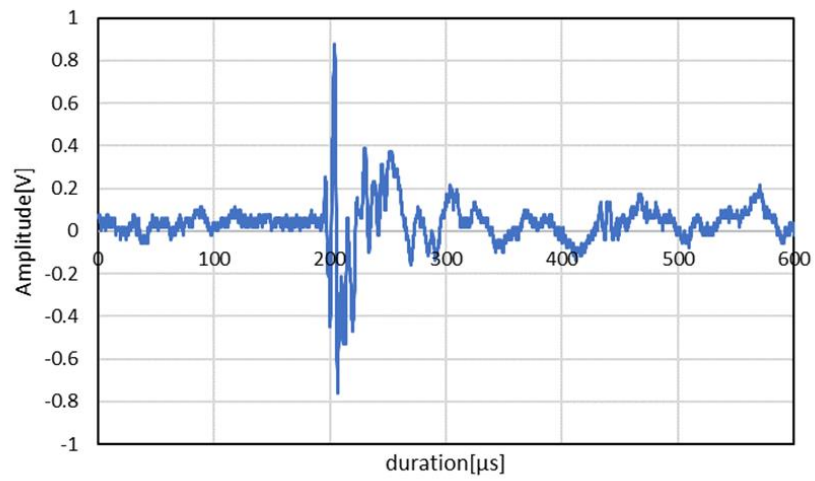


Fig4.1-1b Representative AE waveform : Type B

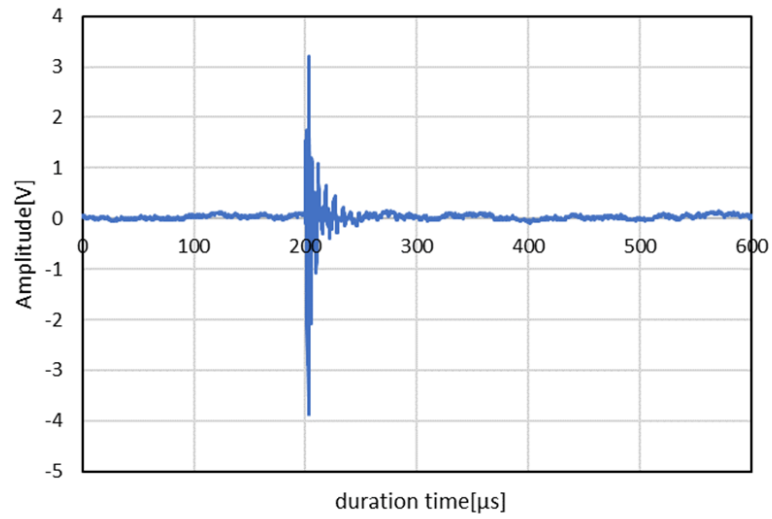


Fig4.1-1c Representative AE waveform : Type C

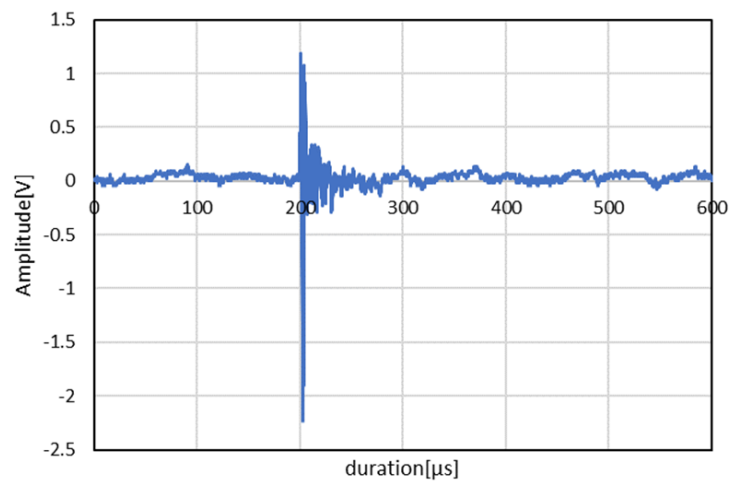


Fig4.1-1d Representative AE waveform : Type D

4.1.2 Wavelet 変換による解析

2.2.2 節, Table2.2 から, FRP の損傷モードは樹脂割れ (マトリクスクラック), 繊維界面剥離, 繊維破断, 引き抜きの順に周波数が高いことが分かっている. Table4.1 に CFRP による AE 信号の周波数成分と損傷モードの関係を示す.

Table4.1 Frequency components of AE signal and damage form

周波数[kHz]	損傷形態
50 以下	試験片・治具摩擦
50~100	樹脂割れ
150~250	繊維/樹脂界面剥離
270~390	引き抜き・繊維破断
500	層間剥離摩擦・引き抜き

4.1.1 節で示されている検出された AE 信号 (Fig4.1-1a~Fig4.1-1d) について Wavelet 解析した結果を Fig4.1-2a, Fig4.1-2b, Fig4.1-2c, Fig4.1-2d に示す. これらの図について, 縦軸が周波数成分, 横軸が持続時間を表しており, 波形の振幅の大きさは色で示されている.

Type A (Fig4.1-2a) は赤色で示されている 200~300kHz 付近の周波数帯において最大振幅であり, 持続時間が短い信号である. したがって, 過去の文献からは繊維破断により生じた AE だと考えられる.

Type B (Fig4.1-2b) は 100~200kHz 付近の周波数帯において最大振幅であり, Fig4.1-2a と比較すると持続時間が長い信号である. したがって, 過去の文献からは繊維/樹脂界面剥離により生じた AE だと考えられる.

Type C (Fig4.1-2c) は 800~1000kHz 付近の周波数帯において最大振幅であり, Fig4.1-2a, Fig4.1-2b と比較すると, 3.43V と高振幅を示す信号である. したがって, 過去の文献からは繊維の引き抜きにより生じた AE だと考えられる.

Type D (Fig4.1-2d) は 200~300kHz 付近と 750kHz~1000kHz 付近の 2 つの範囲で高振幅を示している. このことから, 2 つの損傷モード (繊維破断と繊維の引き抜き) が同時に生じた AE だと考えられる.

以上のことから, Wavelet 解析では信号の波形と比べ, Wavelet 変換のデータから周波数範囲で損傷モードをより正確に分離できることが示された.

