AE 法による低温における有機複合材料の 機械的性質の研究

西嶋 茂宏, 岡田 東一, 難波 慎吾*

大阪大学産業科学研究所 大阪府茨木市美穂ヶ丘8-1
*大阪府立大学総合科学部総合科学科 大阪府堺市百舌鳥梅町4-804
(1986年5月21日受理)

Study of Mechanical Properties of Organic Composite Material
at Low Temperatures Using AE Techniques

Shigehiro NISHIJIMA, Toichi OKADA and Shingo NAMBA*

The Institute of Scientific and Industrial Research, Osaka University
8-1 Mihogaoka, Ibaraki, Osaka
*University of Osaka Prefecture, 4-804 Mozuume-cho, Sakai, Osaka

(Received May 21, 1986)

Synopsis :

Acoustic emission (AE) from composite materials during tensile test have been studied in order to investigate the fracture process at cryogenic temperatures. Commercially available glass cloth reinforced plastics (epoxy) has been chosen and tested at room(RT), liquid nitrogen (LNT) and liquid helium temperature (LHeT). Specimen was loaded in tensile mode and AE was simultaneously detected by PZT sensor of which resonance frequency was 140kHz. The AE counts at cryogenic temperatures were large compared with those at RT. The decrease of temperature bring the shift of the point, at which AE count showed rapid rise, to lower strain level. The temperature decrease also brought the increase of AE intensity. different types of AE signals were found in different fracture modes. It was confirmed that the identification of fracture mode of composite materials was possible in terms of AE analysis referring stress-strain curves.

1. 緒 言

有機複合材料はその複合の方法, 素材の選択, さらに複合様式によりほとんど任意の機械的性質を持つ材料を製作することができる。このため, 使用方法及び使用条件に応じて材料設計を行うことができ, 材料に関連した問題を解決することが比較的容易であることを意味している。

しかしながら実際の低温機器への応用を考えると, 複合材料の設計, 製作から実際の使用を行っている所は, 限られており, 使用者は製作者が設計製作した材料を使用しているのが現状である。こういった現状では, 複合材料の性質が多様性に富むことは, 逆にこの材料の使用の困難をもたらすことになる¹⁾。換言

すると, 複合材料の機械的性質が多様性に富むので, 製作者のカatalog値のみでは, 十分に材料の性質を把握しきれず, 使用者は実際の使用条件で材料を使用前に試験しているのが現状である。

複合材料の実際の使用に先立つ材料試験時に, 全面破壊の前駆現象を検出する方法が確立されれば, 破壊が起きやすい諸条件が試料を破壊させることなく実験的に把握でき, 試験の種類の限定及び試験時間の短縮が可能となり得る。また, 実際の使用中のこういった現象の検出により, 設計の限界が明らかになり, 信頼性のある構造物の製作に有用であると考えられる。さらには, 有機複合材料の破壊の微視的機構の本質を解明し, 材料設計の方面へのフィード・バックも可能となることが予想される。

ここでは、微視的破壊過程の検出方法として、in-service inspection に適している AE 法^{2,3)}を採用した。この AE 法を用いて、我々は有機複合材料の低温での機械的破壊挙動の把握を試みてきたが⁴⁻⁹⁾、ここでは特に AE の振幅分布と破壊機構の関連について報告する。

2. 実験

有機複合材料の引張試験を室温 (RT)、液体窒素温度 (LNT) および液体ヘリウム温度 (LHeT) で行い、その際の AE と機械的性質について調べた。

2.1 試料

試料は市販のガラス繊維強化エポキシである。日東

Fig. 1 Shape and size of tested specimen.

電工製ラミベールA^R, [平織ガラス布強化 (縦糸42本/inch, 横糸22本/inch), ガラス含有率62% (重量分率)] である。引張試験は布繊維の縦糸方向および縦糸方向から 45° の方向で行った。試験した試料の形状と大きさについて Fig. 1 に示した。治具と試料との間の摩擦による AE の発生を少なくするため、試料の治具装着はピン構造とした。

2.2 引張試験及び AE 測定

引張試験は万能試験機を用い、引張速度 2 mm/min で RT, LNT 及び LHeT で行った。変位は、クロスヘッドの変位から求めた。

140kHz の共振周波数を持つ AE センサー (PZT 素子) を真空グリスを介して、試料表面に押し付け法で取り付け付けた。雑音除去のために、100~300kHz のバンド・パス・フィルターを設定した。閾値レベルを 1.2V (測定機レベル30%) に設定し、増幅レベルを変化させ、AE をイベント計数法 (AE の発生数を計数する方法) 及びリング・ダウン計数法 (AE 振幅による一種の重みづけ計数法で、AE センサーからの出力のうち閾値レベル以上のものを計数する方法) の両方で計測した。

3. 実験結果及び考察

Fig. 2 Load-elongation curves of 0° oriented samples and cumulative AE count obtained at RT, LNT and LHeT.
(a) Load-elongation curves (b) Cumulative AE count obtained at 40db.

