研究論文

AE法を用いた低温衝撃をうける CFRP 板の損傷解析

水谷 義弘^{*1}, 平塚 健人^{*2}, 田邊 秀憲^{*2}, 竹本 幹男^{*3}

(2003 年 3 月 18 日受付)

Damage Analysis of CFRP Plates Exposed to Cryogenic Shock by AE Monitoring

Yoshihiro MIZUTANI,^{*1} Taketo HIRATSUKA,^{*2} Hidenori TANABE^{*2}
and Mikio TAKEMOTO^{*3}

(Received March 18, 2003)

In order to investigate fracture modes and timing for two types of CFRP plates during cryogenic shock testing, Acoustic Emission (AE) monitoring was conducted. No damage was observed for the specimen that made of heat-resistant matrix, however, thirty-nine matrix cracks were observed for the other specimen. Several cracks were observed even at the location where temperature differences on both surfaces were small. The AE signals were classified into three types by waveform characteristics according to the damage behavior. After that, three fracture modes of matrix crack, delamination and transverse cracks were simulated by pulse-laser irradiation to the CFRP plate and the detected AE signals were compared to estimate those obtained at cryogenic shock testing. The number of the AE signals linearly increased until the LN₂ disappeared from the cooling cell. Then, we conducted the vertical immersion test to examine the influence of cooling temperature to the damage occurrences. At temperatures lower than 228K, matrix cracks initiated at the specimen surface. At 213K, large number of AE signals due to matrix crack and few number of AE signals due to delamination and transverse crack were observed. At 77K, large number of AE signals caused by three types of fractures was detected.

1. 結 言

CFRP はその低温性能の向上に伴い、宇宙輸送機の極低温推進薬タンクなどでもその適用性が検討されている¹⁻⁴⁾。設計時に必要となる極低温物性についてはデータベースなども整備されつつある⁵⁾が、低温衝撃特性などについては十分な研究が行われていない。そこで本研

究では、低温衝撃によって CFRP 板に発生する損傷の発生タイミングや破壊モードを調べるとともに、損傷発生温度や温度分布の影響についても調査した。

FRP 板では主に繊維断断、マトリックスクラック、層間剥離、トランスバースクラックが発生するが、その際に発生する AE (acoustic emission) の特徴は破壊モードによって変化する⁶⁾ことが知られている。従って、検出した AE 信号の特徴を分類・調査することで、破壊のメカニズムを解明しようとする試みもなされている⁷⁾。分類した AE 信号がどの破壊モードに対応しているのかを調査するために、米国では AE 信号のシミュレーションも活発に行われており⁸⁻¹⁰⁾、例えば Green⁹⁾ は 4 層クロスプライ積層板内の表面、中央、下面で発生した破壊による AE 信号をシミュレーションするのに成功している。筆者らはこれまでにパルス YAG レーザーの照射によって CFRP 内部で発生する 4 種類の破壊モードを人工的に模擬して AE 信号の特徴を調査し、面内負荷試験中に検出した AE の特徴から破壊モードを推定してきた¹¹⁾。本試験でも、パルス YAG レーザーを用いた損傷

^{*1} 宇宙開発事業団技術研究本部宇宙開発特別研究員 (305-8505 つくば市現 2-1-1)

NASDA Research Fellow, Office of Research and Development, National Space Development Agency of Japan

現在：東京工業大学理工学研究科機械物理専攻客員助教授 (152-8552 東京都目黒区大岡山 2-12-1)
Department of Mechanical Sciences and Engineering, Tokyo Institute of Technology

^{*2,*3} 青山学院大学理工学部機械工学科 (157-8572 東京都世田谷区千歳台 6-16-1)

Department of Mechanical Engineering, Aoyama Gakuin University

^{*2} 大学院生 Graduate Student, ^{*3} 教授 Professor

Table 1 Description of two types of specimen.

	Type-A	Type-B
Prepreg sheet	IM600/#133 (TOHO TENAX)	XN-50 (Nippon Graphite Fiber)
Carbon fiber	PAN based	Pitch based
Layer construction	$[\pm 45^\circ/90^\circ_2/\pm 45^\circ/90^\circ_2/\pm 45^\circ]$	$[0^\circ_6/90^\circ_6]_{\text{sym.}}$
Thickness (mm)	1.2	2.4

Fig. 1 Schematic illustration of cryogenic shock test. The cell was mounted on the specimen surface and filled with LN_2 . AE signals were monitored by resonant type AE sensor on both sides.

