研究速報

破壊に伴うフォトンエミッションを利用した複合材料の界面滑り現象の検出

Detection of Interfacial Frictional Sliding in Fiber-Reinforced Composite by Photon Emission

川添　敏・香川　豊
Satoshi KAWAZOE and Yutaka KAGAWA

1. 緒　言

種々の材料系において破壊時に光子が放出される現象（以後，PE（Photon Emission）とする）が古くから知られている[1)-6)]．PEは材料内部で起こる変形や破壊過程を敏感に反映していると考えられている．従って，PEの計測・分光分析および発生箇所の二次元検出を同時に行えば，破壊箇所の化学的な情報を含んだミクロな変形・破壊の有益な情報を得ることが可能になるものと考えられる．

これまでに，種々の材料において破壊時のPEを検出することは行われてきた．また，PE発生の機構もすでに提案されている[5)-9)]．PEの発生機構の中で，「トライボエミッション」と呼ばれるものは二つの材料の摩擦時に発生することが知られている．この機構により発生するPEを検出すれば，複合材料中で界面剥離後の繊維のプルアウト挙動がいつどこで発生しているかを知ることができると考えられる．

これまでに，繊維強化複合材料の破壊時に生じるPEを測定した報告はすでに行われている．しかし，PEの測定を複合材料の破壊機構の理解に積極的に利用するという立場から行った研究は報告されていない．本報告では，PEの総合的評価が可能な装置系を試作し，ガラス繊維強化エポキシの引張試験時に発生するPEの測定を通して，破壊のモニタリングとしてのPE顕微鏡の可能性を検討した．

2. 実験方法

2.1 PE検出装置

作製した装置の構成をFig. 1に示す．装置は，①荷重負荷装置，②分光分析装置，③PE強度計測装置，および④PE二次元検出装置で構成されている．PEの検出は試験片表面から≈5.0 mm離した位置に固定した総直径1.0 mmの光ファイバー束により行った．この光ファイバーの一端を分光計に接続した．得られたPEの分光は回折格子（分解能：波長500 nmで0.8 nm）に通し，画素数が576×384ピクセルの超高感度CCDカメラ（576-G/1, Princeton Instruments, USA）で検出，AD変換後，汎用解析ソフトウェア（WinSpec1.3.1, Princeton Instruments）を用いて波長範囲300～800 nmの分光スペクトルを得た．

PEの強度計測は有効光電面直径が8.0 mmの光電子増倍管（H 5783-03，浜松ホトニクス）で受光し，出力信号を極微小電流計（TR 8652, ADVABTEST）に取り込み，その信号を20 ms毎に積分した信号をAD変換し，デジタルレコーダーに取り込んだ．なお，用いた光電子増倍管の感度波長範囲はλ = 185～650 nm（最大波長感度：λ = 420 nm）である．

2.2 複合材料と引張試験

実験には繊維直径≈9.0 μmの平織りEガラス繊維強化エポキシ複合材料を用いた．複合材料の厚さは2.0 mmである．この複合材料から幅20 mm，長さ100 mmの試験片を切り出した．破壊する位置を定めるために試験片片側にノッチを導入し，片側切り欠き試験片を作製した．ノッチ長さ（a）と幅（w）の比（a/w）は0.5とした．

