超音波顕微鏡による CFRP の衝撃荷重による
損傷評価と水環境効果*駒井 謙治郎*¹, 箕 島 弘 二*¹, 山 崎 博 司*²Evaluation of Delamination Induced by Low-Velocity Impact by Scanning
Acoustic Microscope and Influence of Water Absorption on Delamination
and Compression after Impact of CFRP

Kenjiro KOMAI, Kohji MINOSHIMA and Hiroshi YAMASAKI

An investigation of water absorption on delamination by low-velocity impact loading, and compression strength and delamination growth behavior after impact by fatigue loading was carried out on quasi-isotropic laminated ($[0^\circ/\pm 45^\circ/90^\circ]_{2s}$) carbon fiber reinforced epoxy matrix composite. Ply-to-ply delamination was evaluated by using a scanning acoustic microscope. Interlaminar strength was lowered by water absorption, and the impact-load-induced delamination area was increased by water absorption. Compressive strength after impact was evaluated as the sum of delaminated areas of respective ply-to-ply delamination; when the delaminated area was large, compressive strength after impact was solely determined by the delaminated area, and no influence of water absorption was observed; however, when the delaminated area was small, compressive strength after impact of the water absorbed specimen decreased. The fracture surface, in particular, topographic features of hackle patterns, was closely examined by a scanning electron microscope, and the fracture mechanism of compressive and fatigue failure mechanism were discussed.

Key Words: Composite Material, CFRP, Laminated Composite, Impact Loading, Delamination, Fracture, Compression after Impact, Compression Strength, Fatigue, Internal Damage Evaluation, Nondestructive Evaluation, Scanning Acoustic Microscopy, Fractography

1. 緒 言

炭素繊維強化プラスチック(CFRP)は、その優れた特性によって、さまざまな分野で用いられつつある。しかし CFRP 積層板は衝撃に弱く、衝撃荷重により材料内部に容易に層間はく離を生じることが知られている。このような層間はく離は材料表面を見ただけでは確認できず、重大な損傷・事故を誘発する場合があることに注意を要する。衝撃による層間はく離は、FRP 積層板の圧縮強度に対して大きな影響を与えることが知られており、FRP の衝撃後の圧縮強度(CAI)に関する研究も多く行われている^{(1)~(3)}。さらに、FRP 積層板は吸水によって繊維/樹脂界面強度や層間強度が低下するため^{(4)~(6)}、吸水劣化した CFRP 積層板は層間はく離を生じやすくなっている。このため、CFRP を航空機等の構造材に用いる場合、衝撃による損傷機構を、環境効果も含めて明らかにする必要がある。

衝撃荷重による層間はく離に代表される複合材料の内部損傷観察に対しては、X 線透過法による手法⁽⁸⁾⁽⁹⁾、

断面あるいは切断面を光学顕微鏡あるいは走査形電子顕微鏡で観察する手法^{(8)~(10)}や Deply 法⁽⁸⁾⁽⁹⁾が適用されてきた。しかし、これらの手法は複合材を破壊し、内部損傷の発生・進展を継続して追跡できないことや、X 線手法のように非破壊検査手法であっても、複合材の全板厚方向の内部損傷の総和情報しか捉えられず、どの層間に層間はく離のような内部損傷が生じているかを把握することができない欠点があった。これに対して、著者らは、走査型超音波顕微鏡による内部損傷観察手法^{(5)(11)~(13)}は、非破壊で層間はく離のような内部損傷の位置同定を含んだ観察が行えることより、複合材料の破壊機構解明に大きな威力を発揮することを報告した。

本研究では航空機構造用高温硬化型炭素繊維強化エポキシ樹脂基複合材料の擬似等方強化材を用いて、CFRP の衝撃損傷機構、衝撃後の残存圧縮強度特性と疲労荷重による層間はく離進展挙動、およびそれらに及ぼす吸水効果について検討を加えた。ここでは特に衝撃による層間はく離損傷およびその進展を超音波顕微鏡(SAM)を用いて、各層間のはく離を非破壊的に、詳細かつ定量的に評価し、あわせて電子顕微鏡(SEM)を用いた破面観察を行い、破壊挙動について考察を加えた。