模擬試験から得られる情報をもとにして、熱衝撃試験中に発生する AE 信号を損傷タイプごとに分類する。

本試験では 2 種類の試験片について熱衝撃試験を実施したが、損傷が発生した試験片については損傷発生温度や面内の温度分布の影響を調べる為に浸漬液の温度と浸漬速度を変えながら、CFRP 板の垂直浸漬試験を実施する。

2. 試験片および熱衝撃試験法

本試験で用いた 2 種類の CFRP 積層板 (Type-A, B) の諸元を Table 1 に示す。Type-A 試験片には PAN 系の、Type-B 試験片にはピッチ系の炭素繊維が使用されている。樹脂はどちらも熱硬化性のエポキシ樹脂であるが、Type-A 試験片には耐熱性に優れたエポキシ樹脂 (東邦テナックス：#133) が使用されている。Type-A と B では試験時期が異なる関係上、両者の積層構成は異なっている。

Fig. 1 に実験装置図を示す。熱衝撃は 250 ml の液体窒素をシリコンボンドを介して試験片表面に取り付けた冷却用セル ($\phi 50$ mm) に注入することで局所的に与えた。試験では熱電対 (銅-コンスタンタン) を図中 A, B, C の表裏面に取り付けて試験中の材料の温度変化を測定した。熱衝撃によって発生する損傷は中央部から一定距

Fig. 2 Schematic illustration of 0-th order lamb (plate) wave propagation.

Fig. 3 The picture of CFRP plate (Type-B) and cooling cell during cryogenic testing.

離 (propagation length: $p.l.=40$ mm) 離れた位置の表裏面に取り付けた 500 kHz 共振型 AE センサー (PAC 社：Type PICO) でモニターした。損傷によって発生した AE は CFRP 板のような薄板では縦波・横波としては伝播せず、Fig. 2 に示すような 2 種類の伝播モードをもつラム波 (板波) として伝播する。本試験ではその伝播モードを両面に取り付けたセンサー出力のポラリティーから判定した。(ポラリティーが一致すれば対称モード (S-mode)、反対ならば非対称モード (A-mode) と判定した。) 液体窒素の注液直後には液体が激しく沸騰したが、セルが十分に冷却されると落ち着いた。AE モニタリングは注液直前から開始し、液体窒素がなくなり、AE が検出されなくなるまで継続して行った。Fig. 3 に Type-B 試験片の実験の様子を示す。試験片左下においてマトリックスクラックが発生しているのが観察でき

Fig. 4 The result of the penetrant testing for Type-A specimen. left: front surface, right: back surface.

Fig. 5 Detected surface cracks on the Type-B CFRP plate by penetrant testing. left: front surface, right: back surface.

る。試験終了後に蛍光浸透探傷法で試験片表裏面に発生したクラックを探索した。再現性を確認するために Type-A 試験片では合計 2 回の、Type-B 試験では合計 3 回の試験を実施した。それぞれの試験片について同様の結果が得られたので以後は Type-A, B 試験片の結果を一つずつ報告する。

3. 熱衝撃試験の結果

熱衝撃試験後に行った蛍光浸透探傷の結果を Type-A, B 試験片それぞれについて Fig. 4 と 5 に示す。Type-A 試験片では損傷は検出されなかった。Fig. 4 (右図) 中で環状に光っている箇所は接着剤であり、損傷ではない。Type-B 試験片では Fig. 6 に示すように、板の表裏面で合計 39 本のマトリックスクラック (スプリッティング) が検出された。

熱衝撃試験中に Type-A 試験では合計 30 個の AE が、Type-B 試験では 380 個の AE が検出された。Type-A 試験片ではほとんどの AE が液体窒素充填直後に検出された。また、Type-A 試験片では蛍光浸透探傷で損傷が検出されなかったことから検出した 30 個の AE は液体窒素の沸騰ノイズだと考えられる。Type-B 試験では液体窒素注入後も AE が発生し続け試験中にマトリックス

Fig. 6 Schematic illustration of matrix cracks on the damaged specimen (Type-B).

Fig. 7 Temperature histories at point "A", "B" and "C" superposed with cumulative AE counts.

