

極低温環境下における繊維強化複合材料の疲労特性評価

Fatigue characterization of fiber-reinforced composites under cryogenic environment

○正 小熊 博幸^{*1}, 内藤 公喜^{*1,2}, 緑川 正敏^{*1}Hiroyuki OGUMA^{*1}, Kimiyoshi NAITO^{*1,2} and Masatoshi MIDORIKAWA^{*1}^{*1} 物質・材料研究機構 National Institute for Materials Science^{*2} 東北大学 Tohoku University

The development of lightweight liquid hydrogen tanks necessitates the use of resin-based and fiber-reinforced plastic (FRP) composites; however, critical challenges remain, including the design of vacuum-insulated double-wall structures, the suppression of hydrogen permeation, and the assurance of mechanical reliability under cryogenic conditions. In this study, the strength characteristics of orthotropic FRP were systematically investigated through mechanical testing at both room temperature and in liquid nitrogen, complemented by fracture surface analyses to elucidate failure mechanisms. The results clarify the influence of cryogenic environments on FRP strength, providing essential knowledge for the material and structural design of next-generation liquid hydrogen storage tanks.

Key Words : Fatigue strength, Fractography, Damage and failure, Cryogenic environment, CFRP

1. 緒 言

炭素繊維強化プラスチック (Carbon Fiber Reinforced Plastics, CFRP) は高比強度・高比剛性および優れた耐食性を有することから、主に航空宇宙分野で広く利用されている。近年では、その軽量かつ高強度という特性を活かし、液体水素や液体窒素といった極低温環境に曝されるタンクや配管、構造部材などへの適用が期待されている。しかし、極低温環境は材料特性に大きな影響を及ぼすことが知られており、金属材料においては延性の低下や脆性破壊が問題となる。一方、CFRP においては、炭素繊維は低温下で強度が向上する傾向を示す場合があるものの、樹脂は脆化を生じやすく、さらに配向や繊維と樹脂の界面特性が全体の破壊挙動を支配する可能性がある⁽¹⁾。

このような背景から、CFRP の極低温環境における力学特性、特に静的強度、疲労特性および破壊機構の理解は安全性と信頼性を担保した設計指針を確立する上で不可欠である。しかし、極低温条件下での CFRP の力学データは未だ十分に蓄積されておらず、繰返し荷重や熱サイクルを考慮した疲労挙動や界面破壊機構については知見が限られている。したがって、極低温環境における CFRP の強度特性を体系的に明らかにすることは、航空宇宙分野のみならず、水素エネルギー社会の実現に向けた材料基盤技術の確立にも直結する重要な課題である。

これまでに新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の「燃料電池等利用の飛躍的拡大に向けた共通課題解決型産学官連携研究開発事業」および「水素利用拡大に向けた共通基盤強化のための研究開発事業」における研究の一環として、軽量液体水素タンクの実用化に向けて新たな樹脂系ハイブリッド材料ならびに接着継手に関する材料設計と構造設計の指針を示すことを目指している。その中で構成材料の候補としている繊維強化プラスチックの極低温環境における強度特性を明らかにするため液体窒素中で引張試験ならびに疲労試験を実施した。

2. 供試材および実験条件

供試材として CFRP (T700SC/#2592, 東レ) を用いた。オートクレーブを用いて板材を成型し、板材から試験片を切断加工により作製した。積層数は 8 層、積層構成は直交の $[0^{\circ}/90^{\circ}]_{2s}$ (以下、 $0^{\circ}/90^{\circ}$ 材) ならびに $[+45^{\circ}/-45^{\circ}]_{2s}$

(+45°/-45°材)を評価対象とした。ここで0°方向が試験時の負荷方向になる。試験片の全長は200mm、幅は10mm、評価部の長さは100mmとした。

引張試験ならびに疲労試験を実験室環境(室温:23±3°C, 相対湿度:50±5%)ならびに液体窒素環境(液体窒素に浸漬, 図1)で実施した。引張試験は, 実験室環境では精密万能試験機を用いて, 液体窒素環境では電気油圧式サーボ試験装置を用いて実施した。引張速度は1mm/min, 各条件において試験片は3本ずつ用いた。疲労試験は電気油圧式サーボ試験装置を用いて軸荷重, 応力比 $R=0.1$ (引張-引張), 繰返し周波数 $f=10\text{Hz}$ で実施した。打切り繰返し数は 10^7 回とした。試験後に破断部についてデジタルマイクロスコープで観察を行った。

