



小特集：マルチマテリアル



写真1 3点曲げ試験外観

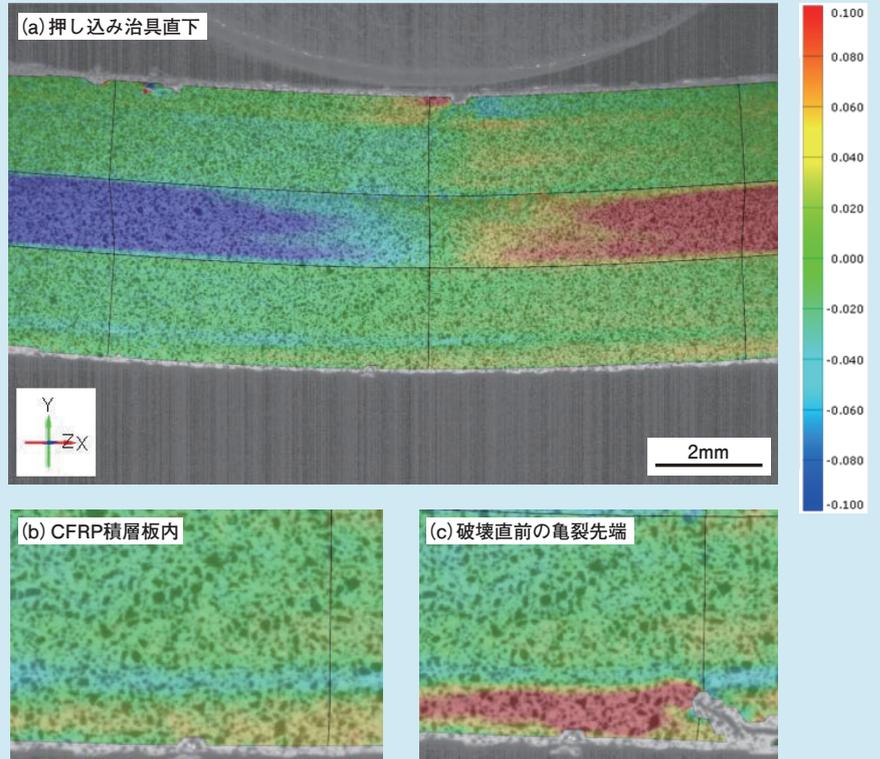


図1 DIC解析によるせん断ひずみの分布

小特集 マルチマテリアル

CFRPの特性評価技術(1)

積層材料の曲げ変形に作用する積層毎のひずみ分布

Full-field Strain Analysis in Bending Deformation of Laminated CFRP

輸送用機器の軽量化の一つの手段として、炭素繊維強化プラスチック(CFRP: Carbon Fiber Reinforced Plastics)に代表される複合材料の適用が進められています。一方向に並べた炭素繊維に樹脂を含浸させたCFRPを、異なる繊維方向に積み重ねて接着した積層板と呼ばれる構造体で使われるのが一般的ですが、目標とする剛性や強度を得るために積層構成や厚みを調整することが必要になります。しかしながら、CFRPは繊維軸方向以外の方向に負荷された場合には非線形な応力-ひずみ関係を示すことが知られており、積層板の最適な設計を効率的に行うためには積層毎のひずみ分布を把握することが重要になります。

ここでは、デジタル画像相関法(DIC: Digital Image Correlation)を適用した曲げ変形時の積層板断面のひずみ分布解析事例をご紹介します。DICは変形前後の試験体表面のランダム模様を位置・形状変化を比較し、その移動量からひずみ分布を解析する手法です。特に2台のカメラによりステレオ撮影された画像から面外変形を含む三次元の変位・ひずみ分布が解析できます。

厚みが2mmのCFRP積層板を厚み1mmの接着剤で貼り合せた構造体を用いて、支点間距離80mmの3点曲げ試験を実施し(写真1)、断面に発生するひずみ分布の3次元DIC解析を実施しました。X-Y面内せん断ひずみの分布を撮影画

像上に表示した結果を図1に示します。構造体中央の接着剤層に大きなせん断ひずみが観察されています(図1-(a))。また、CFRP積層板内の積層間(図1-(b))、破壊直前の亀裂先端(図1-(c))のせん断ひずみ分布も確認ができます。

さらに高速度カメラを用いた撮像により、動的な変化の解析にも対応することができます。当社の各種変形試験、撮像・画像解析技術と組み合わせることで新たな分野への展開も可能ですので、お気軽にお問合せください。