引張試験にはインストロン試験機を用いた．試験は室温

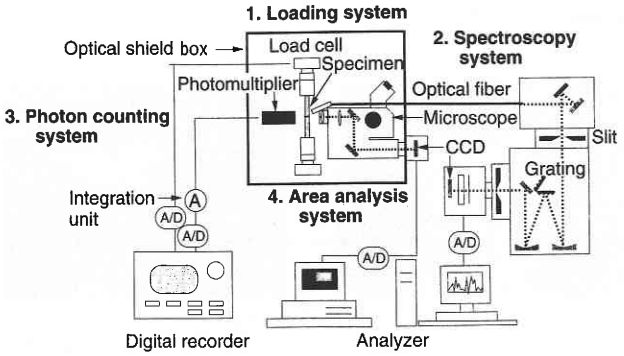

Fig. 1　PE検出装置

*東京大学生産技術研究所　第4部

(297 K)，大気中でクロスヘッド速度 1.7×10^{-5} m/s にて行った．一部の試験片では試験時にノッチ先端部で生じる破断の様子を観察するために，白色反射光を利用し，ビデオマイクロスコープ（KTS-100, Kenko）を用い，モニター画面上で6.0～8.0倍のレンジで破壊の進展をその場観察した．本実験に用いた複合材料は半透明であり，この方法によりノッチ先端部で生じるミクロ破壊の様子を知ることができる．なお，この観察とPEの計測を同時に行うことはできないが，詳細な観察によりPE計測時と破壊の状況が同じであることを確認した．

3. 結果および考察

Fig. 2に引張試験より得られた代表的な引張荷重－変位および検出されたPE強度の例を示す．引張荷重は変位の増加につれて初期から非線形的に増加し，その後，繊維束単位の破断に相当する段階的な荷重降下を繰り返した．PEは荷重の低下直後に検出された．また，最大荷重前にPEは検出されず，最大荷重後の荷重の低下後のみに検出された．

Fig. 3に反射光を利用したノッチ部近傍でのその場観察の結果を示す．マトリックスクラッキングが最初の荷重低下に相当し，その後繊維束単位の破断が白化した損傷域として観察された．この結果より，本研究で用いた複合材料では，ノッチ先端部からの破壊は，(i)マトリックスクラックの発生，(ii)繊維束単位のマトリックスクラックブリッジング，(iii)繊維束の破断とマトリックスからの引き抜け，の過程が繰り返されていることが明らかになった．荷重－変位曲線とその場観察の結果から，PEは(iii)の引き抜けの挙動に対応していると考えられる．

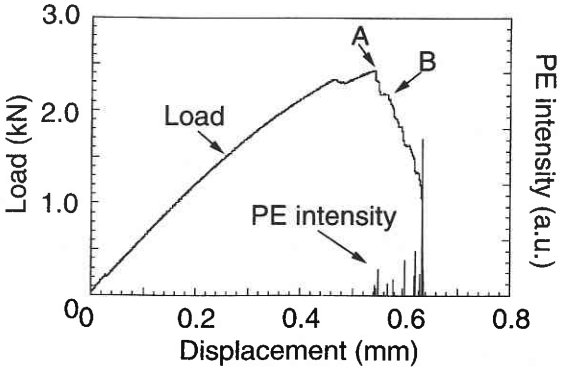

Fig. 2　代表的な引張荷重－変位曲線およびPE強度

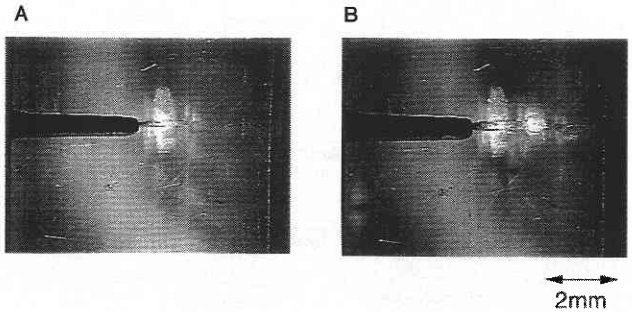

Fig. 3　複合材料の破壊過程

検出されたPEの代表的な分光スペクトル例をFig. 4に，および測定された波長をTable 1に示す．図中Aで示したピークは励起された窒素分子の「First positive band」による発光スペクトルのバンドヘッドに，またBで示したピークは窒素分子の「Second positive band」による発光スペクトルのバンドヘッドに対応していた[10]．マトリックス，繊維ともに窒素を含んでいないために，界面剥離後に剥離面に大気が入り込み，繊維束単位のマトリックスからの引