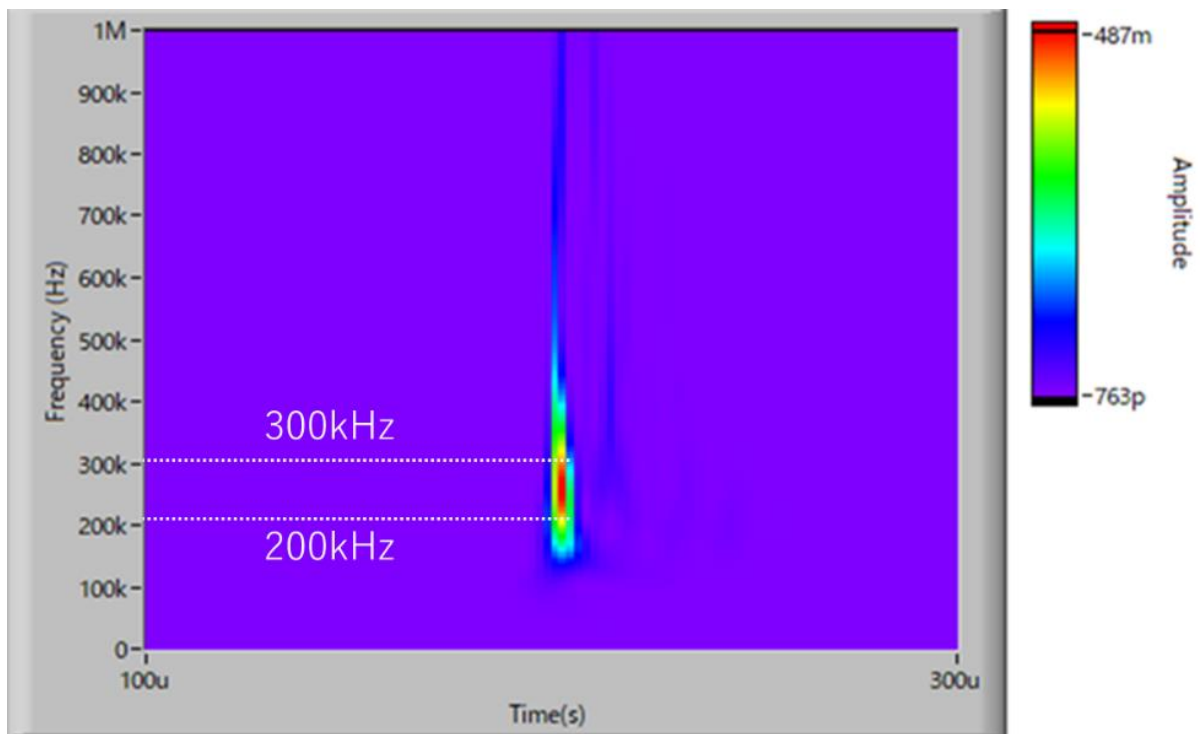


Fig4.1-2a Representative AE scalogram : Type A

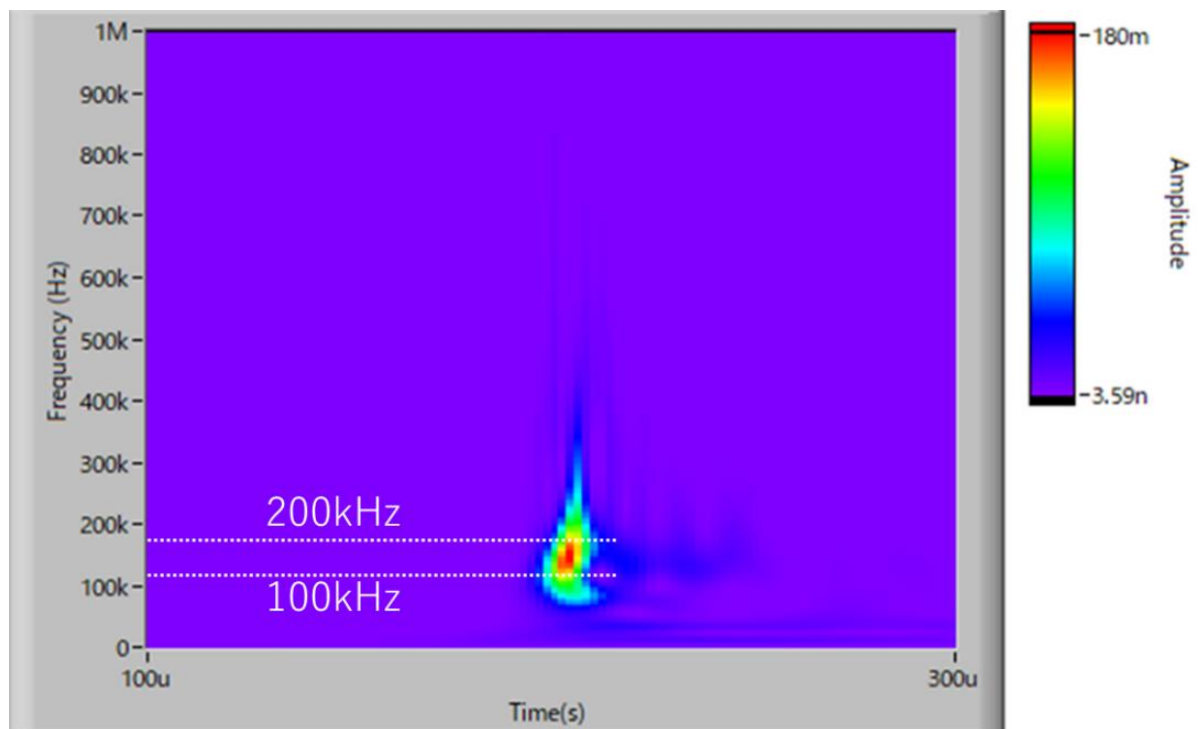


Fig4.1-2b Representative AE scalogram : Type B

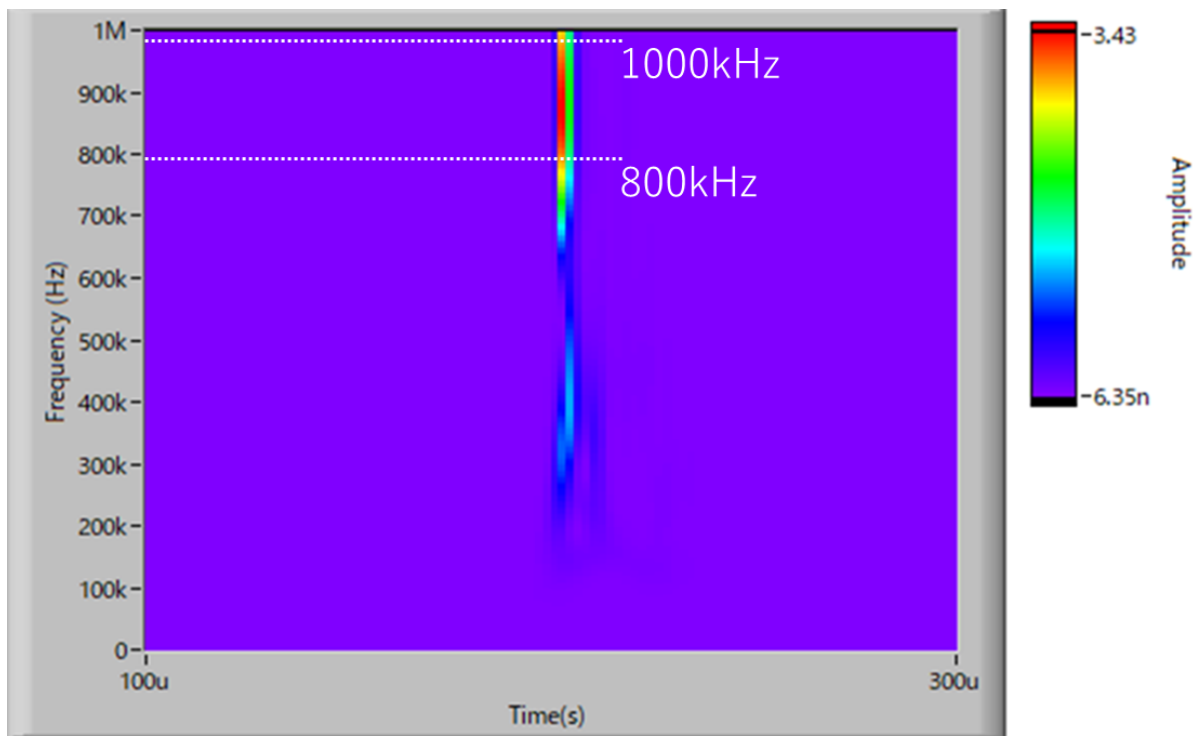


Fig4.1-2c Representative AE scalogram : Type C

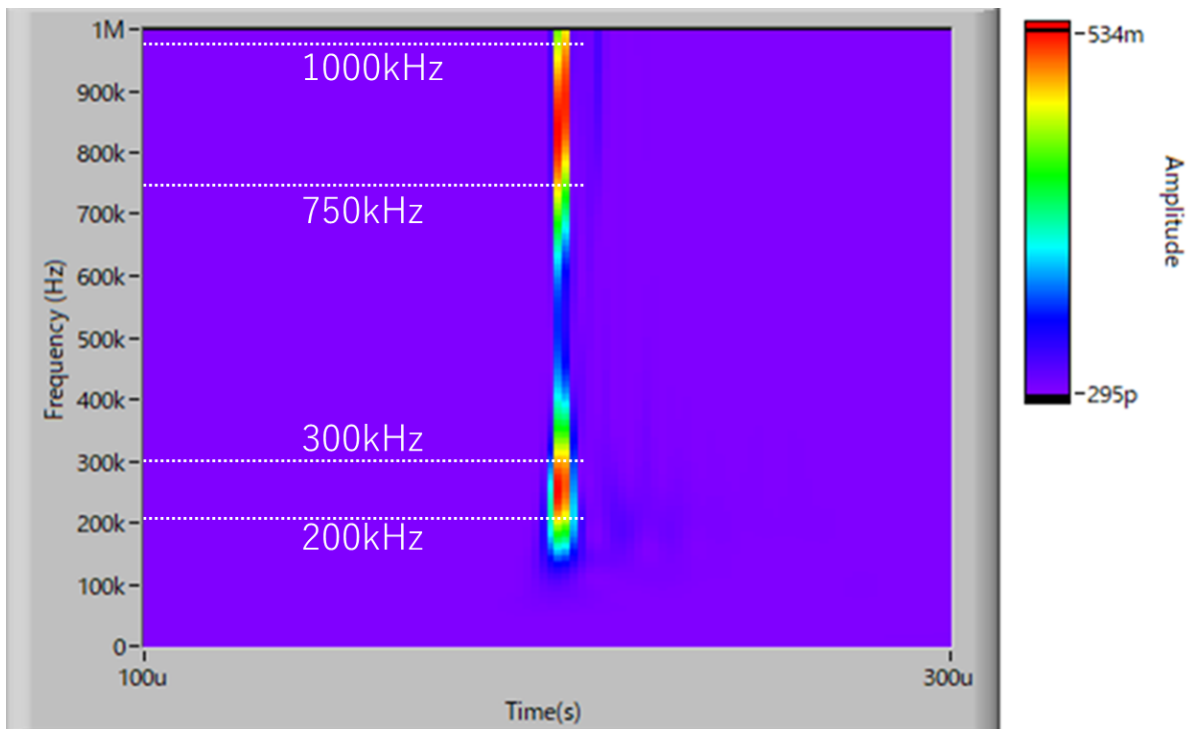


Fig4.1-2d Representative AE scalogram : Type D

4.2 PAN 系と Pitch 系による AE 波の特性

4.2.1 AE 波の周波数特性

Fig4.2-1a に PAN 系繊維 (T700SC) の平行部 (観測域) 5mm, Fig4.2-1b に PAN 系繊維 (T700SC) の平行部 (観測域) 10mm, Fig4.2-1c に Pitch 系繊維 (YSH-50A-20S) の平行部 (観測域) 5mm, Fig4.2-1d に Pitch 系繊維 (YSH-50A-20S) の平行部 (観測域) 10mm における繊維破断 AE のひずみに対する周波数分布を示す。

Fig4.2-1a~Fig4.2-1d から, PAN 系繊維と Pitch 系繊維どちらも 200~400kHz 付近, 800~1000kHz 付近に分布していることが分かる。PAN 系繊維と Pitch 系繊維を比較すると, 周波数分布に大きな違いは見られなかった。このことは, 繊維の弾性率が繊維破断 AE の周波数に与える影響が小さいことを示している。

次にひずみに着目し比較すると, PAN 系繊維では約 0.02 μ から繊維破断が生じているのに対し, Pitch 系繊維では約 0.01 μ から繊維破断が生じていることが図から分かる。これは, 繊維の機械特性が影響しているものだと考えられる。Table2.3 から, PAN 系繊維は Pitch 系繊維よりも弾性率が低く引張強度が高いことが分かる。つまり, 繊維特性の違いにより繊維破断が生じる振る舞いに違いが生じることが分かった。

次に平行部 (観測域) の違いに着目する。低周波成分に着目すると, 平行部 (観測域) が 5mm と 10mm で大きな違いが見られなかった。一方で高周波成分に着目すると, 平行部 (観測域) が 10mm よりも 5mm のデータ数の方が明らかに多いことが分かる。このことから, 高周波成分においてセンサ間の距離を狭めることでセンサの精度が向上することが分かった。

これらの結果で, 繊維の種類による周波数分布に関しては明確になったが, 引張破断時における AE 特性が詳細にはまだ分かっていない。それらをより詳細にするため, AE の検知精度が良い平行部 (観測域) 5mm の試験片で得られた AE 波を繊維破断が目視確認できたデータのみに絞ることで, それらのデータから引張破断時における AE 特性がより詳細に調べることができると考えた。目視確認できたデータのみによる結果は 4.3 節で述べる。

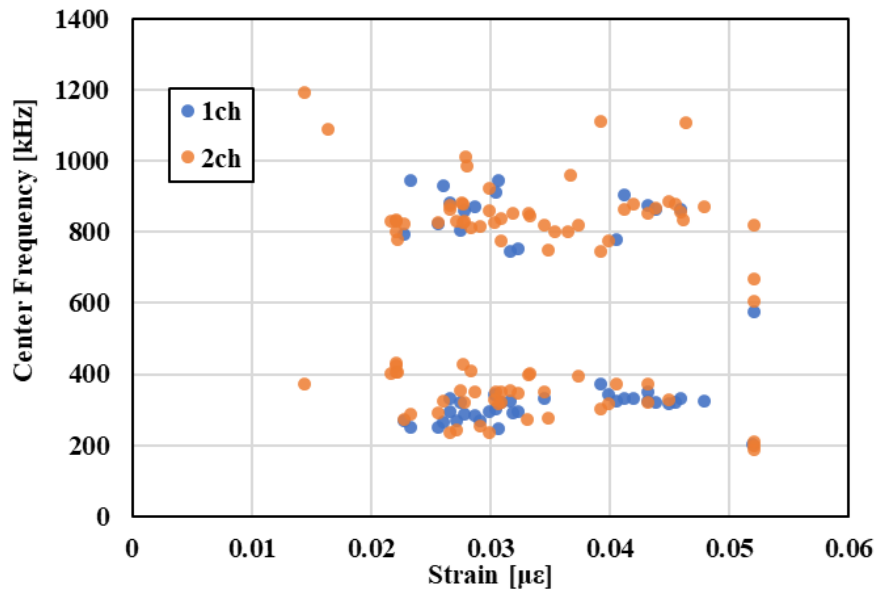


Fig4.2-1a Frequency distribution of fiber-break AE of T700SC against average strain (5mm)