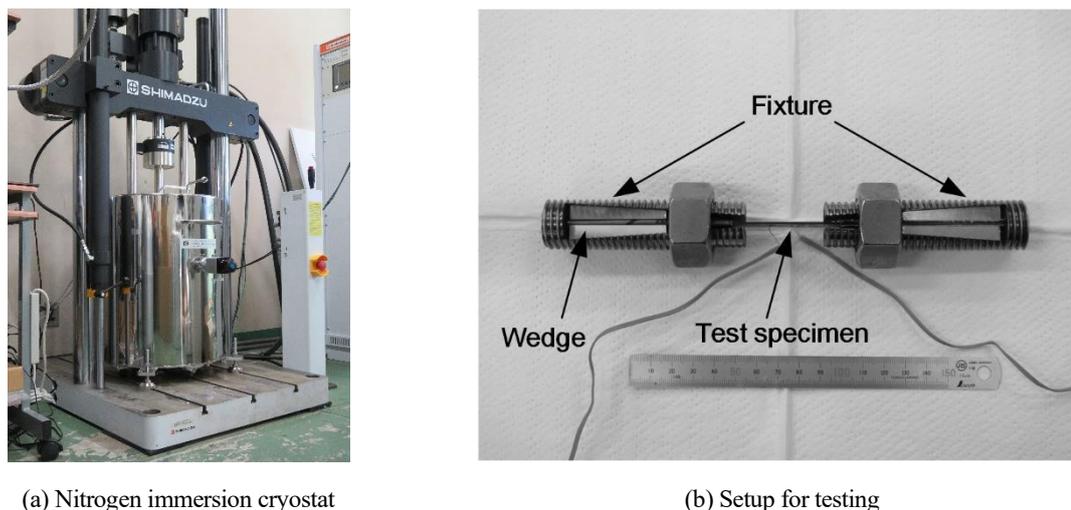


Fig. 1 Cryogenic mechanical testing system.⁽²⁾

3. 試験結果および考察

3・1 引張試験

引張試験の結果を表1と図2に示す。0°/90°材では応力-ひずみ線図はほぼ重なり, 引張強さ, 弾性率ならびに破断伸びにおいて試験環境による顕著な差は認められなかった。一方, +45°/-45°材では液体窒素環境の方が実験室環境よりも引張強さと弾性率は上昇し, 破断伸びは低下した。すなわち, 積層構成の違いにより液体窒素環境による影響の現れ方が異なることが確認された。

一般的に液体窒素環境ではエポキシ樹脂の引張強さや弾性率は上昇する一方, 破断伸びは著しく低下して脆化する。これに対して, 炭素繊維に関しては液体窒素環境が力学特性に及ぼす影響は限定的である。そのため, CFRPにおいても, 母材であるエポキシ樹脂の脆化に起因して, 破壊挙動は母材支配となる可能性が高いと推察される。そして, +45°/-45°材では液体窒素環境がエポキシ樹脂の力学特性に与える影響が現れたと解釈できる。しかし, 0°/90°材では0°方向(負荷方向)の炭素繊維が力学特性を支配したため, 液体窒素環境による影響は相対的に小さかったと考えられる。

Table 1 Mechanical properties of CFRP.

| | | (n = 3) | | |
|-------------------------|--------------------|------------------------|-----------------------|----------------|
| | | Tensile strength [MPa] | Elastic modulus [GPa] | Elongation [%] |
| [0/90] _{2s} | RT | 1530 | 69 | 2.1 |
| | Lq. N ₂ | 1498 | 79 | 2.0 |
| [+45/-45] _{2s} | RT | 214 | 17 | 15.0 |
| | Lq. N ₂ | 262 | 23 | 1.5 |

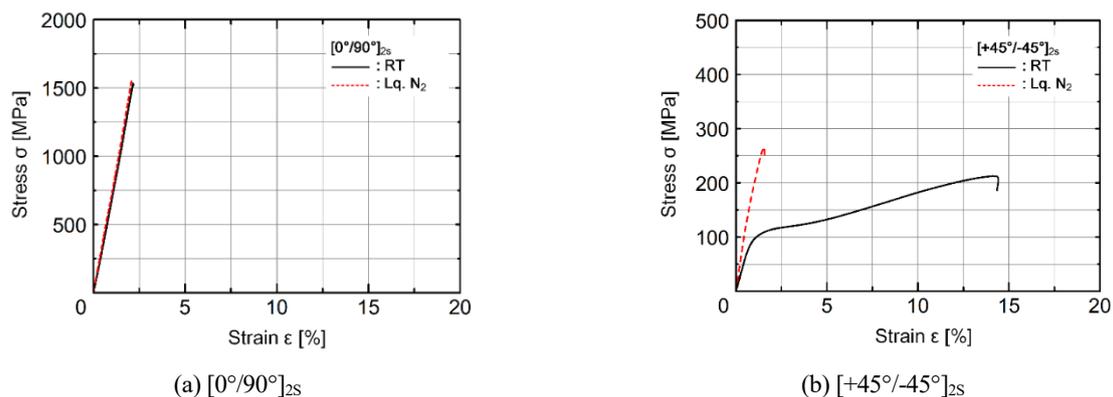


Fig. 2 Stress-strain curves in a laboratory environment and liquid nitrogen.