* 原稿受付 平成 6 年 2 月 21 日。

*¹ 京都大学工学部機械工学教室 (〒606-01 京都市左京区吉田本町)。*² 京都大学大学院。

2. 実験方法

用いた複合材は、航空機構造用高温硬化型炭素繊維強化エポキシ樹脂複合材(MM-1/982 X)の擬似等方強化材($[0^\circ/\pm 45^\circ/90^\circ]_{2s}$)である。表1に構成繊維、樹脂、硬化条件、繊維体積含有率を、表2に繊維の機械的性質を示す。試験片形状は幅40 mm、長さ200 mm、厚さ2.4 mmの短冊形である。一部の試験片は、80°Cのイオン交換水に約2箇月間浸漬して加速吸水させた。吸水量は0.92%-1.07%、平均値は1.00%であった。以下、吸水試験片を吸水材、実験室空中に放置した試験片を空中放置材と呼ぶ。

衝撃試験には自作の落すい式衝撃試験装置を用いた。落下させる重り(質量1 kg)の先端に直径12.7 mm (1/2 インチ)の鋼球を取付け、この鋼球で試験片に衝撃を与えた。衝撃荷重は、試験片の両端75 mmを固定し、試験片中央に与えた。なお、衝撃後の試験片の疲労挙動を検討する場合、空中放置材と吸水材いずれも同程度の層間はく離が生じるように、空中放置材に対して3.0 J、吸水材に対して1.5 Jの衝撃を与えた。

衝撃後の圧縮強度評価(CAI 試験)の場合は、試験片両端に厚さ2 mmのアルミニウム製タブを接着し、30 mm四方の窓を開けたアンチバックリングガイドを試験片表裏に装着して圧縮試験を実施した。試験には電気油圧式サーボ疲労試験機(容量100 kN)を用い、変位制御条件下(変位速度:1 mm/min)で試験を行った。また、衝撃後の疲労挙動を検討する場合は、電気油圧式サーボ疲労試験機(容量50 kN)を用いて、繰返し速度 $f=1.0$ Hz、応力比 $R=10$ の圧縮-圧縮疲労試験(圧縮疲労試験)、 $R=-1$ の引張-圧縮疲労試験(両振り疲労試験)を実施した。なお、試験には圧縮試験に用いたものと同じアンチバックリングガイドを使用した。

表1 複合材料の構成

Fiber	Mitsubishi Pyrofile MM-1
Matrix	Imide-modified Thermo-resistant Epoxy
Curing Condition	183 $\pm$ 3 $^\circ$ C $\times$ 120 min
Fiber Volume Fraction	59 %

表2 繊維の特性

Tensile Strength	Modulus	Elongation at Break	Density	Diameter
3.92 GPa	275 GPa	1.4 %	1.79 Mg/m ³	7 μ m

衝撃後あるいは疲労試験中の内部損傷観察には、機械走査型超音波顕微鏡(SAM: オリンパス光学, UH-3)を用いた。特定の層間を観察するときにはゲート幅を50 msに、層間損傷の総和情報を取り出す場合はゲート幅を1600 nsに設定した。用いた超音波は50 MHzのパルス波(音響レンズの開口角:28 $^\circ$, 作動距離:12 mm)である。SAM画像は、SAM付属のパーソナルコンピュータ(HP社, HP Vectra)を用いて二値化処理を施し、層間はく離面積を算出した。併せて低真空型走査電子顕微鏡(SEM: 日本電子, JSM-5400 LV)により、層間はく離破面および試験片断面を観察した。