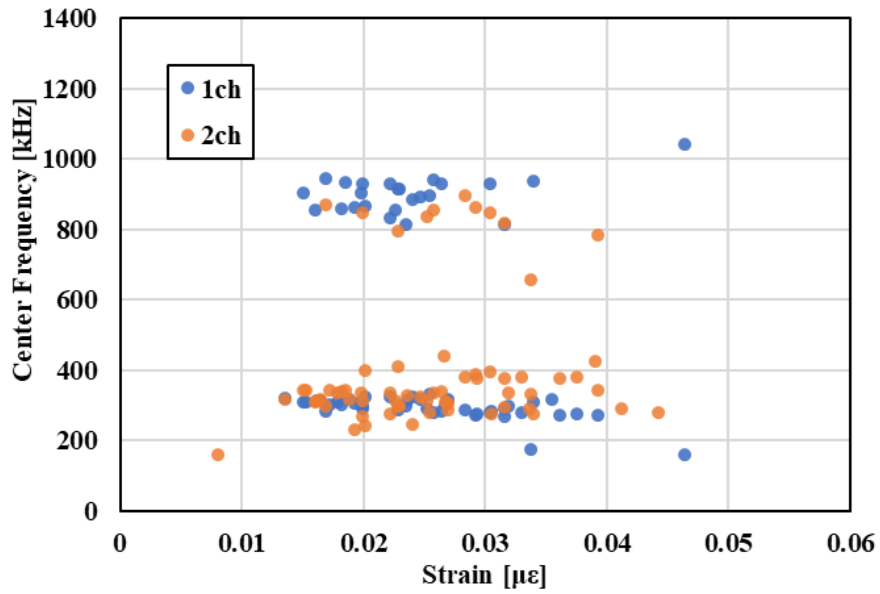


Fig4.2-1b Frequency distribution of fiber-break AE of T700SC against average strain (10mm)

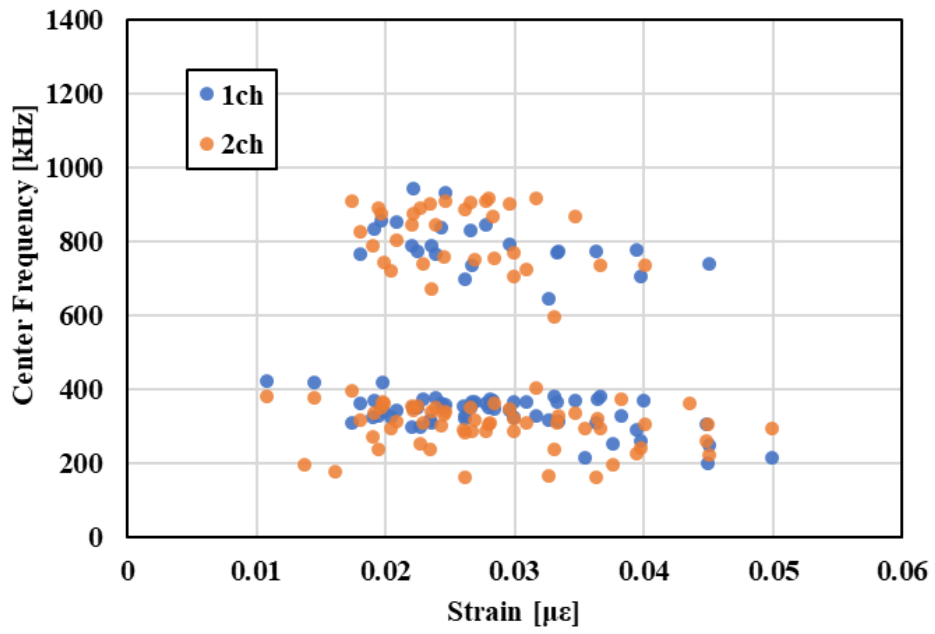


Fig4.2-1c Frequency distribution of fiber-break AE of YSH-50A-20S against average strain (5mm)

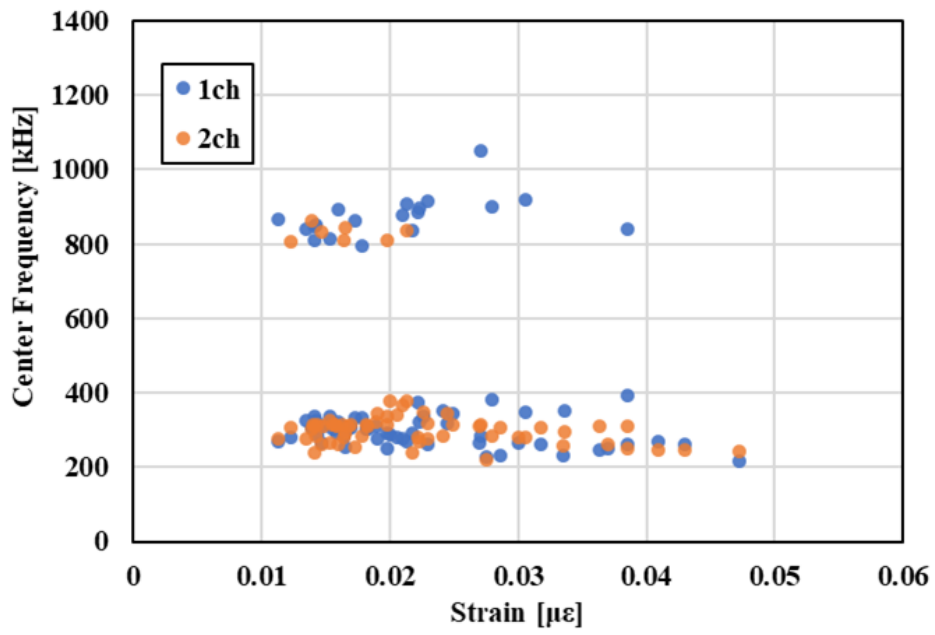


Fig4.2-1d Frequency distribution of fiber-break AE of YSH-50A-20S against average strain (10mm)

4.2.2 AE 波の振幅特性

繊維破断 AE のひずみに対する振幅分布を Fig4.2-2a に PAN 系繊維, Fig4.2-2b に Pitch 系繊維を示す。

振幅の大きさに着目すると、どちらも最大振幅は 10V を示しているが、明らかに Pitch 系繊維の方が高振幅を示している信号が多いことが分かる。これは繊維の弾性率の違いによるものであり、Table2.3 より Pitch 系繊維の弾性率の方が PAN 系繊維よりも大きく、AE 振幅に影響を与えることが分かった。

次に AE 振幅の分布に着目すると、PAN 系繊維は 2V 以下の振幅がひずみ $0.02 \sim 0.04 \mu\epsilon$ の間で多く分布しているのに対し、Pitch 系繊維ではひずみ $0.01 \sim 0.03 \mu\epsilon$ の間で多く分布していることが分かる。これは、弾性率が高い Pitch 系繊維の方が早いタイミングで繊維破断が生じているからだと考えられる。また、2V 以上の高振幅は、PAN 系繊維に比べ Pitch 系繊維の方が多く、幅広く分布していることが分かる。これは、Pitch 系繊維の方が、剥離が生じやすく、繊維/樹脂界面剥離後の引き抜きによる AE が多く生じているからだと考えられる。

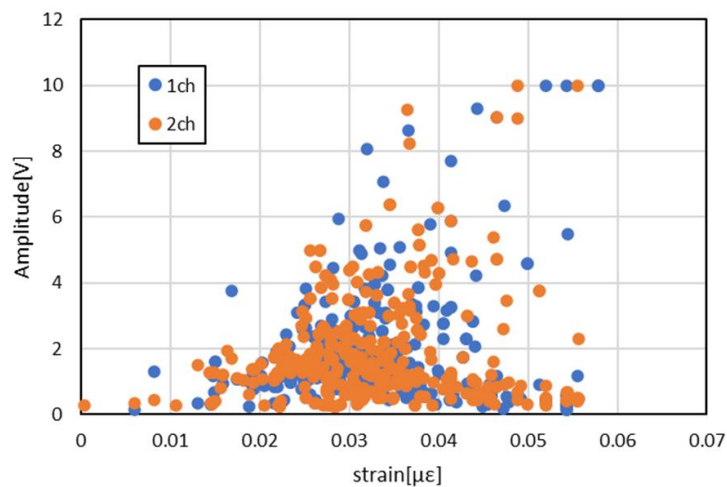


Fig4.2-2a Relationship between amplitude and strain of T700SC

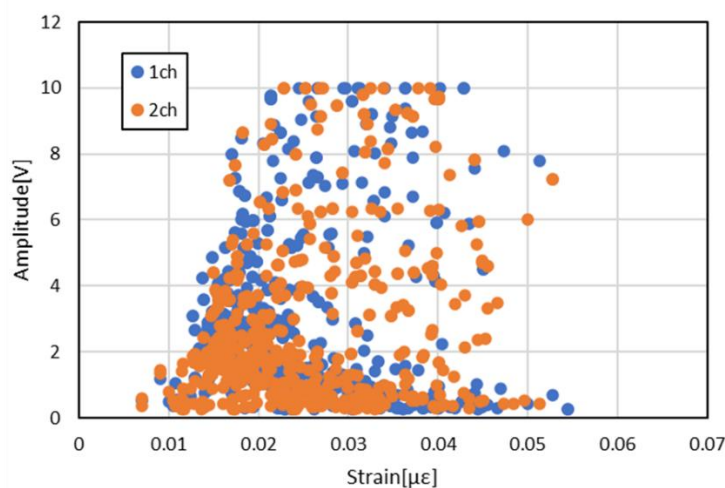


Fig4.2-2b Relationship between amplitude and strain of YSH-50A-20S

4.2.3 AE 波の持続時間特性

繊維破断 AE の持続時間に対する周波数分布を Fig4.2-3a に PAN 系繊維, Fig4.2-3b に Pitch 系繊維を示す.

持続時間の大きさに着目してみると, $20\mu\text{s}$ よりも大きい持続時間が生じているのが PAN 系繊維に比べ Pitch 系繊維の方が明らかに多いことが分かる. また, $20\mu\text{s}$ よりも大きい持続時間が見られたのはほとんどが 300kHz 以下の AE 周波数である. 300kHz 以下の周波数帯は繊維破断によるものではないため, 界面剥離により生じた AE ではないかと考えられる. したがって, 繊維の弾性率が大きい Pitch 系繊維の方が, 界面剥離が生じやすいということが分かる.

また, 高周波帯の持続時間はほとんどが $15\mu\text{s}$ 以下しかないということが Fig4.2-3a, Fig4.2-3b から分かる. 高周波帯は繊維の引き抜きにより生じた AE であるので, 引き抜きによる持続時間は小さいということが分かった.