3・2 疲労試験

疲労試験結果を図 3 に示す。0°/90°材において時間強度は引張強さと同様に実験室環境および液体窒素環境で顕著な差は認められず、寿命分布はほぼ一致した。一方、+45°/-45°材は液体窒素環境における結果が高応力側、長寿命側に分布する傾向を示した。また、 $S-N$ 曲線の傾き、すなわち応力の変化に対する寿命の変化について環境依存性は認められなかった。破断データを用いて最小二乗法により近似曲線を求め、 10^7 回時間強度を算出すると、実験室環境では 62MPa、液体窒素環境では 129MPa となった。強度比（時間強度/引張強さ）は、実験室環境で 0.29、液体窒素環境では 0.49 となり、液体窒素環境で大きくなることが確認された。したがって液体窒素環境は引張強さよりも時間強度に及ぼす影響が顕著であり、これは破壊機構が異なることに起因すると考えられる。

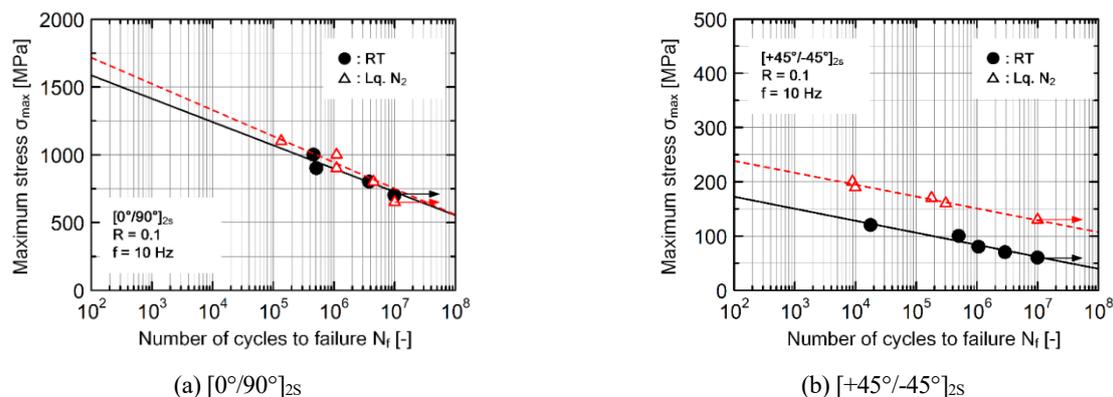


Fig. 3 $S-N$ diagrams.

3・3 破断部観察

引張試験で得られた 0°/90°材の破断部を図 4 に示す。試験環境に関わらず、負荷方向に対して垂直の方向に直線的な破断が生じていた。0°層において実験室環境の方では繊維に樹脂が付着した状態になっていたのに対して、液体窒素環境の方では繊維が抜けた様相が広範囲で観察された。液体窒素環境において繊維と樹脂の界面には、エポキシ樹脂の脆化ならびに樹脂と繊維の熱膨張係数差により残留応力が生じ、界面剥離や微小き裂が発生しやすい状態となっており、繊維と樹脂の界面強度が低下していたと推察される。しかし、繊維と樹脂の界面の強度ならびにエポキシ樹脂の脆化による強度の変化の度合いが繊維の強度に比べて十分に小さいために、環境の違いによる力学特性の差異が現れなかったと考えられる。

図 5 に+45°/-45°材の破断部を示す。実験室環境の方では細かく割け、繊維に樹脂が付着した様相が観察されたのに対して、液体窒素環境の方では樹脂と繊維の界面のはく離と比較的平坦な様相が観察された。実験室環境では樹脂が変形し、延性的な破壊を生じたと考えられる。一方、液体窒素環境では樹脂が脆化して、樹脂と繊維の界面ならびに樹脂の破壊が優先的に生じたと思われる。