3. 実験結果および考察

3.1 衝撃による損傷

3.1.1 超音波顕微鏡クラフトグラフィ 図1に衝撃荷重負荷後の空中放置材の損傷部のSAM写真の代表例を示す。図はゲート時間を50 nsと短く取って、試験片表側(衝撃荷重を与えた面)から1-2層、2-3層、3-4層、4-5層、裏側から12-13層、13-14層、14-15層、15-16層を観察した結果とゲート時間を1600 nsと長く取って、試験片全層の損傷の総和情報を得た結果を積層構成と併せて示している。図より、層間はく離は衝撃点を中心として全体として円あるいはだ円形の形状に発生すること、各層間のはく離進展方向は、その層間の下側の層(衝撃面からより離れた層)の繊維方向に沿っていることがわかる。はく離の進展方向が層間の下側の層の繊維方向に支配される傾向があることは、栗山⁽¹⁴⁾、Choi⁽¹⁵⁾、Chester⁽¹⁶⁾らによっても報告されている。各層間はく離面積は、衝撃を与えた側から裏側にいくに従い大きくなる傾向にある⁽²⁾⁽¹⁴⁾が、鋼球が衝突した直下の部分には、層間はく離はほとんど見られない。また、はく離面積を各層間ごとに比較した場合、最も大きなはく離は14-15層層間で観察された。これは、曲げ変形の影響が強く現れるとともに、繊維方向が大きく異なる層間で層間はく離が生じやすかったことによる。

各層間におけるはく離面積を二値化処理により算出しそれらの総和を衝撃エネルギーに対してプロットした結果を図2に示す。この場合、ゲート幅を長く取った全層間の損傷写真よりはく離面積を求める方法では、はく離部分が正確に二値化できないため用いなかった。これは、超音波は試験片内を進むうちに減衰するため、試験片表面から深い層間からの層間はく離による反射波と浅い層間からのそれとは強度レベルが異なり、単一レベルでの二値化処理が困難なためであ

る。実際、図3に表側(第1層)から撮影した全層間SAM写真を、浅い層間および深い層間の層間はいく離の二値化レベルで二値化処理を行った結果を示すように、浅い層のレベルに合わせて二値化すると浅い層間の二値化は十分な精度で行えるが、深い層間の層間はいく離部分では、すべての層間はいく離部分が二値化処理として取り出されない。一方、深い層のレベルに合わせて二値化すると、浅い層に存在する層間はいく離以外

の部分も層間はいく離として抽出された。すなわち、正確にはいく離面積を算出するためには、各層間のいく離に着目したSAM写真をそれぞれ撮影後、それらを二値化して、いく離面積を算出することが有効である。なお、求めようとするいく離の上層にはいく離がある場合、それによつていく離面積の算出が困難になる場合があるが、反射超音波波形を用いて⁽⁷⁾⁽¹²⁾はいく離位置を同定した結果と強化繊維方向に強く依存して各層間の

図1 衝撃後の層間はいく離のSAM写真[衝撃面(a)-(e)]および衝撃面と反対の面[(f)-(j)]からの観察、空中放置材、3.0 J 衝撃面よりの観察：(a)全層層間、(b)1/2層層間、(c)2/3層層間、(d)3/4層層間、(e)4/5層層間、衝撃面と反対の面からの観察：(f)全層層間、(g)15/16層層間、(h)14/15層層間、(i)13/14層層間、(j)12/13層層間

はく離を生じる場所が異なることから、本実験では前述の手法によりほぼ正確に各層間のはく離が求められたものと考えられる。

図2に示すように、はく離面積は、衝撃エネルギーが大きいくほど大きく、また、同一衝撃エネルギーで比較すると、吸水材のはく離面積は空中放置材よりも大きい。空中放置材では1.0 J以下ではほとんどはく離が発生しておらず、空中放置材のはく離を生じる下限衝撃エネルギーはおおよそ1.0 Jと見積もられるが、吸水材では、1.0 Jにおいてもかなり大きなはく離を生じていることから、吸水材のはく離を生じる下限衝撃エネルギーは空中放置材に比較して小さくなるのがわかる。このように、吸水材では空中放置材に比較して層間のはく離面積が大きく、はく離を生じない下限値も小さくなるが、これは吸水により層間せん断強度が低下したためである。

図2 全層間のはく離面積と衝撃エネルギーの関係

(a) 1/2層層間の二値化レベルによる処理

(b) 4/5層層間の二値化レベルによる処理

図3 全層間SAM写真の二値化処理例

3・1・2 SEMによる試験片断面・破面観察

SAMによる非破壊内部損傷観察結果を確認するとともに、より詳細な損傷機構を把握するため、衝撃を与えた試験片の切断面および破面をSEMにより観察した(図4)。SEM観察においても、衝撃を与えた直下では、ほとんどはく離は観察されず、衝撃点直下の円筒状(もしくは円すい台状)をしたはく離が観察されない部分の周辺から層間のはく離が発生しており、Masterら⁽¹⁷⁾の結果と同様であった。