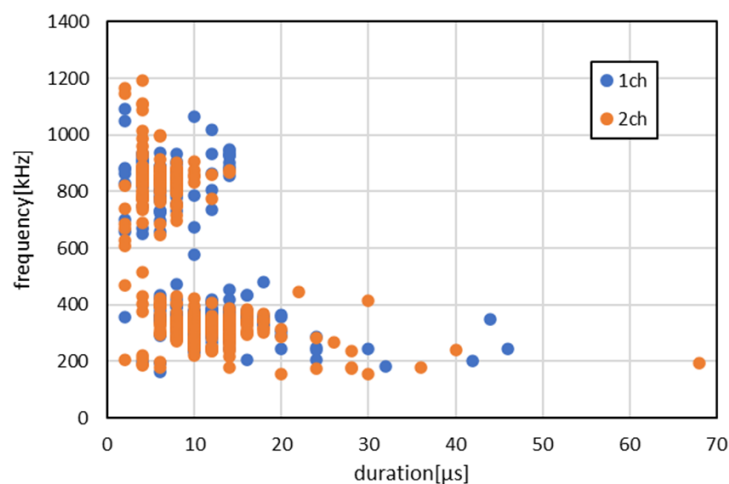


Fig4.2-3a Relationship between frequency and duration of T700SC

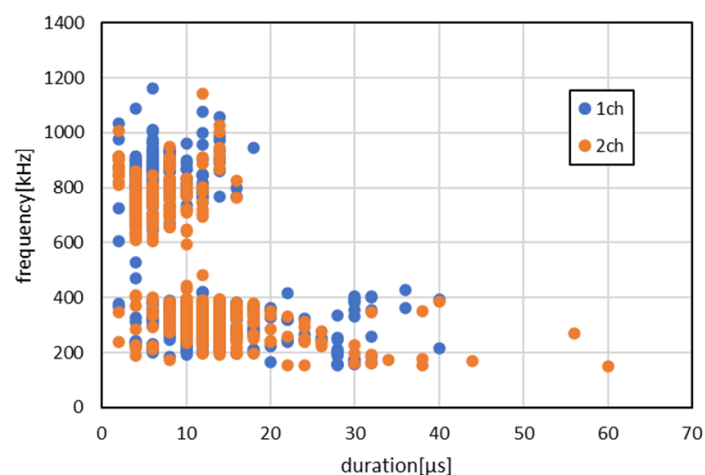


Fig4.2-3b Relationship between frequency and duration of YSH-50A-20S

4.3 目視確認できたデータのための繊維破断 AE

4.3.1 測定された繊維破断 AE の位置特定の計算方法

Fig4.3-1a に Pitch 系繊維で得られた持続時間に対する振幅の AE 波形を示す。波形の青色の線が 1ch で得られた AE 波形であり、橙色の線が 2ch で得られた AE 波形である。樹脂の音速は 1600m/s であり、この音速を使用し破断位置の計算を行った。また、偏光観察による目視可能な範囲は、1ch の AE センサから約 $2\sim 12\text{mm}$ である。

Fig4.3-1a から、この AE は先に 1ch のセンサに到達し、その後 2ch のセンサに到達していることが分かる。Fig4.3-1a の矢印が AE 到達時の持続時間を示しており、本研究では立ち上がり時間 (Interval of time) と呼ぶ。その立ち上がり時間の差と樹脂の音速である 1600m/s から破断位置の計算を行った。

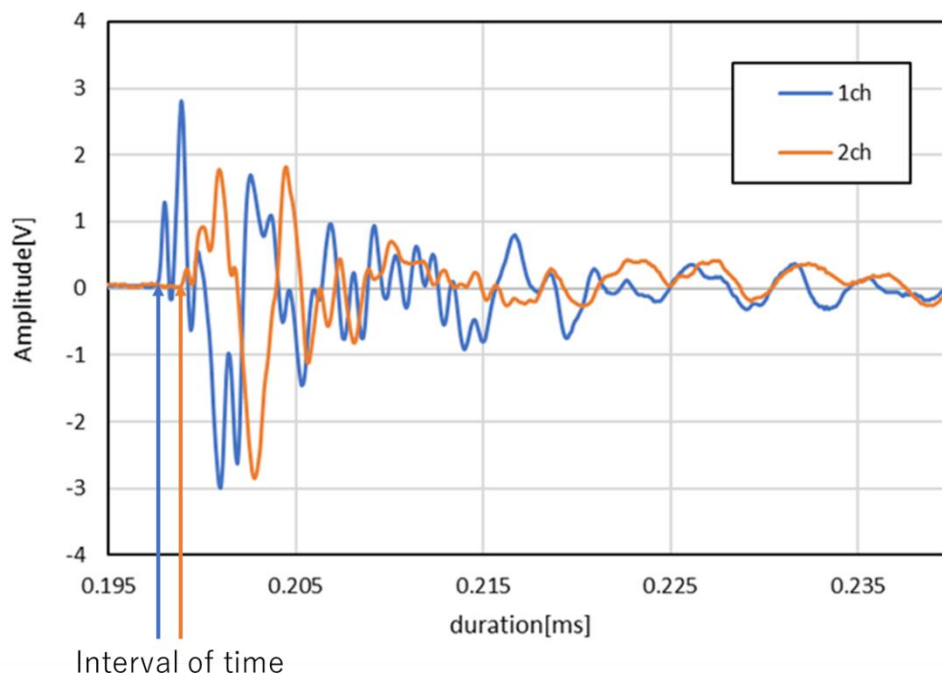


Fig4.3-1a Relationship between amplitude and duration of YSH-50A-20S

Table4.1 に上述の通り計算を行い求めた繊維破断位置と、偏光観察から得られた目視確認できた繊維破断位置データの一部を示す。目視確認できた繊維破断位置と計算で求めた繊維破断位置にそれほど大きな差がないことが分かる。このことから、目視確認できた繊維破断においては、Table4.1 に示す AE 周波数が繊維破断に起因し、生じた繊維破断 AE であると断定してもよいということが言える。

Table4.1 Comparison of calculated and observed (Fiber breakage position)

破断位置(計算値)[mm]	破断位置 (observed)[mm]	ひずみ[$\mu\epsilon$]	1ch		2ch	
			低周波数	高周波数	低周波数	高周波数
5.9	5.93	0.016992	340679	0	284408	0
7.1	7.07	0.017853	337793	0	290289	834048
5.5	5.14	0.018148	357541	0	298313	853170
4.62	4.28	0.018798	370030	0	336666	823291
8.7	8.72	0.019326	309943	0	295486	906165
7.9	7.72	0.019586	308600	0	293294	838694
11.1	11.6	0.019903	356681	0	352181	0
10.06	10	0.020462	351123	0	340512	903142
10.7	10.8	0.020768	357547	0	341754	881859
9.9	9.65	0.020911	320564	0	333573	877656
8.06	8.15	0.02128	324871	0	299765	833179
5.9	5.57	0.021552	356921	0	291294	0
8.62	9	0.021849	301482	0	309616	875302
7.26	6.71	0.021941	346529	0	283397	0
4.3	3.93	0.022409	365764	0	348825	808871
5.1	4.71	0.02424	366851	0	293704	830030
3.34	3.35	0.028809	366651	759449	326732	0
9.1	10.38	0.0115509	330795	880409	369481	883518
3.5	3.61	0.01180101	360917	836624	318166	0
8.46	9.16	0.01247306	323529	0	406693	827672
7.02	7	0.01371352	242324	780859	329532	0
7.66	8.05	0.01501955	291521	993034	298119	684740
8.3	8.88	0.01528464	333171	828198	423828	812472
8.7	9.66	0.01585802	335036	924128	383579	842894
5.1	5.11	0.01586585	336946	804479	322727	0
7.5	7.5	0.01749025	266656	927131	348421	738233
5.9	5.55	0.01789167	354630	934842	317549	0
6.1	6.22	0.01811043	377746	819624	320121	0
7.74	8.11	0.01904247	389078	886026	379651	758920
10.3	11.44	0.01930484	336823	898313	327627	715251
7.18	7.38	0.0193124	480688	931897	326051	0
10.06	10.83	0.01949156	341586	0	319016	0
10.3	10.11	0.01978822	327589	895964	365765	855129
5.26	4.55	0.02033352	361462	790248	316341	0
6.7	6.55	0.02084987	385431	804728	320729	0
5.9	5.83	0.02191018	367858	873457	318221	0
8.06	8.5	0.02321019	355869	845600	393547	775409
4.7	4.22	0.02566648	373754	821872	311411	0
8.94	8.94	0.01680924	352322	0	358498	811900

4.3.2 繊維破断位置と中心周波数の関係

Fig4.3-2a に PAN 系繊維の繊維破断位置に対する中心周波数のグラフを、Fig4.3-2b に Pitch 系繊維の繊維破断位置に対する中心周波数のグラフを示す。また、センサの位置は 1ch のセンサが繊維破断位置 0mm 側にあり、2ch のセンサは繊維破断位置 14mm 側にある。そして、青色の信号が 1ch のセンサで検知した AE 信号であり、橙色の信号が 2ch のセンサで検知した AE 信号である。

周波数の大きさに着目すると、繊維破断による AE 周波数はどちらについても低周波は300~400kHz、高周波は700~1000kHzに分布していることが分かる。これは、周波数の大きさについて繊維の種類による明確な違いがないことを示している。このことから、繊維の弾性率が AE の周波数特性にあまり影響を与えないということが明確になった。

次に、高周波成分に着目すると、どちらについても 1ch のセンサに近い位置に青色の信号、2ch のセンサに近い位置に橙色の信号が明らかに多いことが分かる。このことは、センサから繊維破断位置が離れると高周波 AE の取得が難しいことを示している。これは、高周波 AE の減衰が大きいためだと考えられる。以上のことから、繊維破断時には同時に高周波 AE が生じるが、センサの配置によってはこの高周波 AE を捉えることができないということが分かった。

過去の研究から、高周波成分は繊維もしくは樹脂界面剥離後の引き抜きにより生じた AE であるといわれている。つまり、単繊維 FRP の引張破断においては繊維破断と界面剥離、繊維の引き抜きがほぼ同時に生じているということが分かった。