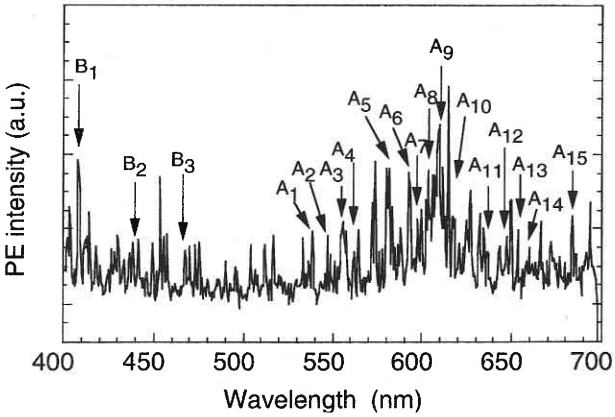

Fig. 4　PEの代表的な分光スペクトル

Table 1　測定されたPEの波長

Transition		Wavelength (nm)
N_2 first positive band $B_3\Pi_g \rightarrow A^3\Sigma_u^+$	A_1	547.9
	A_2	551.6
	A_3	559.3
	A_4	563.3
	A_5	585.4
	A_6	590.6
	A_7	596.0
	A_8	607.0
	A_9	612.7
	A_{10}	618.7
	A_{11}	639.5
	A_{12}	646.9
	A_{13}	654.5
	A_{14}	662.4
	A_{15}	687.5
N_2 second positive band $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$	B_1	405.9
	B_2	434.3
	B_3	466.7

き抜け時に，剥離界面でのミクロ放電が生じ，大気中の窒素分子がイオン化され，再び中性分子に戻る際にPEを生じたものと考えられた．この結果を利用すると，繊維強化複合材料の界面のプルアウトに伴う現象をモニタリングできると考えられる．

4. 結　　論

PEを総合的に検出することのできる装置系を作製した．作製した装置を用いてガラス繊維強化エポキシ複合材料の破壊時に発生するPEを検出することを試みた．その結果，PEを用いることにより界面の滑り現象を抽出して検出することが可能であることが確かめられた．

本研究は東京大学生産技術研究所，平成10年度選定研究費の補助を得て行われたものである．

（11年12月20日受理）

5. 参 考 文 献

1) A. J. Walton, Adv. in Phys., 26, No.6 (1977), 887-948.
2) P. Yu. Butyagin, V. S. Erofeev, I. N. Musaelyan, Vysokomol. Soed., Ser. A, No. 2 (1970), 290-299.
3) Fundamentals of Adhesion and Interfaces, J. T. Dickinson, L. C. Jensen, S. Lee, L. Scudiero and S. C. Langford, D. S. Rimai and K. L. Mittai eds., VSP (1995), 179-203.
4) J. T. Dickinson, L. C. Jensen and A. Latibari, J. Vac. Sci. Technol. A 2(2) (1984). 1112-1116.
5) S. C. Langford, J. T. Dickinson, L. C. Jensen, J. Appl. Phys. 62(4) (1987), 1437-1448.
6) J. T. Dickinson and L. C. Jensen, J. Poly. Phys. Ed. 23 (1985), 873-888.
7) V. A. Kluev, E. S. Revina, V. I. Anisimova, Yy, A. Khrustalev and Yu. P. Toporov, Kolloidn. Zh. 41 (1979), 348.
8) B. V. Derjaguin, V. A. Kluev, V. I. Anisimova, Yu. P. Toporov and N. A. Krotova, J. Colloid Interface Sci. 77(1980), 472.
9) Analysis of Thermally Stimulated Processes, R. Chen and Y. Kirsh, (Pergamon, Oxford) (1981), 48-52.
10) The Identification of Molecular Spectra: 4 th edn., eds. By R. W. B. Pearse and A. G. Gaydon, Chapman and Hall, London, (1976).