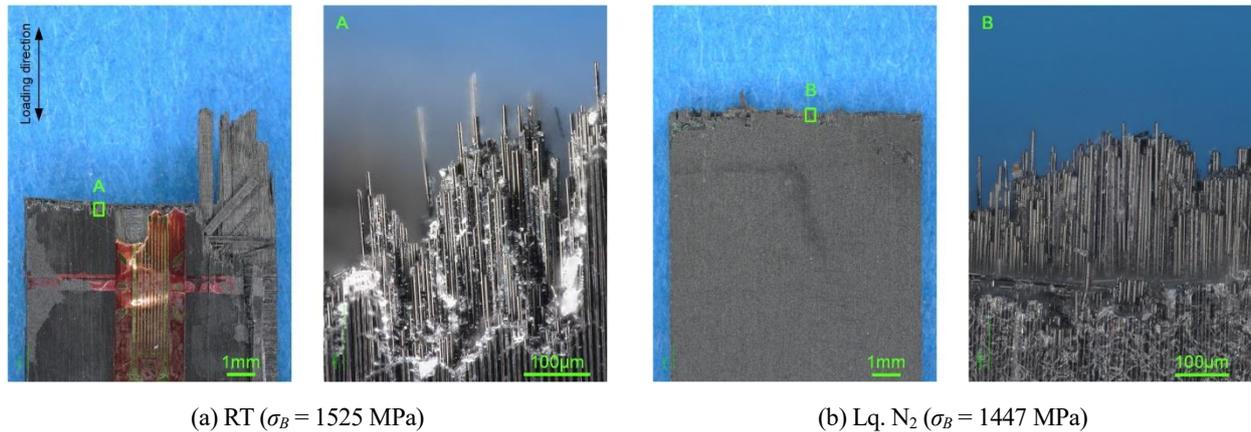


Fig. 4 Fracture surfaces of the tensile-tested $[0^\circ/90^\circ]_{2S}$ specimens

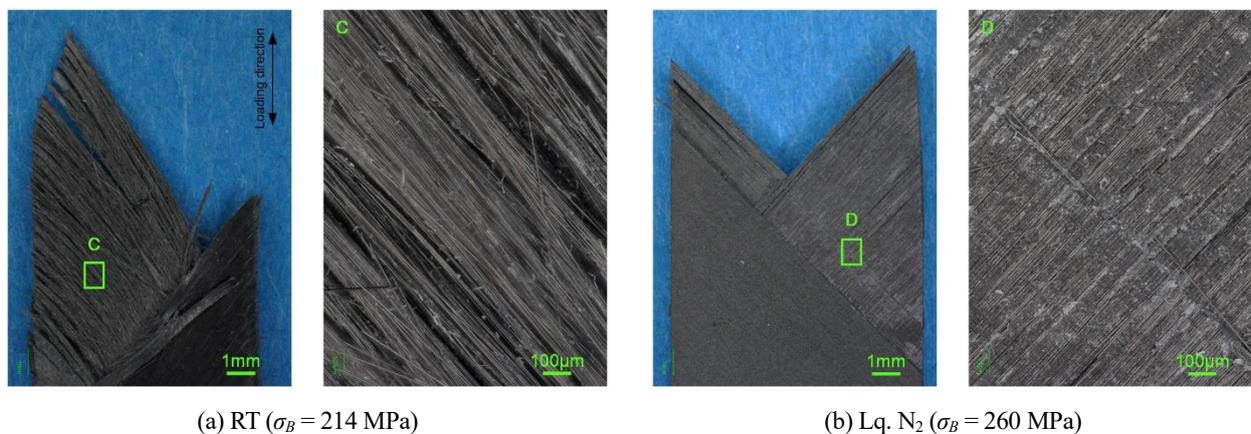


Fig. 5 Fracture surfaces of the tensile-tested $[+45^\circ/-45^\circ]_{2S}$ specimens

疲労試験により得られた破断部について、 $0^\circ/90^\circ$ 材においては実験室環境では 0° 方向に沿って細かく割れた状態を呈していた。しかし、引張試験の場合と同様に繊維の力学特性が支配的であるために、エポキシ樹脂の特性の変化が疲労強度に与える影響は小さかったと思われる。一方、 $+45^\circ/-45^\circ$ 材においては液体窒素環境で巨視的に平坦な破断面に多数の割れが生じていることが確認され、引張試験の場合とは異なる破面形態が観察された。 $+45^\circ/-45^\circ$ 材においてはエポキシ樹脂の力学特性の変化とそれ起因する破壊形態の差異が疲労強度の相違をもたらした要因であると推察される。

4. 結 言

2種類のCFRP直交材を対象として、実験室環境ならびに液体窒素環境で引張試験と疲労試験を実施した。 $0^\circ/90^\circ$ 材においては試験環境が力学特性に与える影響は小さかった。これに対して $+45^\circ/-45^\circ$ 材においては樹脂の脆化による弾性率および引張強度の上昇と破断伸びの低下が確認され、疲労強度の上昇も認められた。繊維配向の差異により極低温環境が力学特性に与える影響の現れ方が変化することが確認された。

文 献

- (1) Hohe, J., Schober, M., Fliegner, S., Weiss, K-P., Appel, S., "Effect of cryogenic environments on failure of carbon fiber reinforced composites", *Composites Science and Technology*, 212 (2021), 108850.
- (2) 小熊博幸, 内藤大喜, "軸荷重負荷試験用の試験片把持具、並びにこれを用いた極限環境中での軸荷重負荷試験機", 特願 2023-063776 (2023).