お問合せ先：
機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
清水 哲雄
shimizu@jfe-tec.co.jp

CFRPの特性評価技術(2)

～温湿度管理下での異材接着強度評価
(静的試験及びクリープ試験)～

機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
柳田 絢子
a-yanagida@jfe-tec.co.jp
k-sakajiri@jfe-tec.co.jp

はじめに

近年、自動車車体のマルチマテリアル化に伴い、異種材料の接合・接着が重要技術となっています。数ある接合法の中でも、面接合である接着は、応力を分散することができるため、接合部の剛性向上や振動低減に効果的であるといわれています。今回はCFRP/AIの接着強度評価事例をご紹介します。

高温高湿下での接着強度試験、破面解析

高温高湿下では、接着剤/母材界面に水分が入ることで接着界面が剥離したり、接着剤自体が劣化したりするため、接着強度は低下します(図1)。従来は、試験片を恒温恒湿槽にて前処理した後に取り出し、室温にて強度試験を実施していました。

今回導入した装置(図2)では、前処理

から強度試験まで恒温恒湿環境下で連続的に評価が可能です。本装置は高温高湿条件だけでなく-40℃までの低温試験にも対応しており、荷重条件は静的試験モード/クリープ試験モードから選択できます。特に高温高湿環境や低温環境にてクリープ試験を実施できる点は、本装置の強みです。3本同時に試験することが可能ですので、短納期にも対応できます。

当社では接着強度試験に加えて、接着破面の表面粗さ測定や成分分析、また独自技術により接着剤へのダメージを抑えた接着界面の断面観察も実施いたします。これらの解析により破壊形態や接着強度向上因子などを確認することができますので、お客様のニーズに合わせて接着技術の開発に役立つ情報をご提供いたします(図3)。

おわりに
異種材料の接着強度は、接着剤の種類や、母材の表面処理

法、使用環境などが複雑に影響して発現します。当社では接合・接着品について劣化処理から評価、提案までお手伝いします。お客様のご要望に個別に対応いたしますので、ぜひお気軽にご相談ください。

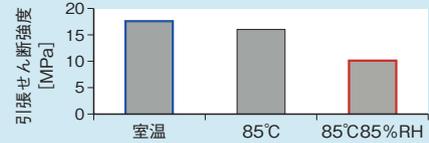


図1 試験環境によるせん断強度の違い



図2 電気式温湿度制御試験機

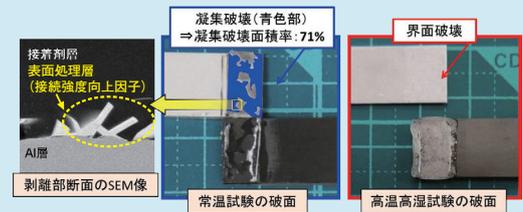


図3 試験環境による破面の違い

CFRPの特性評価技術(3)

～積層材料の層間の物性評価～

機能材料ソリューション本部 マルチマテリアル評価センター
近藤 豊
yu-kondo@jfe-tec.co.jp

炭素繊維強化プラスチック (CFRP) は、これまで航空機の外板や一部の構造部材として使用されてきましたが、近年、車両軽量化・燃費向上のために自動車への適用が進められています。

CFRPは、炭素繊維を一方向に配向させたUD (一方向) 材を複数積層して成形されます。繊維の配向方向は高強度ですが、樹脂のみでつながっている積層間の界面強度が低い事が知られており、解決のため盛んに研究開発が行わ

れています。CFRPの層間の物性評価としては、①層間せん断強度評価、②層間破壊靱性値の評価(剥離に対する抵抗力の指標)が知られており、CFRPの材料・用途開発では非常に重要です。

当社では、CFRP積層板のモードIおよびモードII(図1)の層間破壊靱性および層間せん断強度に関する規格試験を提供しておりますので紹介いたします。

DCB試験(モードI:開口型)

DCB(Double Cantilever Beam)試験は、積層板の層間に、樹脂と接着しないフィルムを入れることで、層間に模擬亀裂を導入した試験体を引き裂くように引っ張り(写真1)、荷重の変化と亀裂の進展長さから、層間の靱性を評価します。

ENF試験(モードII:縦せん断型)

ENF(End Notched Flexure)試験は、DCB試験と同様に準備した試験片に、3点曲げ荷重を与えることで、亀裂先端にせん断力をかけて亀裂を進展させ(写真2)、荷重と亀裂長さの変化から層間の靱性を評価します。

