

未来社会創造事業 探索加速型
「持続可能な社会の実現」領域
終了報告書(探索研究期間)

令和3年度
研究開発終了報告書

令和2年度採択研究開発代表者

[研究開発代表者名：木村 正雄]

[所属 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所・教授]

[研究開発課題名：疲労・劣化の根源となる欠陥／き裂の
非破壊観察技術の実現]

実施期間：令和2年11月1日～令和4年3月31日

§ 1. 研究実施体制

(1)「木村」グループ(高エネルギー加速器研究機構(KEK))

- ① 研究代表者:木村 正雄 (高エネ機構 物質構造科学研究所、教授)
- ② 研究項目
 - ・マクロ&ナノ X-CT 顕微鏡による欠陥・き裂の観察
 - ・STXM 顕微鏡による化学状態観察
 - ・マルチスケールモデルの検討

(2)「上殿」グループ(筑波大学)

- ① 主たる共同研究者:上殿 明良 (筑波大学 大学院数理物質科学研究科研究科、教授)
- ② 研究項目
 - ・陽電子によるナノ欠陥観察
 - ・応力印加下での陽電子計測

(3)その他参画機関「藤元」グループ(日鉄ケミカル&マテリアル(株))

- ① 主たる共同研究者:藤元 伸悦 (日鉄ケミカル&マテリアル(株) 総合研究所、主任研究員)
- ② 研究項目
 - ・評価試験用の材料提供

(4)その他参画機関「渡邊」グループ(京都大学)

- ① 主たる共同研究者:渡邊 稔樹 (京都大学 大学院人間・環境学研究科、特定助教)
- ② 研究項目
 - ・ナノ X-CT による in situ 実験

§ 2. 研究実施の概要

本研究開発で達成する目標

炭素繊維強化プラスチック（CFRP）中での欠陥/き裂の起点の発生メカニズムを根源的に理解するために、以下の対象をマルチスケールで評価することを目標とした。

- (a) 分子レベルの欠陥（最高分解能～0.数 nm）
- (b) 化学結合の不均一性（同～数 10nm）
- (c) ナノスケールのき裂起点（同～数 10nm）

目標設定の背景

CFRP, CMC 等の複合材料は複雑な階層構造を有しており、そのマクロのき裂・劣化は、小さな起点から材料全体に進展する。したがって、「欠陥/き裂の起点をナノスケールの空間分解能で観察する」ことは、大きな材料のごく一部を見ているのに過ぎないのでは無く、材料全体のき裂・劣化を支配するメカニズムの根源的理解につながると考え、上記目標を設定した。

主な研究成果

【概要】CFRP のき裂・劣化の起点の根源的理解のために材料中に存在するナノスケールの欠陥/き裂を、相補的な情報を与える以下の手法を用いてマルチスケールで観察する計測技術を確立した。(図)

(a) 分子レベルの欠陥→陽電子消滅法による CFRP（主に樹脂）の自由体積/欠陥（サイズ: 0.数～数 nm）のサイズ・存在量の定量

(b) 化学結合の不均一性（数 10nm～数 10 μ m）→放射光軟 X 線透過顕微鏡(Scanning Transmission X-ray Microscopy: STXM)による CFRP 中の炭素の化学状態ドメインの可視化（空間分解能～30 nm）

(c) ナノスケールのき裂起点（数 10nm～数 μ m）→放射光 nano X-CT 顕微鏡による CFRP、プラスチック、酸化物内の欠陥/き裂の非破壊観察（空間分解能～50 nm）

(d) Macro X-CT では、大きな試料（数 mm～cm）に、引っ張り、圧縮、曲げ等の応力を印加し、き裂の進展過程を観察する（空間分解能～700 nm）。

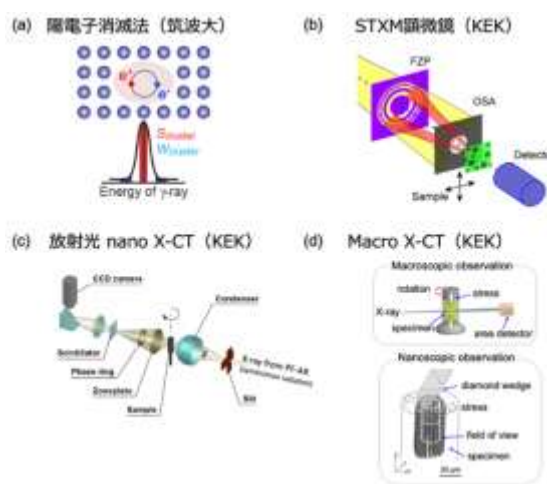


図 CFRP 中の欠陥・き裂発生メカニズムを解明するために高度化・確立に取り組んだ計測法

確立した計測法を活用して、疲労サイクル試験(共通サンプル、CFRP および CFRTP)の評価を行った。CFRP の欠陥/き裂に関して、(1) 樹脂内の自由体積のサイズ分布が広がり（0.4～0.6 nm）、そして(2) 100～数百 nm の小さなボイドの形成、(3) それが凝集して大きなボイドが形成、というメカニズムを示す結果を得た。今後、マルチスケールのメカニズムに関する知見を寿命予測のモデルへ反映するための研究を進めていく。