クラックが発生したことを目視で確認できた (Fig. 3 下)。そこで本研究では、損傷が発生した Type-B 試験中に検出した AE 信号を詳しく調査した。

Fig. 7 に Type-B 試験中に Fig. 1 の A, B, C 点で計測した温度変化を示す。また、検出した AE の累積数をグラフ中に重ねて示した。なお、液体窒素は 60~110 秒の間にセル内に注入した。液体窒素注入直後から AE は発生しはじめ、694 秒後に液体窒素が蒸発しきった後も 746 秒まで発生し続けた。200 K までしか低下しなかった C 点の表面を含め、セル内外で合計 39 本のマトリックスクラックが検出された。マトリックスクラックが表裏面の温度差が小さい C 点でも発生したこと、試験片の両面に発生したことから、クラックは表裏面の温度差によって発生する熱応力ではなく、樹脂自身の低温脆化か、x-y 面内の温度差によって発生したと考えられる。

損傷の発生タイミングや破壊モードを調査するために Type-B 試験中に検出した AE 信号を詳しく調べた。はじめに、Type-B 試験中に検出した AE 信号から沸騰ノイズを取り除いた。次に、残りの AE 信号を伝播モードなどの波形情報から 3 種類のタイプ (Type-I ~ III) に分類した。Fig. 8 に分類した AE の代表的な波形を示す。

Fig. 8 Typical three types of AE signals detected during type-B test.

Fig. 9 AE monitoring from artificial fracture modes for investigating characteristics of AE signals.

図中の左列にはチャンネル1センサー（熱衝撃を与える側に取り付けたセンサー）で検出したAE信号を、右列にはチャンネル2センサーで検出したAE信号を示した。また、それぞれのタイプの右上に記した時間はAEの発生タイミングを表している。Type-Iは振幅の小さな S_0 -mode波に続いて振幅の大きな A_0 -mode波が到達するタイプ、Type-IIは A_0 -mode波よりも S_0 -mode波の振幅が大きいタイプ、Type-IIIは立上がり時間が遅く、

Fig. 10 Detected AE signals due to three types of artificial fracture modes.

ほぼ単一周波数の波束になっているタイプである。

分類した3種類のAEが、CFRP板のどの破壊モードに対応するのかを調査するために、Fig. 9のようにパルスYAGレーザーを用いて人工的にマトリックスクラック、トランスバースクラック、層間剥離を模擬してAEの特徴を調べた。繊維破断は熱衝撃では発生しないと考えられるので模擬しなかった。パルスレーザーを用いた破壊模擬についての詳細な説明は前報¹¹⁾を参照された。

マトリックスクラックは低エネルギー線状レーザーを表面の繊維方向に照射し、試験片表面の断熱膨張によって模擬した。同様に、層間剥離は線状レーザーを試験片断面の層間に照射することによって模擬した。トランスバースクラックは2層目の端面に高エネルギーの点状集光レーザーを照射し、材料表面のアブレーションによって端面の法線方向に開口する損傷を模擬した。トランスバースクラックは端面法線方向に開口しながら深さ方向に進展するので、レーザー照射位置を第2層の中で移動して検出したAEを足し合わせた。パルスレーザーを用いた破壊模擬で得られたAE信号をFig. 10に示す。マトリックスクラックを模擬した試験では A_0 -modeの大きいAE (Fig. 10 (上図)) が、層間剥離の模擬試験では

Fig. 11 Cumulative AE counts of three fracture types. MC: matrix crack, DEL: delamination, TC: transverse crack.

Fig. 12 Cross section of damaged Type-B CFRP plate.

S_0 -modeの大きいAE (Fig. 10 (中図)) が、トランスバースクラックの模擬試験では立ち上がり時間が遅いほぼ単一周波数の波束となっているAE (Fig. 10 (下図)) が観測され、それぞれFig. 8のType-I, II, IIIに対応していると考えられる。分類した3種類のAEの破壊モードがわかったので、Type-B 低温衝撃試験中に計測したAE信号についてタイプごとにその累積変化を調べた (Fig. 11)。すべてのタイプのAE累積数は時間にほぼ比例して増加しているが、Type-I (材料表面のマトリックスクラック) が最も多く発生し、ついでType-II (層間剥離)、III (トランスバースクラック) がType-Iから少し遅れて増加しはじめている。Fig. 12に熱衝撃試験後のCFRP板 (Type-B) の断面観察結果を示す。トランスバースクラックが板表面から90°層まで達しており、そこから界面に沿って剥離が進展している。AEの分類結果とあわせて考えると熱衝撃によってマトリックスクラックが上下層で発生し、その後に層間でマトリックスクラックを起点として剥離が進展したと考えられる。

Fig. 13 Experimental setup for vertical immersion test.