ILSS試験(モードII:縦せん断型)

ILSS試験(InterLaminar Shear Strength)は、支点間距離を通常より狭くして曲げ試験を行うことで、層間せん断強度を評価します。

当社では、破壊靱性試験に限らず、樹脂・複合材料の基礎物性から部品形状での試験まで、幅広く評価・解析をお手伝いします。お気軽にお問い合わせください。

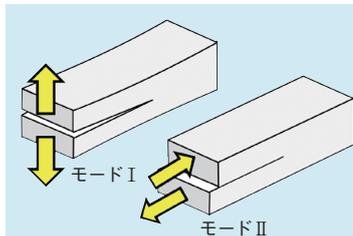


図1 層間破壊のモード



写真1 DCB試験

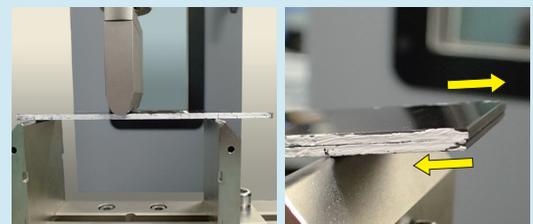


写真2 ENF試験(右は、端部拡大写真)

微細構造を明らかにする物理解析(19)

～電子顕微鏡による
異種材料接合界面の解析技術～
機能材料ソリューション本部 ナノ解析センター
今 温希
a-kon@jfe-tec.co.jp

多様な素材の長所を生かすマルチマテリアル化の推進には、材料の接合技術を確立することが重要です。当社は各種複合材料や異種材料の接合界面を、電子顕微鏡技術を駆使して、マルチスケールで解析しています。

せん断剥離面の解析

図1 (a) はCFRPとAl合金を接着剤で接合し、せん断引張試験を行った試料の剥離面を、走査電子顕微鏡(SEM)で観察した結果です。両素材と接着剤との界面で剥離している部位と、接着剤内部の凝集破壊部位が確認できます。図1 (b)は、接着剤の凝集破壊部断面(イオンミリング加工法により作製)のSEM像です。熱に弱い接着剤と金属との界面についても独自技術によりダメージの少ない断面が得られています。Al合

金上に前処理層として形成された板状粒子の隙間に接着剤が入り込んでいる様子が確認され、前処理層が接着剤とAl合金の接合を強固にしていることが推定できました。

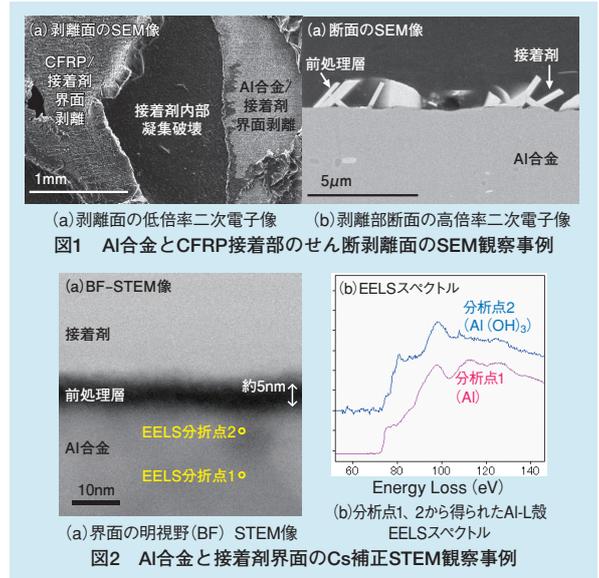
接着界面のナノレベル解析

図2はAl合金と接着剤界面のCs補正STEM (球面収差補正走査透過電子顕微鏡)観察事例です。図2 (a)のSTEM像ではAl合金と接着剤との界面に5nm程度の薄い前処理層が認められます(図1とは異なる前処理です)。EELS (電子エネルギー損失分光)測定結果より前処理層直下の母材部分が金属Alとは異なり、水酸化物であることがわかりました(図2 (b))。金属の最表面の状態変化は前処理や接着剤との結合に影響を及ぼすことが考えられます。このような接合界面における微量元素の分布を、高感度EDX (エネ

ギー分散型X線分光)を用いて調べることも可能になっています。

おわりに

今後も、熱等のダメージを受けやすい試料界面の断面加工、観察が難しい界面の可視化にチャレンジしていきます。複雑な接合界面の可視化、接合メカニズム等にご興味のある方は、お気軽にご相談ください。