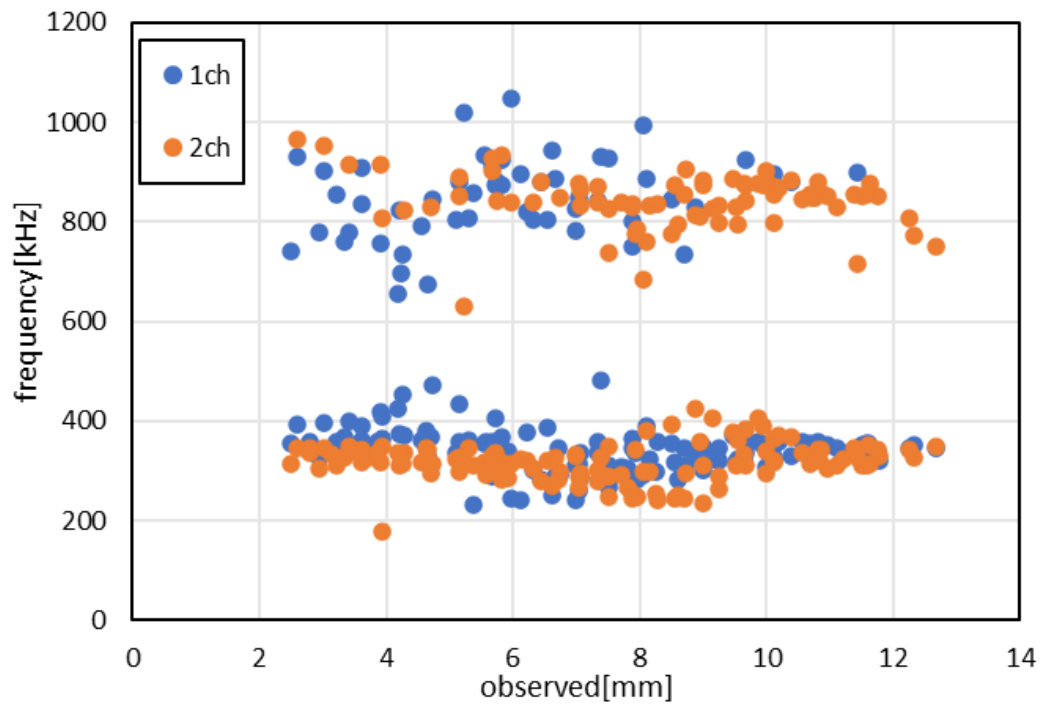


Fig4.3-2a Relationship between frequency and fiber breakage position of T700SC

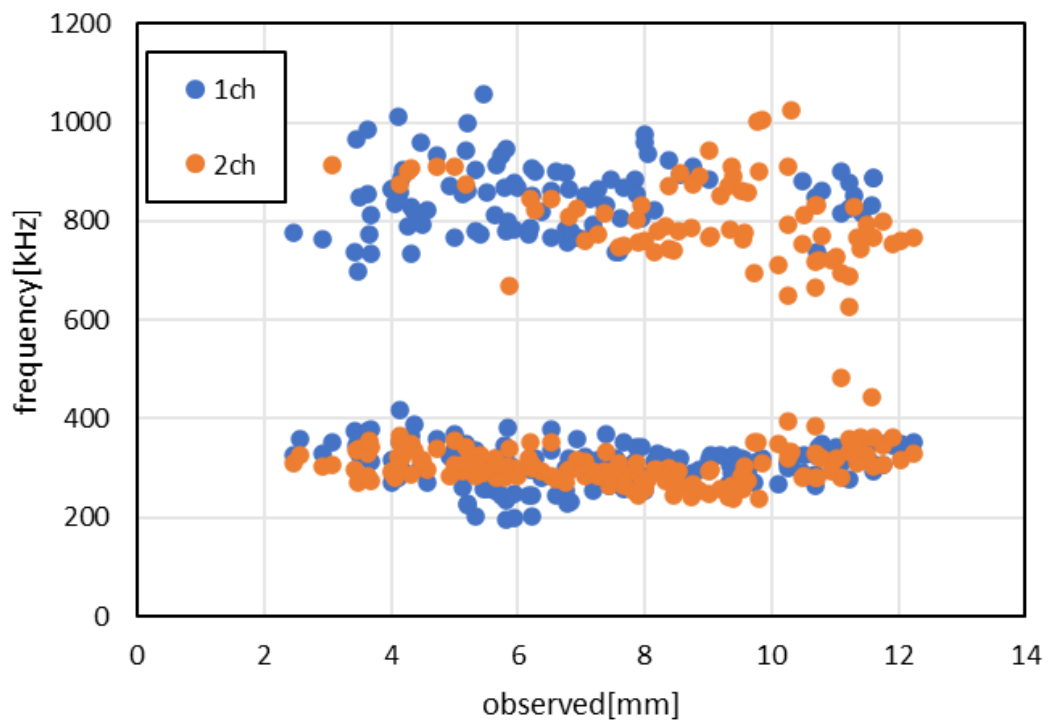


Fig4.3-2b Relationship between frequency and fiber breakage position of YSH-50A-20S

4.3.3 ひずみと中心周波数の関係

Fig4.3-3a に PAN 系繊維のひずみに対する中心周波数のグラフ, Fig4.3-3b に Pitch 系繊維のひずみに対する中心周波数のグラフを示す.

Fig4.3-3a から, PAN 系繊維の繊維破断による AE 周波数はひずみが約 $0.01\sim0.035\mu$ の間で幅広く分布していることが分かる. 一方で, Fig4.3-3b から, Pitch 系繊維の繊維破断による AE 周波数はひずみが約 $0.012\sim0.025\mu$ の間で多く分布していることが分かる. このことは, Pitch 系繊維では低いひずみで繊維破断数が急速に増加していることを示している. これは, Pitch 系繊維の方が PAN 系繊維に比べ繊維の弾性率が大きく, 引張強度が小さいためだと考えられる.

以上のことから, 繊維の種類によって AE 周波数の分布に大きな違いはないが, 繊維破断が生じる振る舞いに違いが見られるということが明確になった.

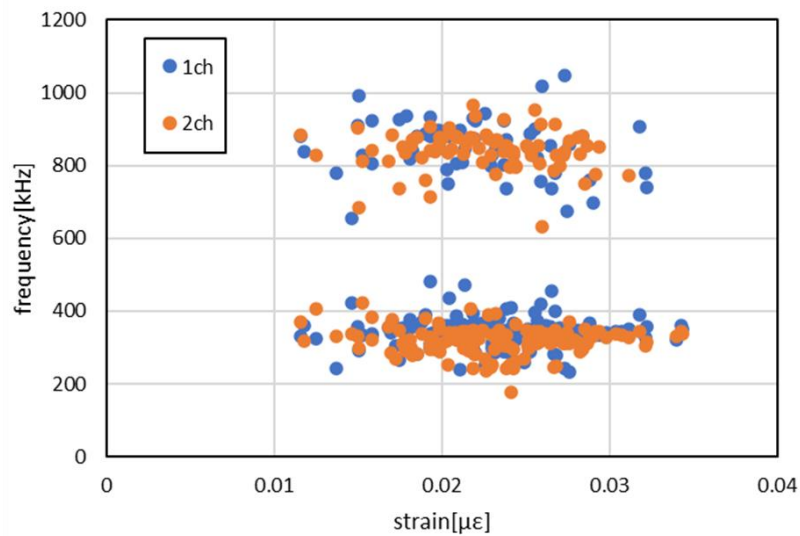


Fig4.3-3a Relationship between frequency and strain of T700SC

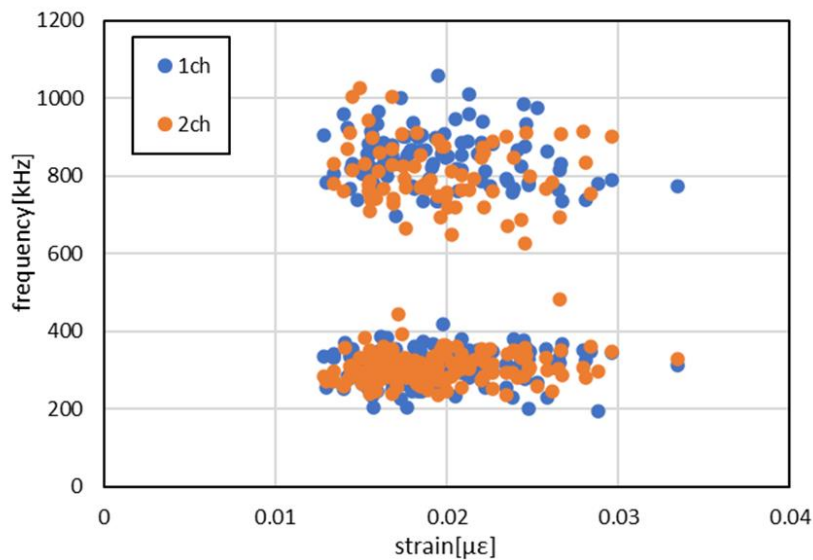


Fig4.3-3b Relationship between frequency and strain of YSH-50A-20S

4.4 樹脂の特性による AE

本節では、エポキシ樹脂とポリウレタンを使用し、作成した単繊維 FRP の試験片で引張試験を行い、その違いで繊維破断 AE に与える影響の結果を示す。

Table4.2 に本研究で使用したエポキシ樹脂、およびポリウレタンそれぞれのヤング率（縦弾性係数）を示す。また、Table4.2 に示すヤング率（縦弾性係数）は実測値である。

Table4.2 から、エポキシ樹脂のヤング率（縦弾性係数）はポリウレタンの約2~3倍大きいことが分かる。以下では、このヤング率（縦弾性係数）の違いが繊維破断 AE にどのように影響を与えるかを示す。

Table4.2 Young's modulus of epoxy resin and polyurethane

	1	2	3	4	5	6	7
Epoxy resin(GPa)	1.8929	2.2542	2.3597	2.0212	2.3944	2.4358	2.4764
Polyurethane(GPa)	0.7661	0.8380	1.0447	0.5653	0.8502	0.7983	

4.4.1 AE 波の周波数特性

Fig4.4-1a にエポキシ樹脂を母材にし、作成した試験片のひずみに対する中心周波数のグラフを、Fig4.4-2a にポリウレタンを母材にし、作成した試験片のひずみに対する中心周波数のグラフを示す。

それぞれのグラフの 1ch と 2ch の違いに着目すると、チャンネルごとでの違いは見られないことが分かる。

次に、ひずみの大きさについて着目する。Fig4.4-1a では AE 周波数が約0.01~0.035 μ のひずみで生じている。一方で、Fig4.4-2a では AE 周波数が約0.01~0.1 μ のひずみで生じていることが分かる。これは、エポキシ樹脂よりもポリウレタンの方が、弾性率が小さいからだと考えられる。

次に周波数分布に着目すると、Fig4.4-1a では約300~400kHzの周波数に多く分布しているのに対し、Fig4.4-2a では約200~300kHzの周波数に多く分布していることが分かる。エポキシ樹脂とポリウレタンを比較すると、AE 周波数分布が明らかに異なることが分かり、ポリウレタンの方が低い周波数分布を示している。このことは樹脂のヤング率の違いが AE に影響を与えるということを示している。