衝撃によるはく離面をSEMで観察した一例を図5(a)に示す。層間のはく離には図5(b)にその三次元形状の模式図を示すように波形のハックルが観察された。このような波形ハックルは、モードII荷重負荷による層間破壊部に観察されること⁽¹⁸⁾より、衝撃による層間のはく離は、層間せん断応力によって発生・進展したものと考えられる。また、写真は省略するが、ハックルはそれぞれの層間の下側の層の繊維方向にハックルの先端が向いており、これは繊維に沿ってはく離が進展したことを示している。

3・2 CAI試験 衝撃後の圧縮強度と衝撃エネルギーの関係性を求めた結果を図6に示す。図中、*印を

図4 衝撃試験片切断面(吸水材, 7.0 J)

図5(a) 衝撃による層間のはく離(空中放置材, 7.0 J)

図5(b) 図5(a)のハックル断面形状模式図(波形ハックル)

付した点は、圧縮試験時にアンチバックリングガイドの窓の部分ではなく、チャック端で破壊したことを意味している。衝撃による層間はく離が観察されない、空中放置材の1.0 Jの場合は、処女試験片からの強度低下は見られないが、それを除くと、衝撃エネルギーが大きくなるほど圧縮残存強度が低下している。また同一衝撃エネルギーでは、吸水材のほうが残存圧縮強度が小さい。

ところで、同一衝撃エネルギーでも、空中放置材と吸水材では内部の層間はく離面積が大きく異なるため、図6による整理では吸水材の強度低下が吸水による材料劣化によるものか、吸水劣化により層間はく離面積が衝撃により大きくなったことによるものかわからない。そこで、残存圧縮強度と衝撃により生じた層間はく離面積の関係を調べた。結果を図7に示す。図より、空中放置材・吸水材ともに残存圧縮強度は、衝撃による層間はく離が大きくなるほど低下することがわかる。また、はく離面積が小さいときは、吸水材の圧縮強度は空中放置材より小さいが、はく離面積が大きくなるとその差は減少し、同程度の強度を示すようになる。層間はく離面積が小さい範囲での吸水材の空中放置材からの強度低下は、吸水による樹脂の劣化や降

伏点の低下のほか、繊維/樹脂界面の劣化によって繊維に対する樹脂の拘束力が低下し、繊維が圧縮によって座屈を生じやすくなったためである。実際、FRP積層板に圧縮荷重を負荷した場合、特に湿熱環境中では繊維座屈が顕著であることが報告されている⁽¹⁹⁾。一方、層間はく離面積が大きいときは、層間はく離が存在することによる圧縮強度低下のほうが支配的となって、吸水の影響が相対的に現れにくくなったため、環境の影響が見られなくなったものである。

静的圧縮試験後の層間破断部には、図5に示した波形ハックルに加えるに図8に示す山形ハックルが観察された。波形ハックルは先に述べたように、せん断荷重によって生じたものであるが、山形ハックルは、その形状から、層間の開口モード(層の分離破断)によって生じたもの、すなわち、図8に示した例では、第16層が圧縮荷重によって試験片外側に分離して山形ハックルが生じたものと考えられる。なお、吸水材では、樹脂の吸水劣化により、ハックルの形状が不明瞭であった。

3.3 衝撃後の疲労層間はく離進展

3.3.1 圧縮疲労試験 ($R=10$) 圧縮疲労試験による層間はく離のSAM写真を図9に、試験片中央部の0°方向のBモードSAM写真を図10に示す。圧縮疲労荷重による層間はく離は特に14/15層、15/16層層間で生じ、それ以外の層間ではほとんど変化は見られなかった。14/15層、15/16層層間では、衝撃によるはく離が大きく生じており、圧縮疲労荷重により座屈が生じやすくなっていたためである。この場合、最も大きな層間はく離は14/15層に現れ、まず15層が座屈し、これにより14/15層の層間はく離をもたらしとともに、16層を押し上げることで15/16層の層間はく離が進展したものと考えられる。14-16層付近にお