高温疲労試験

～高温疲労試験機の紹介～
構造材料ソリューション本部 耐熱・疲労評価センター
嶋田 雅之
ma-shimada@jfe-tec.co.jp

京浜地区に高温疲労試験機を新規導入しましたので、ご紹介いたします。本稿の試験機は単軸ではあるものの、高温環境下で使用される実機を模擬した試験を行うことで、疲労寿命の評価ができます。

高温疲労試験は、条件によっては疲労とクリープが重畳する領域での試験となりますが、クリープのような時間依存性非弾性変形が疲労(塑性変形の繰返し)の1サイクル中に導入されると、疲労寿命は一般に低下することが知られています。

図1に制御波形の一例を示します。高温低サイクル疲労試験は、ひずみ制御方式で対称三角波、高温高サイクル疲労試験は荷重制御方式で正弦波が多く用いられます。

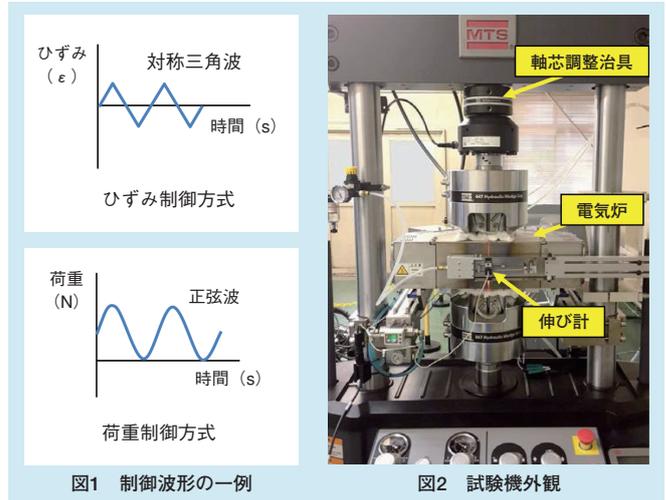
高温低サイクル疲労の場合(特にひ

ずみ速度が小さい場合やひずみ保持時間を伴う時)はクリープの影響が大きくなるため破断面に粒界破面が現れやすく、高温高サイクル疲労の場合は疲労の影響が大きくなるため破断面に疲労破面(ストライエーションと呼ばれる縞模様など)が現れやすくなります。

図2に試験機の外観を示します。試験機は、MTS製の油圧サーボ式疲労試験機と高温小型加熱炉(電気炉)の組合せです。疲労試験機の容量は100 kNで、上部に軸芯調整治具を備え、高精度に軸芯を合わせることができます(圧縮時に軸芯精度の重要性が現れます)。一方、加熱炉は高さ約120mmと小型であるにもかかわらず、試験片温度で1200℃まで試験可能です(試験片の

材質により異なりますが、1200℃においても、±3℃以内に制御できます)。電気炉タイプは、高周波タイプの加熱方式と比べて外部環境の影響を受けにくく、温度安定性に優れている特長があります。

現在、平行部径6～10mmφ(全長250mm)の丸棒試験片を標準試験片としていますが、今後、平板試験片などにも対応していきますので、ご不明な点がありましたらお気軽にご相談下さい。



SA評価試験のための 第一種大型圧力容器の導入

～高圧力蒸気暴露試験設備の拡充～

知多ソリューション本部 材料解析部
高山 康晴
takayama@jfe-tec.co.jp

はじめに

東日本大震災を契機に、原子力発電所において、想定外の過酷事故 (SA) に発展した場合でも、計器類が性能を維持できるかの評価が義務付けられるようになりました。評価試験の一つとして計器類を高温 (100 ~ 250℃程度) の蒸気雰囲気下にさらす蒸気暴露試験があります。当社では今日まで小型圧力容器を用いて試験を行ってきました。しかし、計器類の大型化への対応または、複数の計器を同時に評価したいという需要が高くなったことから、大型の圧力容器 (写真1) を導入いたしました。ここでは、当社が導入した大型圧力容器の特長及び適用例をご紹介します。

特長

圧力容器は、内径80cm、高さ2mの大

きさを持ち、高温 (250 ~ 300℃) の試験ができます。ヒーターが上蓋、側面及び底部に設置されており、各々独自に温度制御できるため、種々の温度プロファイルに対して柔軟に対応が可能です。また、圧力容器からケーブル等を取り出すことができ、試験中に連続して試験体の出力信号を読み取ることができます。仕様の詳細は、図1及び表1に示します。