Fig. 14 Surface cracks on the type-B specimen after vertical immersion testing by penetrant method. left: temp. 213K, velocity 25 mm/s, depth 50 mm, right: temp. 77K, velocity 25 mm/s, depth 50 mm.

4. 垂直浸漬試験による損傷発生温度の推定

前章の熱衝撃試験の結果から、板の表裏面の温度差は損傷の発生には影響しておらず、損傷は樹脂自身の低温脆化か x - y 面内の温度差によって発生していることがわかった。そこで樹脂の低温脆化や x - y 面内の温度差が損傷の発生に与える影響を調べるために 77~238 K の液体窒素とエタノールの混合溶液の中に Type-B CFRP 積層板 (120 mm^L×30 mm^W×2.4 mm^T) を垂直浸漬させ、その時に発生するAEを試験片の上端から20 mm離れた位置の両面に取り付けたAEセンサー (前章のType-B試験で使用したもの) で検出するとともに試験片浸漬方向の温度分布を熱伝対で計測した (Fig. 13)。浸漬試験後には蛍光浸透探傷法によって試験片表裏面のクラックを検査した。Fig. 14に77 Kと213 Kの浸漬試

Table 2 Relationship between immersed conditions and damages.

Cooling temperature	Imersion speed	Imersion depth	Length and number of matrix cracks
238K	25 mm/s	50 mm	NO DAMAGE
233K	25 mm/s	50 mm	NO DAMAGE
228K	25 mm/s	50 mm	28 mm×1 3 mm×1
223K	25 mm/s	50 mm	45 mm×1
218K	25 mm/s	50 mm	69 mm×1 22 mm×1
		20 mm	NO DAMAGE
		50 mm	80 mm×1
	1.7 mm/s	50 mm	96 mm×1
213K	25 mm/s	80 mm	120 mm×1 90 mm×1 65 mm×1
		50 mm	96 mm×1
		50 mm	120 mm×2 90 mm×1 14 mm×1 12 mm×1
	25 mm/s	50 mm	
77K	25 mm/s	50 mm

Fig. 15 Change of temperature overlapped with difference of temperature and AE counts during cooling CFRP plate (213K).

Fig. 16 Change of temperature overlapped with difference of temperature and AE counts during cooling CFRP plate (77K).

験(浸漬速度 25 mm/s, 浸漬深さ 50 mm) 後の蛍光浸透探傷の結果を一例として示す。前者では表面に長さ 80 mm のマトリックスクラックしか検出されなかったのに対し、後者では表裏面に合計 5 本のマトリックスクラックが検出された。他の温度での結果とあわせて Table 2 に試験条件と表裏面に発生したマトリックスクラック(スプリット)の長さとお数をまとめた。233 K 以上の温度の浸漬試験では損傷が発生しなかった。クラックの発生本数や長さは浸漬液の温度によって大きく変化しており、樹脂自身の低温脆化が損傷の発生や進展に大

きく影響していることがわかった。しかし、樹脂が脆化しただけでは損傷は発生しないので損傷発生トリガーとして面内の温度分布差(熱ひずみ差)が影響していると考えられる。そこで 213 K と 77 K の試験中の浸漬方向の温度分布履歴と AE 発生率との関係を調べた。Fig. 15, 16 は試験片最下面を $y=0$ mm として試験片長手方向の温度分布履歴を表しており、AE ヒット数の累積と面内の最大温度差の履歴を重ねたものである。213 K の試験では面内最大温度差が 50 K を越えた 0~100 秒間に多くの AE を検出したが、温度差が小さくなった 100 秒

Fig. 17 Cross section of damaged CFRP vertically immersed to the liquid nitrogen at 77K.

Fig. 18 Cumulative AE counts of three fracture types. Temp.: 213K, velocity: 25 mm/s, depth: 50 mm.

