

超小角 X 線散乱測定に基づく種々の高分子系複合材料の  
疲労試験後の内部構造評価  
**Structure Evaluation of Various Polymer Composites after Fatigue Testing  
by Ultra-small Angle X-ray Scattering**

戸高 昌俊<sup>a</sup>, 大林 駆<sup>b</sup>, 鄭 朝鴻<sup>b</sup>, 小椎尾 謙<sup>a, b, c</sup>  
Masatoshi Todaka<sup>a</sup>, Kakeru Obayashi<sup>b</sup>, Chao-Hung Cheng<sup>b</sup>, Ken Kojio<sup>a, b, c</sup>

<sup>a</sup>九州大学先導物質化学研究所, <sup>b</sup>九州大学大学院工学府, <sup>c</sup>WPI-I2CNER

<sup>a</sup> Institute for Materials Chemistry and Engineering, Kyushu University

<sup>b</sup> Graduate School of Engineering, Kyushu University

<sup>c</sup> International Institute for Carbon-Neutral Energy Research (WPI-I2CNER), Kyushu University

炭素繊維強化高分子(CFRP)の材料の寿命を評価するために、異なる疲労度の CFRP の超小角 X 線散乱(USAXS)測定を行った。USAXS 測定の条件は波長 0.06889 nm、カメラ長 40.832 m、露光時間 45 s または 180 s とし、検出器に PILATUS 2M を用いた。CFRP 試料の through view の USAXS プロファイルにおいて、疲労後では、ストリークの方角方向のなす角が約 5°変化することが明らかになった。edge view の USAXS プロファイルにおいて、疲労後のピーク強度は子午線・赤道方向の両方とも増加した。さらに、複数のショルダーピークが観察された。CFRP の内部構造への疲労の痕跡が検出できることが明らかになった。

**キーワード：** CFRP、疲労、USAXS

**背景と研究目的：**

炭素繊維強化高分子 (Carbon Fiber Reinforced Polymer; CFRP) は、炭素繊維と高分子材料を組み合わせて調製される複合材料である。CFRP は自動車産業、建築や宇宙航空分野など、幅広い分野で使用されているものの構造と物性に関する評価は十分なされていない。特に、疲労と呼ばれる材料の破壊ひずみや破壊応力と比較して、小さな刺激を長時間繰り返すことにより到達される破壊現象は、使用環境と類似していることから、極めて重要な力学物性である。

本研究では、CFRP の材料の寿命を評価するために、異なる疲労度の CFRP 試料について超小角 X 線散乱測定を行い、散乱挙動と疲労度を関連づけ、材料の寿命を定量的に評価することを目的とした。

**実験：**

試料は、カーボンファイバー繊維が試料軸に対して±45°の方角をもって編まれ、エポキシをマトリクスに有する CFRP を使用した。種々の状態の CFRP として、(1)無負荷、(2)最大耐荷重の 30% と(3)50%の繰り返し応力振幅で疲労させた 3 種類を用いた。それぞれの試料について、試料面に X 線が垂直に入射するように試料を配置して超小角 X 線散乱(USAXS)を波長 0.06889 nm、カメラ長 40.832 m、露光時間は through view を 180 s、edge view を 45 s、検出器に PILATUS 2M を用いて測定した。

**結果および考察：**

Fig.1 に、3 種類の疲労度の CFRP 試料の through view の USAXS プロファイルを示す。無負荷と比較して、50%応力振幅で疲労させた CFRP はストリークがなす角が 90°から 5°ずれていることが明らかとなった。このことから、疲労により繊維の織方向が変化したことが明らかになった。また、Fig.1 の 50%の USAXS パターンには 4 方向のストリークに加え、135°と 315°のストリークから数度ずれた位置にも強度の低いストリークが観測された。これは、内部でカーボンファイバーの配向変化を伴う疲労破壊が生じたことを示唆している。

Fig.2 に、3 種類の疲労度の CFRP 試料の edge view の USAXS プロファイルを示す。疲労を負荷した方向は赤道方向に対応する。どの試料も子午線方向に 2 本のストリークが観察された。次に、赤道方向および子午線方向を $\pm 10^\circ$ の範囲を切り出し  $I$ - $q$  プロファイルを作成した。その結果を Fig.3 に示す。赤道方向では疲労後の CFRP は疲労前に比べて強度が高くなる傾向が観察された。子午線方向でも同様に疲労後の方がピーク強度が高まる傾向が見られた。さらに、ショルダーピークも複数現れていた。これらは疲労によりボイドなどが発生したことが要因であると考えられる。

以上のように疲労度の異なる CFRP の超小角 X 線散乱の測定において、疲労による内部構造の変化を観察できることが明らかになった。

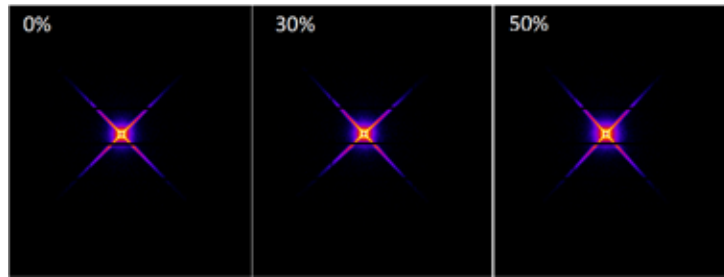


Fig.1 USAXS through view images of CFRP fatigued with various conditions.

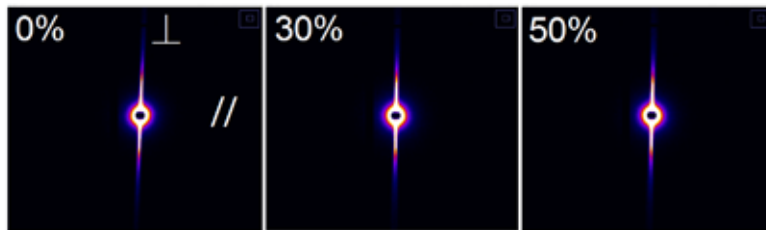


Fig.2 USAXS edge view images of CFRP fatigued with various conditions

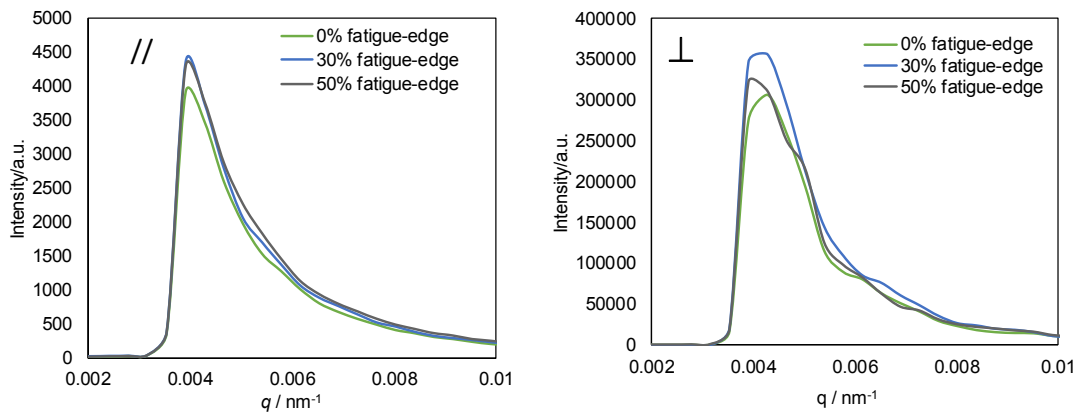


Fig.3  $I$ - $q$  profiles of edge view images of CFRP fatigued with different conditions.