図6 衝撃後の圧縮残留強度と衝撃エネルギーの関係

図7 衝撃後の圧縮残留強度と層間はく離面積の関係

図8(a) CAI試験後の層間はく離(空中放置材、15/16層の15層を観察、山形ハックル)

図8(b) 図8(a)のハックルの断面形状模式図(山形ハックル)

いて座屈が生じ、層間はいく離が進展したことは、図 10 からも明らかである。なお、数値シミュレーションによる解析でも、表面に近い層間に大きないく離がある場合、圧縮荷重により特に早くから座屈を起こす傾向があると報告されており⁽²⁰⁾、本実験の傾向と一致する。図 11 に、14/15 層、15/16 層層間はいく離面積の和と荷重繰返し数の関係を示す。図中、層間はいく離面積は、衝撃荷重により生じたいく離面積により正規化を施している(いく離面積比)。これより、圧縮疲労荷重が大きいほど、また吸水により樹脂が劣化しているほうがいく離面積比の増加速度が大きく、水環境による劣化が明らかである。

3.3.2 両振り疲労試験 ($R=-1$) 両振り疲労荷重の場合も層間はいく離の変化は、基本的には圧縮疲労試験の場合と同様に、まず 15 層が座屈し(14/15 層層間はいく離の進展)、次に 16 層が 15 層に押し上げられる(15/16 層層間はいく離の進展)ことによって生じた。

(a) 衝撃直後の層間はいく離

(b) $n=10^4$

(c) $n=10^5$

図 9 衝撃後の疲労荷重による層間はいく離進展の全層間 SAM 写真(16 層側から観察, 空中放置材, $R=10$, $\sigma_{\max}=90$ MPa)

図 10 衝撃後の疲労荷重による層間はいく離の 0° 方向の B モード SAM 写真[空中放置材の試験片中央部, $R=10$, $\sigma_{\max}=90$ MPa, $n=10^5$, 水平方向: 荷重軸 (0°) 方向]

両振り疲労の場合の 14/15 層、15/16 層層間はいく離面積の和の変化を図 12 に示す。この場合も、荷重が大きく、吸水によって樹脂が劣化しているほうが、いく離面積比の増加速度が大きい。なお、圧縮疲労試験と比べると、層間はいく離の進展速度は全体的に大きいようである。

このように、疲労層間はいく離進展挙動は基本的には圧縮疲労荷重下の場合とほぼ同様であったが、空中放置材では、14/15、15/16 層層間に加え、衝撃面側の 1/2 層、2/3 層層間にもいく離進展が観察されることがあった。これは、試験片表面に横方向き裂が生じ、先に報告した円孔切欠材の場合⁽¹³⁾と同様に、き裂先端に 0° 方向き裂が生じるとともに、1/2 層層間はいく離が進展したものである。

3.3.3 SEM による層間はいく離観察 図 13 に疲労荷重により進展した層間はいく離の SEM 観察結果の代表例を示す。疲労荷重により進展した層間はいく離部のハックルは、前述の山形と波形ハックルが混在しているが、CAI 試験に比べると山形ハックルのほうが顕著に現れたことが特徴である。山形ハックルの形状としては、図 8 に示したように、完全な山形になっているものと、ハックルの根元がめくれ上がったような形

図 11 層間はいく離面積比と荷重繰返し数の関係 ($R=10$)

図 12 層間はいく離面積比と荷重繰返し数の関係 ($R=-1$)

図 13(a) 疲労荷重による層間はく離(空中放置材, 15/16 層間の 16 層を観察, 山形ハックル)

図 13(b) 図 13(a)のハックルの断面形状模式図 (山形ハックル)

状のもの(図 13)が観察された。いずれの場合も開口モードにより生じたものと考えられ、疲労荷重による層間はく離進展は、層のバックリングの影響を強く受けて進展したことを意味している。