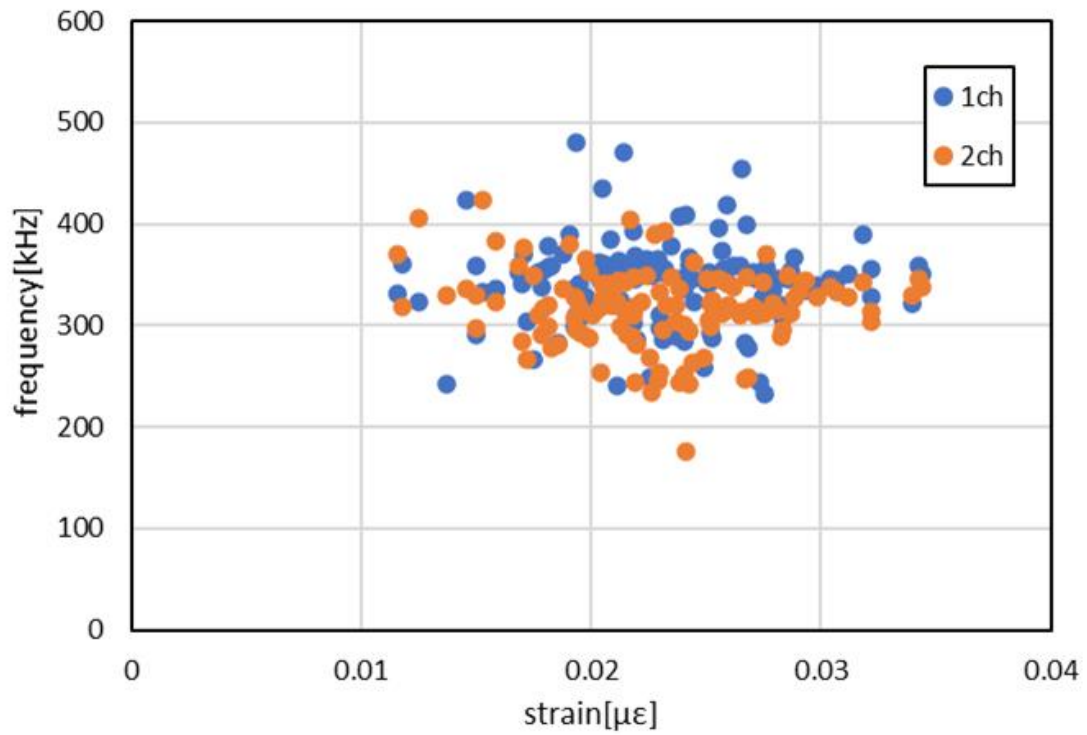


Fig4.4-1a Relationship between frequency and strain of epoxy resin

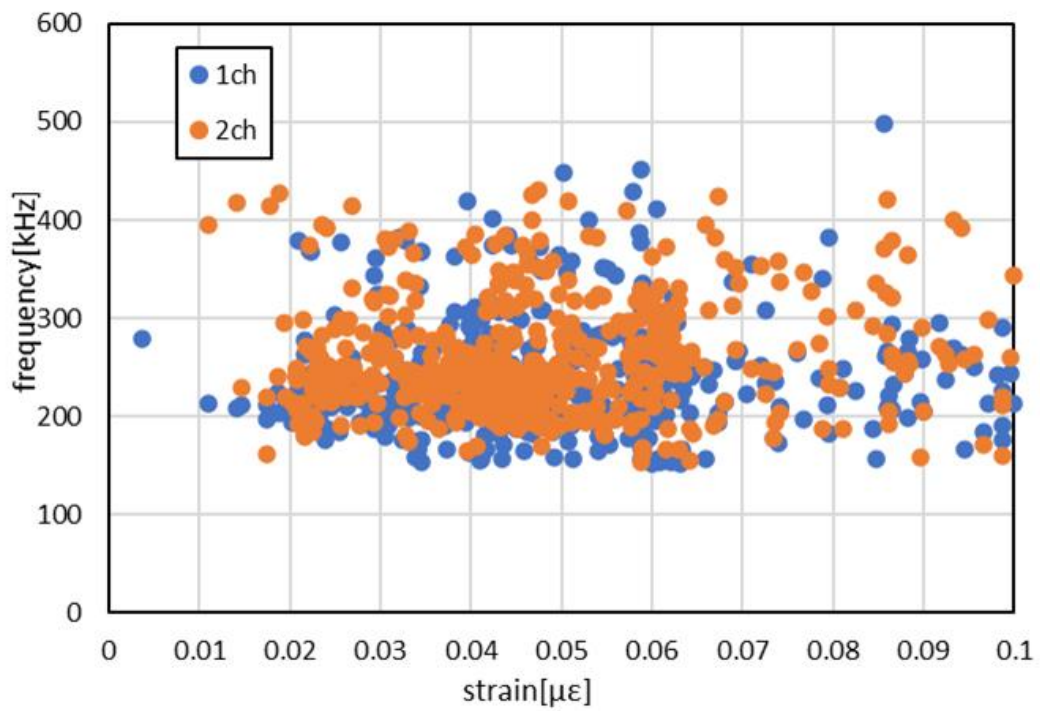


Fig4.4-2a Relationship between frequency and strain of polyurethane

4.4.2 AE 波の振幅特性

Fig4.4-2a にエポキシ樹脂のひずみに対する振幅のグラフを Fig4.4-2b に、ポリウレタンのひずみに対する振幅のグラフを示す。また、エポキシ樹脂の振幅に対する周波数のグラフを Fig4.4-2c に、ポリウレタンの振幅に対する周波数のグラフを Fig4.4-2d に示す。

振幅の大きさに着目し比較すると、どちらとも最大振幅は10Vであるが、ポリウレタンの方はエポキシ樹脂に比べ4V以上の振幅を示している AE 信号が明らかに多いことが分かる。さらに2V以下の振幅に着目してみると、エポキシ樹脂の方はひずみが $0.02\sim 0.04\mu$ の間に多く分布しているのに対し、ポリウレタンの方はひずみが $0.02\sim 0.07\mu$ の間に幅広く分布していることが分かる。また周波数分布に着目すると、エポキシ樹脂では700~1000kHzの高周波成分が見られるのに対し、ポリウレタンではほとんど見られないことが分かる。一方で200~400kHzの低周波成分はポリウレタンの方が多く見られることが分かる。このことから、樹脂の特性の違いにより AE 特性に影響を与えていることが明確であることがいえる。

Fig4.4-2d から、4V以上の振幅を示す200~400kHzの AE 信号は界面剥離、もしくは樹脂割れにより生じた AE であると考えられる。本研究で用いたポリウレタンでは繊維破断の目視確認が不可能であったため、繊維破断に起因した損傷モードかどうかを断定することができなかった。しかしながら、ポリウレタンの強度が低いことから、この4V以上の振幅は樹脂割れによるものではないかと考えられる。