適用例 (蒸気暴露試験)

当社の設備は、飽和蒸気または、過熱蒸気環境を模擬した試験が可能です。過熱蒸気環境とは、飽和蒸気をさらに加熱することにより得られる高温の状態のことです。特に、温度と圧力の制御が難しい環境ですが、当社の設備では、ヒーターの温度を独自に制御することにより温度は安定して保持できます。

おわりに

試験中連続して計測が必要なセンサ類、また、圧力容器の大きさを生かし、複数の試験体で形成さ

れたユニットの蒸気暴露試験が可能です。さらに、試験体を水没させる没水評価、高温での熱劣化試験など、お客様のご要望にお応えします。お気軽にご相談ください。



写真1 第一種大型圧力容器外観 (上:圧力容器、下:制御盤)

表1 第一種大型圧力容器の仕様

項目	仕様
容器内サイズ (内径×高さ)	φ800mm×2000mm
内容積	0.93m ³
常用温度 (設計温度)	250℃ (300℃)
常用圧力 (設計圧力)	1.2MPa (1.6MPa)
耐荷重	500kg

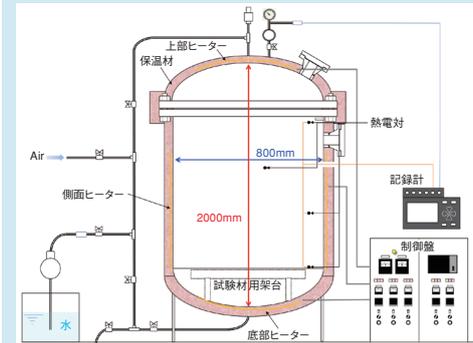


図1 第一種大型圧力容器の模式図

Thermal Gravimetric Analysis in a Variety of Environments

さまざまな環境での 高温物質の熱分析

～操業環境対応型TG-DTAおよび大型TG試験装置～
計測・プロセスソリューション本部 設備・プロセス技術センター
河本 英児
koumoto@jfe-tec.co.jp

はじめに

TG-DTA測定は、試料の温度をプログラムに従って変化させることにより、試料の重量変化測定 (TG: 熱重量測定) と基準物質との温度差分析 (DTA: 示差熱分析) を同時に行う分析技術です。

当社のTG-DTA試験装置の特徴を以下に紹介します。

(1) 操業環境対応型 TG-DTA 試験装置

一般的なTG-DTA測定は、空気や窒素での雰囲気で行われますが、当社では実際の操業環境を模擬した混合ガスや、100%の水素、酸素、一酸化炭素等の雰囲気での測定が可能な装置を所有しております (写真1)。

本装置による測定事例として、炭材の二酸化炭素によるガス化反応の結果を図1に示します。試料をアルゴン雰囲気中で加熱後、温度を保持した状態で、雰囲気アルゴンから二酸化炭素濃度20%、50%、100%と変更させた条件で、炭材のガス化反応 ($C + CO_2 \rightarrow 2CO$) を測定します。

その結果、ガス分圧に対する試料のガス化反応率の評価が可能で、ガス種や分圧を変えることにより酸化・還元など、さまざまな反応の測定・評価ができます。

また、雰囲気条件は限られますが、最高1600℃までの測定が可能であり、二酸化硫黄やアンモニア等の腐食雰囲気や、真空雰囲気での測定にも対応して

おります。

(2) 大型 TG 試験装置

試料が数mg ~ 数十mg程度のごく少量での測定でデータがバラつく場合には、実際の利用環境に近い試料サイズ (試料容積最大500ml) でのTG試験を行うことも可能です。

おわりに

今回紹介した当社の熱分析装置により、原材料の熱物性評価やプロセス・材料開発等、お客様のさまざまな目的にお応えいたしますので、お気軽にご相談下さい。



写真1 操業環境対応型TG-DTA試験装置

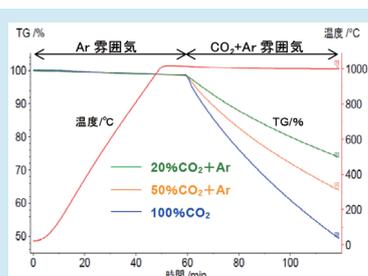


図1 炭材のCO₂によるガス化反応測定