4. 結 言

炭素繊維強化エポキシ樹脂基複合材料(CFRP)の擬似等方強化材の落すい衝撃試験、衝撃後の圧縮試験(CAI 試験)と疲労試験を行うとともに、超音波顕微鏡(SAM)による内部層間はく離観察と電子顕微鏡(SEM)による破面観察を行った。これにより、衝撃による層間はく離挙動、およびそれらに及ぼす吸水効果について検討を加えた。得られた結果をまとめると以下のようなものである。

(1) 落すい衝撃荷重により、層間の下側の層(衝撃面より遠い層)の繊維方向に沿った層間はく離を生じる。

(2) 衝撃による層間はく離は、衝撃を与えた側で小さく、衝撃面より離れるに従って大きく進展した。また、層間はく離面積は衝撃エネルギーが大きいほど大きい。吸水材では、吸水による樹脂の劣化や界面強度が低下するため、空中放置材に比べて層間はく離は大きく生じ、しかも層間はく離が発生しない下限界衝撃エネルギーは空中放置材に比べて小さくなった。

(3) 衝撃後の残存圧縮強度は衝撃エネルギーが大きいほど低下する。また、衝撃によって生じた層間はく離面積が大きいとき、残存圧縮強度ははく離面積の

みによって決定されるが、層間はく離面積が小さいとき、吸水材の圧縮強度は空中放置材より低下して、吸水効果が観察された。

(4) 静的圧縮により破壊した層間はく離部には、せん断荷重による波形ハックルと開口モードにより生じた山形ハックルが観察され、層の座屈が衝撃後の圧縮特性に影響を与えていることがわかる。

(5) 衝撃後の圧縮疲労試験では、衝撃による大きな層間はく離を生じた層(衝撃面と反対側の層間)で、疲労層間はく離進展が観察された。層間はく離は疲労荷重が大きいほど速く進展し、吸水材のほうが空中放置材より進展速度が大きい。両振り疲労では、それに加うるに、衝撃面に生じたき裂により、衝撃面側においても層間はく離が観察された。

(6) 衝撃後の疲労層間はく離部には山形ハックルがCAI 試験時よりも顕著に観察された。これは疲労層間はく離進展の主因が層の座屈によるものであることを示している。

文 献

- (1) Cantwell, W. J. and Morton, J., *Composites*, **22** (1991), 347.
- (2) 石川・村上, 機論, **56**-526, A (1990), 1343.
- (3) 松本・岡崎・足立・宇治橋, 機論, **57**-535, A (1991), 576.
- (4) 駒井・箕島・渋谷・野村, 機論, **54**-505, A (1988), 1677.
- (5) 駒井・箕島・渋谷, 機論, **56**-525, A (1990), 1021.
- (6) 駒井・箕島・三木, 機論, **58**-550, A (1992), 830.
- (7) Komai, K., Minoshima, K. and Shiroshita, S., *Mater. Sci. Eng.*, **A 143** (1991), 155.
- (8) Schulte, K. and Stinchcomb, W. W., *Application of Fracture Mechanics to Composite Materials*, (1989), 273, Elsevier Science Publisher.
- (9) Kim, R. Y., *Interlaminar Response of Composite Materials*, (1989), 111, Elsevier Science Publisher.
- (10) Wang, A. S. D., *Interlaminar Response of Composite Materials*, (1989), 69.
- (11) 駒井・箕島・木下・小川・黒田, 材料, **39**-438 (1990), 271.
- (12) 駒井・箕島・木下・中野・植松, 機論, **58**-546, A (1992), 206.
- (13) 駒井・箕島・瀬戸口, 機論, **60**-566, A (1993), 2970.
- (14) 栗山・成澤・佐藤・阿部, 材料, **39**-438 (1990), 247.
- (15) Choi, H. Y. and Chang, F. K., *J. Compo. Mater.*, **26**, (1992), 2134.
- (16) Chester, R. J. and Clark, G., *ASTM STP 1128* (1992), 200.
- (17) Masters, J. E., *ASTM STP 948* (1987), 238.
- (18) Hibbs, M. F. and Bradley, W. L., *ASTM STP 948* (1987), 68.
- (19) Barker, A. J. and Balasundaram, V., *Composites*, **18** (1987), 217.
- (20) Kutlu, Z. and Chang, F. K., *J. Compo. Mater.*, **26** (1992), 350.