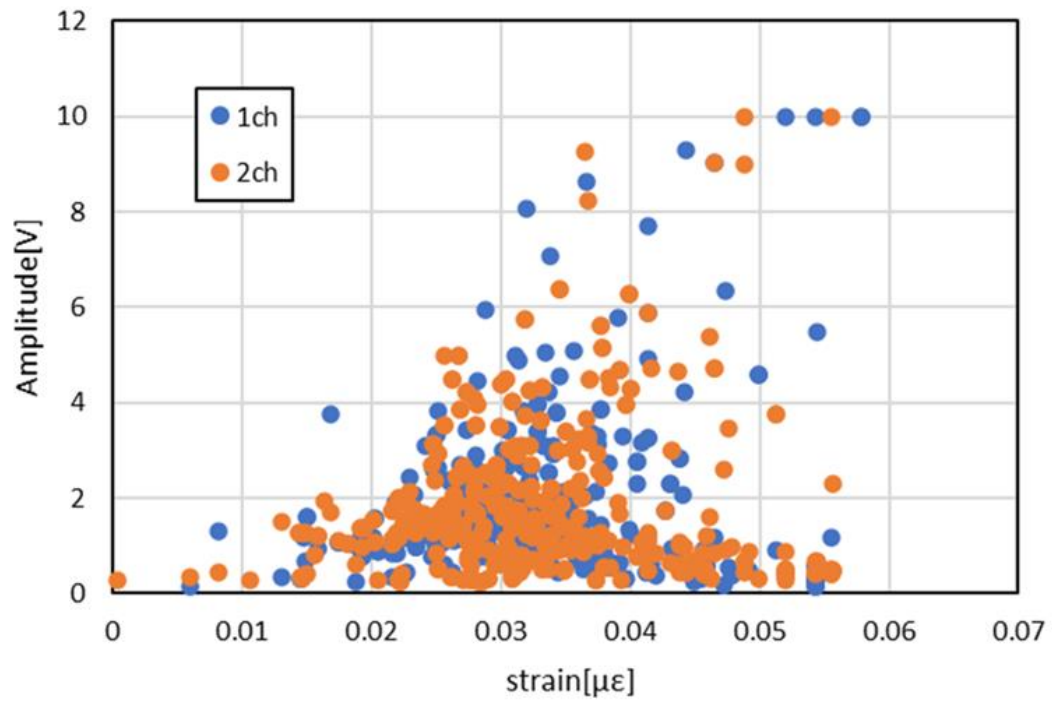


Fig4.4-2a Relationship between amplitude and strain of epoxy resin

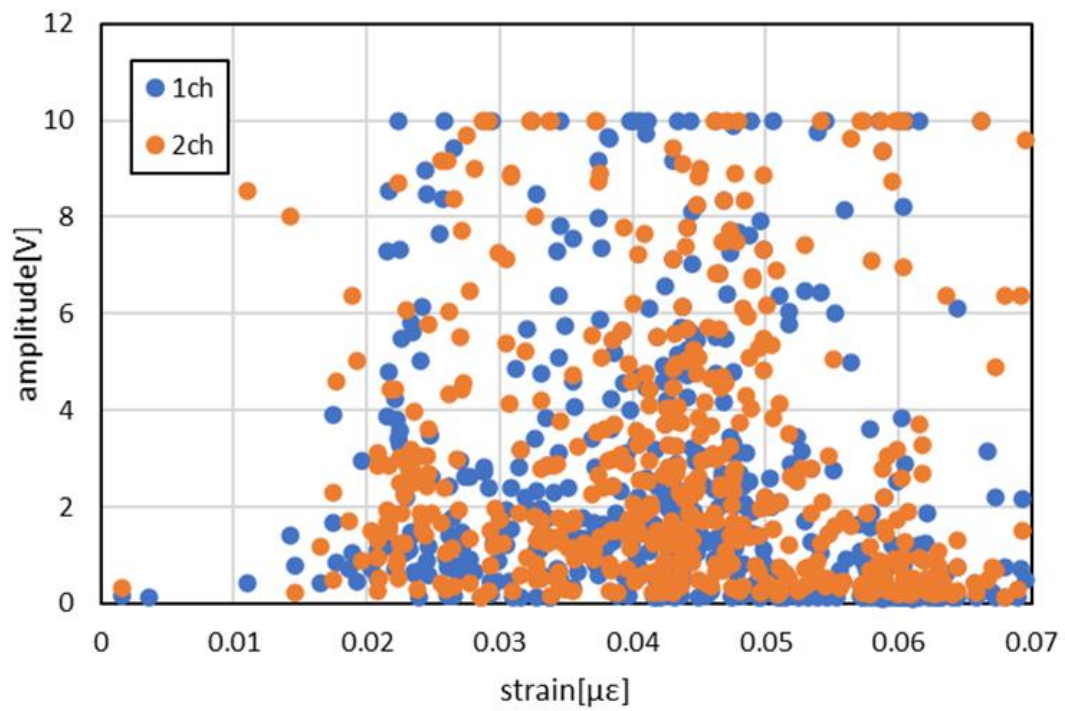


Fig4.4-2b Relationship between amplitude and strain of polyurethane

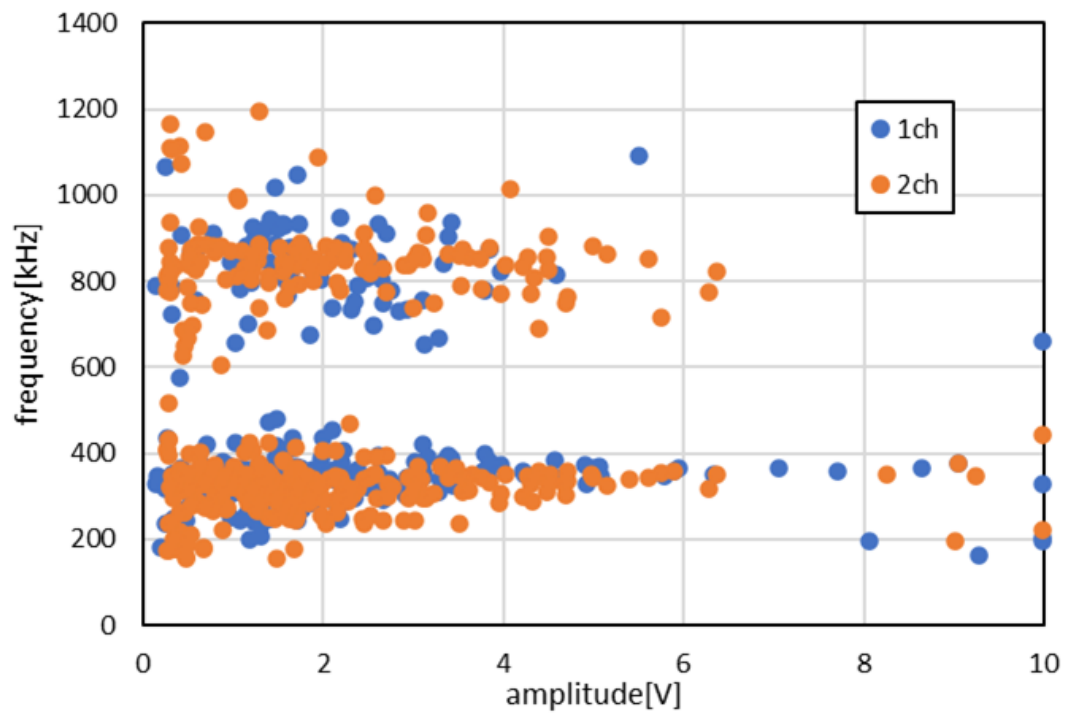


Fig4.4-2c Relationship between frequency and amplitude of epoxy resin

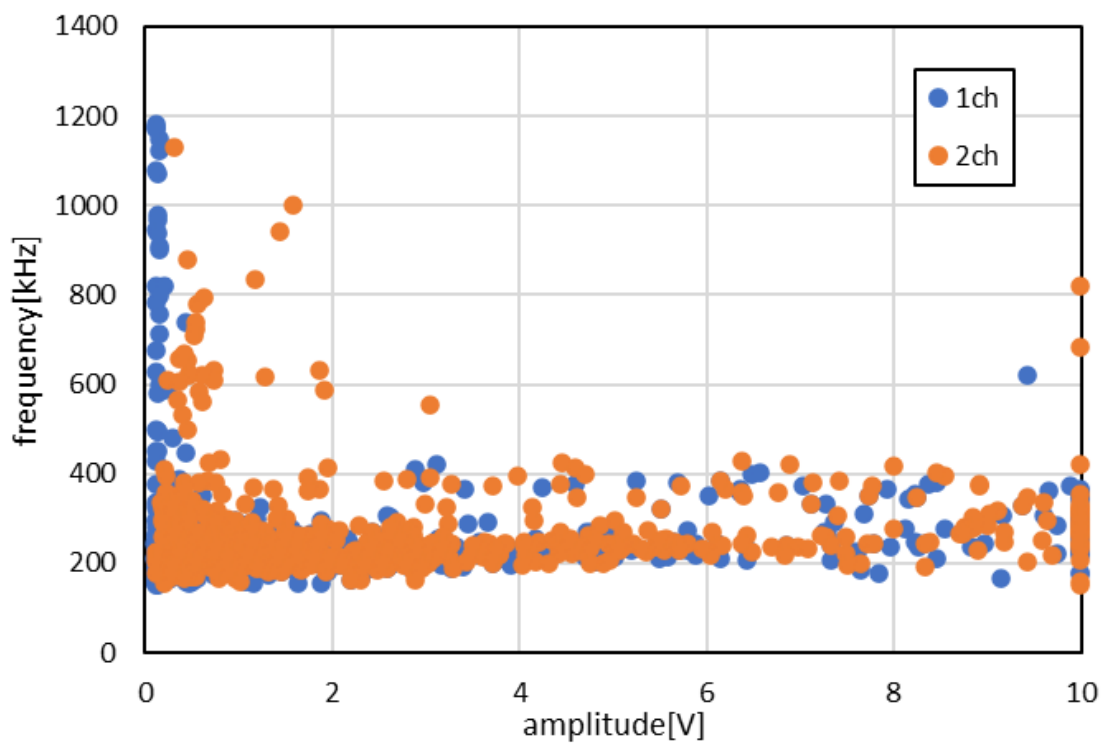


Fig4.4-2d Relationship between frequency and amplitude of polyurethane

4.4.3 AE 波の持続時間特性

Fig4.4-3a にエポキシ樹脂の持続時間に対する中心周波数のグラフを、Fig4.4-3b にポリウレタンの持続時間に対する中心周波数のグラフを示す。

持続時間の大きさに着目し比較すると、エポキシ樹脂では $20\mu\text{s}$ 以上の持続時間はほとんど現れていないのに対し、ポリウレタンでは $20\mu\text{s}$ 以上の持続時間でも低周波で現れていることが分かる。これは低い周波数で長い持続時間である界面剥離がエポキシ樹脂よりもポリウレタンの方が多く生じているからだと考えられる。

また、持続時間が $15\mu\text{s}$ 以下の高周波 AE を比較すると、エポキシ樹脂よりもポリウレタンの方が明らかに少ないことが分かる。これは、高い周波数で短い持続時間である繊維の引き抜きがポリウレタンよりもエポキシ樹脂の方が多く生じているからだと考えられる。したがって、4.4.2 節の高振幅は繊維の引き抜きにより生じたものよりも、界面剥離により生じたものが多いと考えられる。

以上のことから、樹脂の弾性率が小さいと界面剥離が生じやすい傾向が見られ、また繊維の引き抜きは生じにくくなる傾向が見られた。したがって、樹脂の弾性率は繊維破断 AE の持続時間特性にも影響を与えるということが分かった。

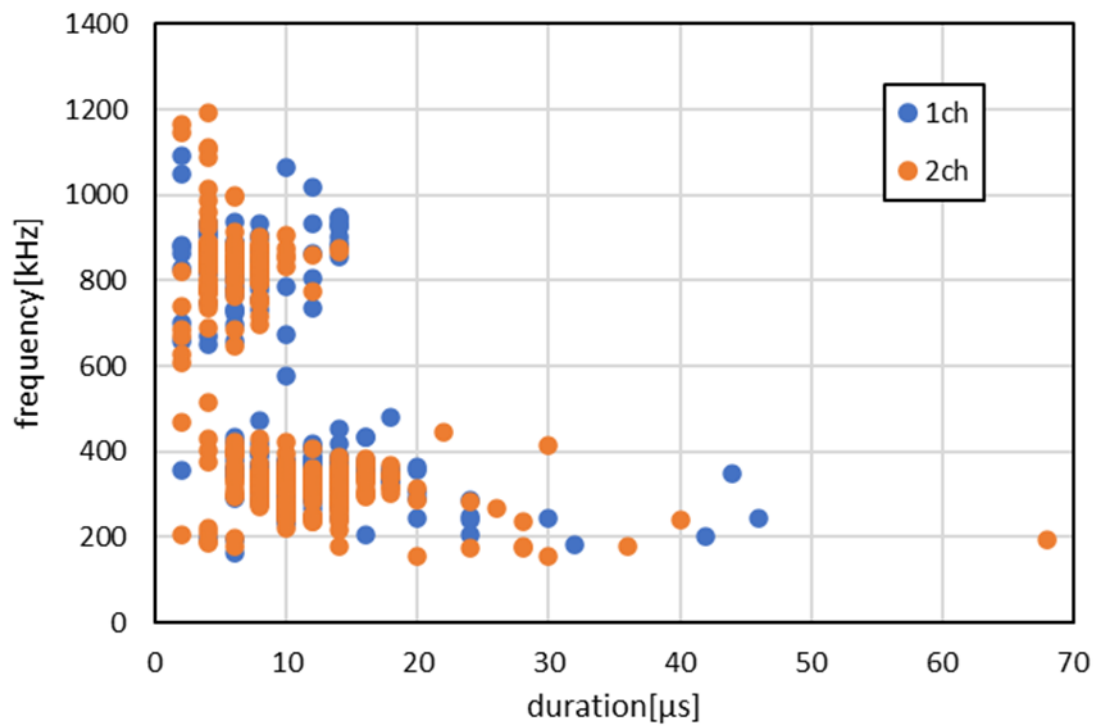


Fig4.4-3a Relationship between frequency and duration of epoxy resin

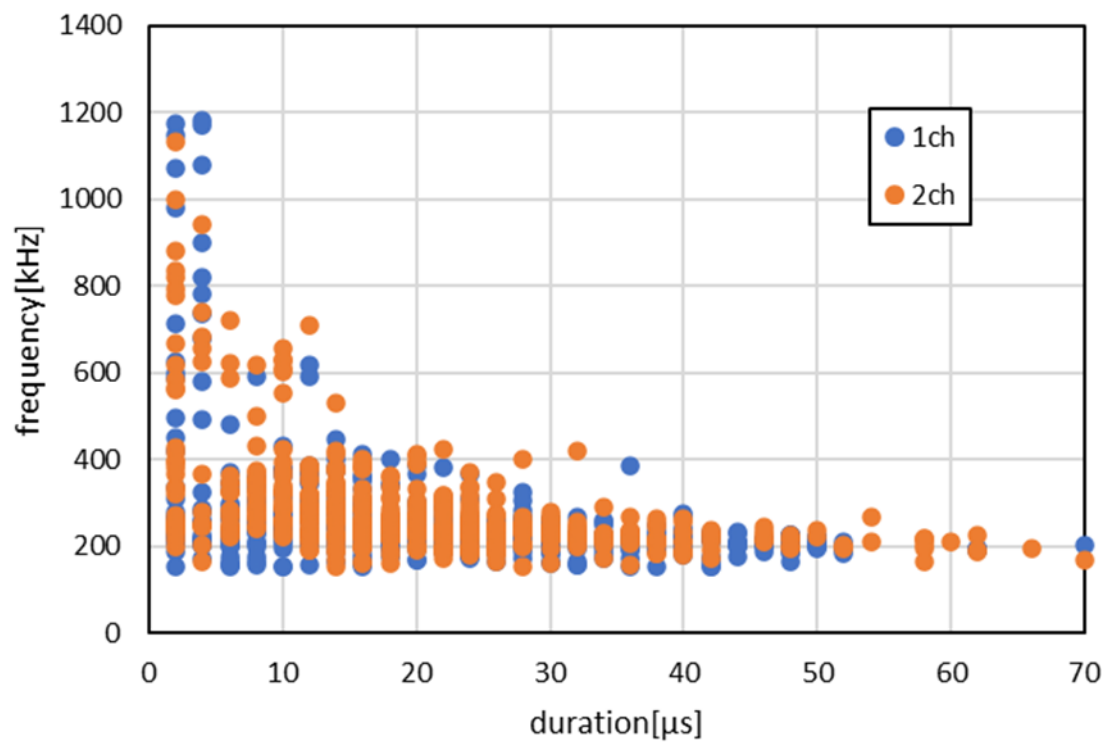


Fig4.4-3b Relationship between frequency and duration of polyurethane

4.5 光ファイバーによる AE 特性

繊維の弾性率が AE 周波数にあまり影響を与えないということが 4.3 節から明確になったが、繊維直径の違いが AE 周波数に影響を与えるかを明確にするため光ファイバーを使用し実験を行った。本研究で使った炭素繊維の直径は約 $6\mu\text{m}$ であるのに対し、光ファイバーの直径は $80\mu\text{m}$ と 10 倍以上大きさが異なるものを使用した。

Fig4.5-a に引張試験で得られた AE 波形を、Fig4.5-b に得られた AE 波形から Wavelet 解析を行った結果を示す。

Fig4.5-b から、中心周波数は約 450kHz である。炭素繊維の中心周波数と比較すると光ファイバーの方が大きい周波数である。しかし、この結果は 1 つのデータのみの結果であるため定量的ではない。したがって、定量的結果にするためには炭素繊維の結果のように多くのデータが必要である。そのため、炭素繊維と同じ実験方法で実験を行うと定性的結果しか得ることができないため、実験方法を変更する必要があると分かった。これは、繊維直径が大きすぎるため繊維破断が生じたタイミングで樹脂も割れてしまったことが原因ではないかと考えられる。よって、試験片形状の幅や厚みを変更することで定量的結果が得られると考えられる。