以降は落ち着いた。一方、77 K の試験では試験をとおして面内最大温度差が 110 K を越えており、ヒット数は同じ傾きで増加し続けた。これはシステムの最大 AE 取り込みレートを越えた頻度で AE が発生したためであり、損傷発生レートは 77 K の試験でも変化したと考えられる。

損傷が発生し、AE が検出された 228 K 以下の試験について、損傷の破壊モードを調べるために AE 信号をその特徴ごとに分類した。228~213 K の試験ではマトリックスクラックを示す Type-I 型の AE 以外はほとんど検出されなかった。一方、77 K の試験では前述した 3 種類すべてのタイプの AE が観察され、試験後の断面観察 (Fig. 17) では内部で剝離やトランスバースクラックが発生していることが確認できた。一例として 213 K と 77 K の試験中に計測された AE のタイプ別の累積数を Fig. 18 と 19 に示す。213 K では Type-I 型の AE が支配的になっているのに対し、77 K では Type-II, III の AE が観測されており、試験後の断面観察の結果と一致している。これらの結果と Fig. 15, 16 から、一定温度以下になると表面にマトリックスクラックが発生し、さら

Fig. 19 Cumulative AE counts of three fracture types. Temp.: 77K, velocity: 25 mm/s, depth: 50 mm.

に低い温度で面内に温度差があると層間剝離やトランスバースクラックが発生すると考えられる。

5. ま と め

2 種類の CFRP 試験片 (Type-A, B) に対して熱衝撃試験を行い、損傷が発生した Type-B 試験片については損傷の発生タイミングや損傷モードを調査し、垂直浸漬試験によって損傷発生温度や面内の温度分布の影響を調べた。以下に得られた結果をまとめる。

1) 耐熱性に優れた Type-A 試験片では熱衝撃試験で損傷が発生しなかった。

2) Type-B 試験片では熱衝撃によってマトリックスクラック、層間剝離、トランスバースクラックが発生した。表裏面の温度差が小さい箇所でもクラックが発生したことから、損傷は板厚方向の温度差ではなく、樹脂自身の脆化が x - y 面内の温度差によって発生したことがわかった。

3) 様々な温度で Type-B 試験片の垂直浸漬試験を行い、損傷を観察した。233 K 以上の温度では損傷が発生せず、228 K から 213 K ではマトリックスクラックが発生した。77 K では 3 種類の破壊が観測された。

4) 損傷の発生が温度と関係していることから、樹脂自身の低温脆化が損傷発生に大きく影響していることがわかった。

5) 樹脂が脆化しただけでは損傷は発生しないので、 x - y 面内の温度差 (熱ひずみ差) が損傷発生のトリガーになっていると考えられる。

AE 信号の分類や損傷模擬に関してカリフォルニア大学ロサンゼルス校の小野恒司教授より助言を頂いた。第 2 章の熱衝撃試験については青山学院大学の長秀雄博士に協力頂いた。CFRP の低温衝撃に関して本事業団の森

野美樹博士より情報提供を頂いた。ここに記して感謝する。

参 考 文 献

- 1) Final Report of the X-33 Liquid Hydrogen Tank Test Investigation Team, National Aeronautics and Space Administration, George C. Marshall Space Flight Center, Huntsville, Alabama 35812 (2000).
- 2) http://www.nasda.go.jp/projects/rockets/gx/index_j.html
- 3) Y. Morino, T. Shimoda, T. Morimoto, T. Ishikawa & T. Aoki : *Adv. Composite Mater.*, **10**, 4 (2001), 339-347.
- 4) T. Shimoda, J. He & Y. Morino : 23rd Int. Sympo. on Space Technology and Science (2002), ISTS2002-c-13
- 5) <http://www.nal-acdb.com/>
- 6) H. Suzuki, M. Takemoto & K. Ono : *J. of AE*, **14**, 1 (1996), 35-50.
- 7) T. Kinjo, H. Suzuki, M. Takemoto & K. Ono : *J. of AE*, **15**, 1 (1997), 19-32.
- 8) W. H. Prosser : *J. of NDE*, **18**, 3 (1999), 83-90.
- 9) E. R. Green : *J. of NDE*, **17**, 3 (1998), 117-127.
- 10) W. H. Prosser : *J. of AE*, **17**, 1-2 (1999), 37-47.
- 11) Y. Mizutani, K. Nagashima, M. Takemoto & K. Ono : *NDT & E Int.*, **33** (2000), 101-110.