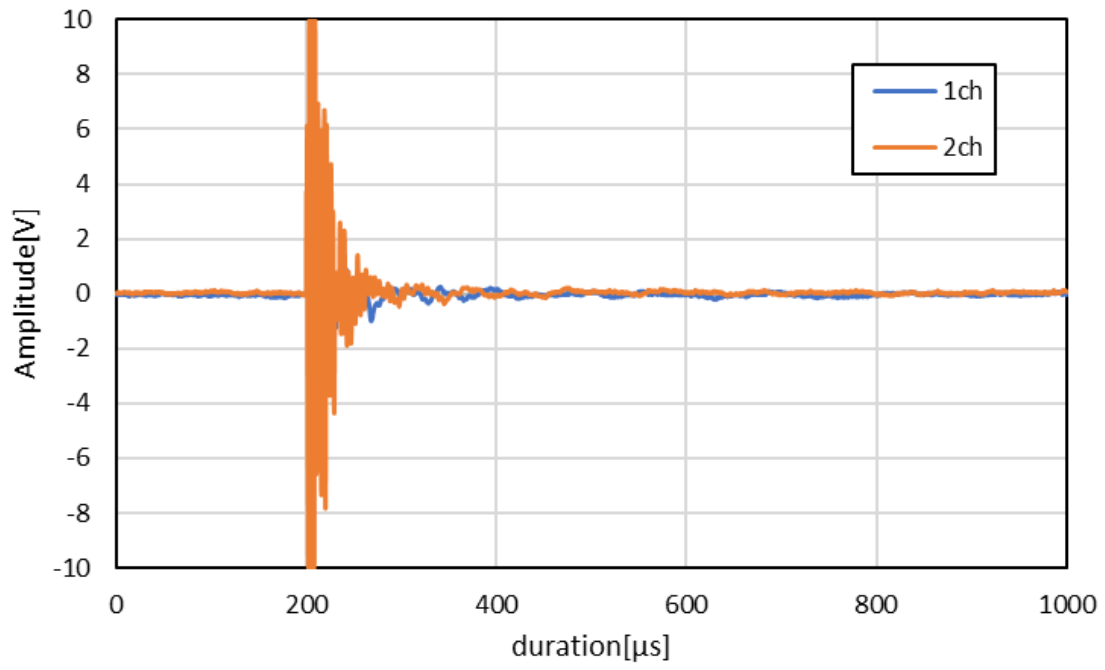


Fig4.5-a Representative AE waveform

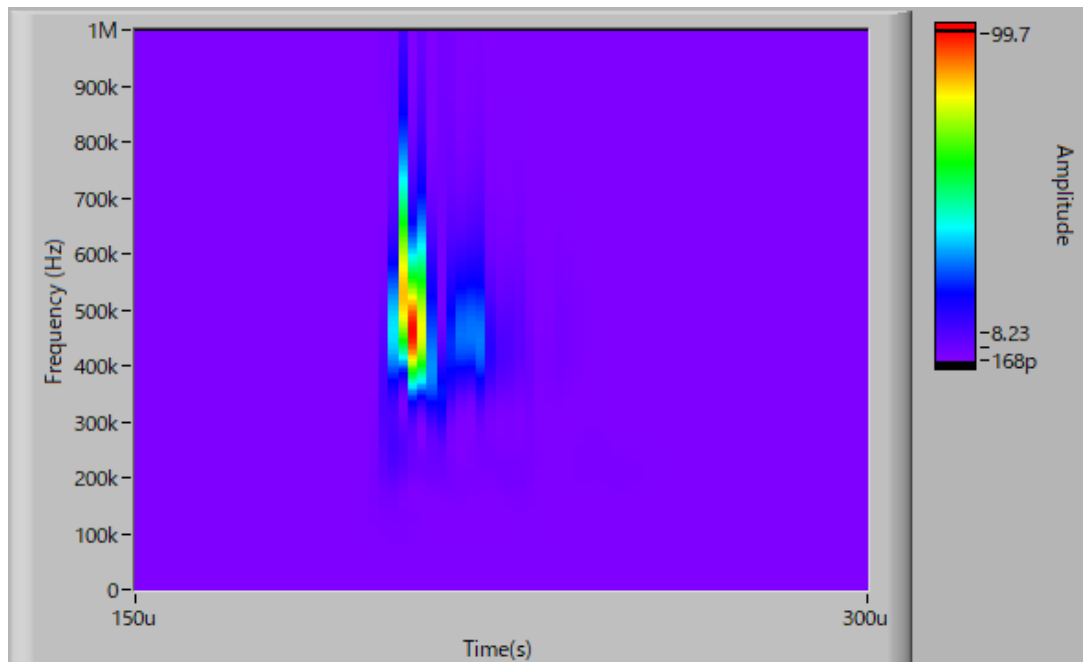


Fig4.5-b Representative AE scalogram

第5章 結言

本研究では、カーボン単繊維複合材料（SFC：Single Fiber Composite）の引張試験（フラグメンテーション試験）で生じる AE 信号を取得し、Wavelet 変換を用いてその特性を詳細に調べた。本研究では、弾性率と強度が大きく異なる PAN 系繊維（T700SC）と Pitch 系繊維（YSH-50A-20S）を用いた。また、異なる樹脂を用いて試験片を作成した。そして2つの広域型センサで波形の取得を行った。さらに、マイクロスコプカメラを用いて偏光観察を行うことで繊維破断が生じた位置を特定し、繊維破断 AE についてその特性をより詳細に調べた。その結果以下の知見を得た。

PAN 系繊維と Pitch 系繊維の比較

- (1) PAN 系繊維と Pitch 系繊維を比較すると、AE 周波数にはあまり違いが見られなかった。このことから、繊維の弾性率が AE 周波数にあまり影響を与えないということが分かった。繊維の弾性率が異なるにも関わらず AE 周波数に違いが見られないのは、繊維の特性によるものではなく、樹脂の特性によるものではないかと考えられる。
- (2) 平行部（観測域）の長さ 25mm の試験片では、800~1000kHzの高周波成分の信号数が少なく、2つのセンサで捉えることが難しかった。一方で、平行部（観測域）の長さ 5mm の試験片では、多くの高周波成分の信号を捉えることができた。これはセンサ間の距離が大きいと、繊維の引き抜きによる 800~1000kHzの高周波成分の信号が減衰により消滅してしまうからであると考えられる。
- (3) 振幅については、PAN 系繊維と Pitch 系繊維で明確に異なり、Pitch 系繊維の方が明らかに高振幅の AE 信号数が多い。これは、破断時に解放されるひずみエネルギーが、強度が低く弾性率が高い Pitch 系繊維の方が大きいためであると考えられる。
- (4) 持続時間については、800~1000kHzの高周波成分の信号は短く、200~400kHzの低周波成分の信号は長くなる傾向が見られた。また、Pitch 系繊維では持続時間の長い低周波成分の信号が PAN 系繊維よりも多く見られた。このことから、Pitch 系繊維ではより多くの界面剥離が生じたと考えられる。
- (5) 偏光観察を行うことにより、繊維破断時の AE を特定しその位置特定も行った。その結果、繊維破断時には300~400kHzと700~1000kHzの周波数成分を持つ AE が生じることが分かった。高周波成分に着目することで、センサから繊維破断位置が離れると高周波 AE の取得が難しいことが分かった。これは、高周波 AE の減衰が大きいためだと考えられる。このことから、繊維破断時には同時に高周波 AE が生じるが、センサの配置によってはこの高周波 AE を捉えることができないということが分かった。また過去の研究から、高周波成分は繊維もしくは樹脂界面剥離後の引き抜きにより生じた AE であるといわれている。つまり、単繊維 FRP の引張破断においては繊維破断と界面剥離、繊維の引き抜きがほぼ同時に生じているということが分かった。
- (6) Pitch 系繊維では低いひずみで繊維破断数が急速に増加していることが分かった。これは、Pitch 系繊維の方が PAN 系繊維に比べ繊維の弾性率が大きく、引張強度が小さいためだと考えられる。このことから、繊維の種類によって AE 周波数の分布に大きな違いはないが、繊維破断が生じる振る舞いに違いが見られるということが明確になった。

エポキシ樹脂とポリウレタンの比較

- (1) AE 周波数について、エポキシ樹脂とポリウレタンでは明確に異なり、ポリウレタンの方が、周波数分布が低くなる傾向が見られた。これはポリウレタンの方が、ヤング率が低いからだと考えられる。このことから、樹脂のヤング率が小さければ繊維破断時の AE 周波数も小さくなると考えられる。
- (2) 振幅についてもエポキシ樹脂とポリウレタンでは明確に異なり、ポリウレタンの方が4V以上の振幅を示している AE が明らかに多いことが分かった。また、4V以上の振幅で200~400kHzの周波数を示す AE に関してもポリウレタンの方が多いことが分かった。この AE は強度が低いポリウレタンの樹脂割れによるものではないかと考えられる。
- (3) 持続時間についてもエポキシ樹脂とポリウレタンでは明確に異なり、ポリウレタンの方が低周波数で長い持続時間の信号が多く、高周波数で短い持続時間の信号が少ないということが分かった。これは、ポリウレタンの方では低周波数で長い持続時間が特徴である界面剥離がより多く生じており、高周波数で短い持続時間が特徴である繊維の引き抜きはあまり生じていないと考えられる。

参考文献

- (1) 末益博志ほか, 日本複合材料学会(監修), “入門 複合材料の力学”, 培風館(2009)
- (2) (社)日本非破壊検査協会, 編集委員長 水谷義弘, “アコースティック・エミッション試験Ⅱ”(2008)
- (3) 仲佐博裕, “アコースティック・エミッションの理論と実際”, 地人書館(1994)
- (4) 大津政康, “アコースティック・エミッションの特性と理論(第2版)－構造物の診断と破壊現象解析－”, 森北出版株式会社(2005)
- (5) Kanji Ono and Antolino Gallego, “Research and Applications of AE on Advanced Composites”, Journal of AE(JAE), Vol. 30, pp. 180-220(2012)
- (6) 宅間正則, 新家昇, 鈴木健, 藤井俊行, “AE 信号のウェーブレット変換による FRP 積層板の曲げ疲労損傷評価”, 精密工学会誌 Vol. 68, No. 10, pp. 1309-1315(2002)
- (7) 戸田浩, 章忠, 川畑洋昭, “最新ウェーブレット実践講座 入門と応用 信号処理の基礎から最新理論まで”, ソフトバンククリエイティブ(2005)
- (8) “Detail of WA Analytic Wavelet Transform VI”, Lab View 2017 Help, National Instruments. Co. Ltd (2017)
- (9) Li Li, Stepan V. Lomov, Xiong Yan, Valter Carvelli, “Cluster analysis of acoustic emission signals for 2D and 3D woven glass/epoxy composites”, Composite Structures, Vol. 116, pp. 286-299(2014)
- (10) 鈴木恵, 中西博, 岩本正治, 自念栄一, 前川善一郎, 森旭, 孫峰, “AE 法による CFRP の破壊機構に関する研究”, 日本機械学会論文集(A 編), Vol. 53, No. 492(1987), pp. 1459-1466
- (11) 孫峰, 鈴木恵, 中西博, 岩本正治, 自念栄一, “モデル GFRP 材の破壊機構と AE 特性の関係”, 材料, 37(416), pp. 517-522(1988)
- (12) 山本一球, “Wavelet 変換を用いた CFRP の繊維破断 AE の特性評価”, 高知工科大学学士卒業論文 (2022)
- (13) 石原功一, “CFRP の繊維および界面の特性が繊維破断 AE に与える影響”, 高知工科大学修士学位論文 (2022)

謝辞

本研究を進めるためにあたり，ご指導をしてくださった指導教員の高坂達郎教授に心より感謝申し上げます．共に研究を行った先端機械材料工学研究室の皆様に感謝の意をお伝え申し上げます．