Fig. 2(a)にRT, LNT 及び LHeT で得られた縦糸方向 (以後 0° 方向とする) の材料の荷重-変位線図を示した。また(b)には試験時にリング・ダウン法で得られた AE の積算計数を変位に対して示した。AE 計測の際の増幅度は 30db である。破壊応力は RT, LNT, LHeT でそれぞれ 40 ± 3.6 , 69.8 ± 5.5 , 及び $71.0 \pm 3.9 \text{ kg/mm}^2$ であった。これは 5 または 7 試料の平均である。よく報告されているように¹⁰⁾、低温で破壊応力のみならず破壊変位も増加している様子が見て取れる。また AE の挙動も報告されているように¹¹⁾いずれの温度でも破壊直前から係数が急増しているのが分る。さらに RT の AE の積算計数は LNT, LHeT と比較して一桁程度小さい。これは、エポキシ・マトリックスが RT である程度塑性変形を示すため、試料内

に蓄えられた弾性エネルギーをAEとして放出する割合が少なくなるからと考えられる。さらにエポキシ・マトリックス分子の内部摩擦によるAEのエネルギーの吸収が起こる。このためRTのFRP中を伝搬するAEの減衰はかなり大きく¹²⁾、積算計数が小さくなると考えられる。低温における機械的性質は、LNTとLHeTとほとんど同じであるが、それを反映してAEの挙動もほとんど同一である。低温ではRTに比較してAEの計数は大きい。これは、RTに比べてマトリックスが脆くなり、AEの減衰が小さくなったのが原因と考えられる。

破壊の過程をより詳細に検討するためによく行われているように^{13,14)} AEの振幅分布と荷重-変位線図を比較した。0°方向の試料についてFig. 3にRTの結果を、Fig. 4にLNTの結果を示した。いずれも(a)が振幅分布を示しており、(b)が荷重-変位線図およびAEの積算計数である。RTとLNTにおけるAEの振幅は異なるので、増幅度を変えている。さてこれらの図であるが、試料破壊後に破壊変位を10等分し、ある変位までに発生したAEの振幅分布を(a)のように整理した。たとえば、Fig. 3(a)中、No. 9で示された分布は、破壊変位の90% (すなわち9/10の変位) までの積算振幅分布を示している。したがって、No. 9と8の振幅分布の差は破壊変位の80~90%に発生したAEを意味している。

Fig. 3の振幅分布を見てみると、破壊変位の80%までは低振幅のAEのみ発生しているが、それ以降は中振幅域のAEも発生しはじめる。これは、(b)図の積算計数の立上り点に相当している。一方振幅分布No. 10は、破壊変位の90~100%に相当するが、最大振幅域にピークを持っている。これが積算計数の急増に対応している。

またLNT(Fig. 4)では、破壊変位の40%までは小振幅のAEの発生のみであるが、50~90%では中振幅のAEが発生し、このAEが、(b)の積算計数の立上りに相当する。また振幅分布No. 10では、大振幅域に

Fig. 3 Amplitude distribution and load-elongation curve together with corresponding cumulative AE count obtained at RT in 0° direction.

Fig. 4 Amplitude distribution and load-elongation curve together with corresponding cumulative AE count obtained at LNT in 0° direction.

ピークが現れ、これが積算計数の破壊直前の急増に対応する。

それぞれの AE の原因について考察する。まず破壊直前の大振幅の AE であるが、破壊直前であること、またそのエネルギーが大きいことなどを考えると、繊維破壊に伴う AE であると推定できる。次に変位の小さい時に見られる小振幅の AE は、振幅が小さいこと、また目視による観察では変化が見られないこと、さらには発生時期が変位の初期段階であることから、エポキシ・マトリックスの微視的破壊であると予想される。さらに中振幅域の AE であるが、積算計数の立上りに相当するが、低温になると、低変位領域から発生しはじめること、また AE の積算計数の立上り直後に繊維に沿ったクラックが観察されかつこの時点では繊維の切断が観察されない (SEM 観察による) ことから⁴⁻⁷⁾、繊維とマトリックスの界面の破壊に相当すると考えられる。

Fig. 5 に RT, LNT, LHeT の破壊に到るまでの AE の積算計数振幅分布を実験の増幅度の補正を施して示した。図からも分るように、LNT と LHeT の振幅分布はほとんど変わらない。これは、Fig. 2 からも予想されることである。このように、LNT と LHeT では本質的にその機械的性質に大差がないことが AE から明らかにされた。

Fig. 6 に 45° 方向の試料についての、RT 及び LNT における荷重-変位線図と積算計数を示した。AE 計測は、40db の増幅度で行っているので、Fig. 2 との

Fig. 5 Amplitude distributions obtained at RT, LNT and LHeT in 0° direction.

Fig. 6 Load-elongation curves of 45° direction obtained at RT and LNT.

直接比較はできない。この方向の試料は繊維切断はあまり起こらず、繊維引抜を中心とした界面破壊が主な破壊モードである。この試料の破壊応力は、RT で 14.6 ± 0.54 , LNT で $24.8 \pm 1.63 \text{ kg/mm}^2$ であった。このように外部応力の負荷方向により、複合材料の機械的性質は大きく異なる。しかし共通していることは、AE 計数が RT のほうが、一桁程度小さいこと、界面破壊が始まると (これは荷重-変位線図の折れ曲り点に対応していると考えられる) AE の計数が、急増することである。

Fig. 7 に RT における 0° および 45° 方向の試料の破壊直前の AE の発生の様子について示した。いずれも増幅度は 30 db である。この図の縦軸は AE の振幅を示しており、横軸は時間を変位に換算して示している。45° 方向の試料は、0° 方向の試料に比較してはやい時期から大振幅の AE が発生していることが分る。さらに、図中矢印で示した時点が、荷重-変位曲線の下向になる時点すなわち積算計数の急増点に対応している。この時点以降から界面破壊が顕著になっていくのであるが、それに対応して AE も高い振幅のものが多くなっている。これは、界面破壊及び界面破壊後の繊維とマトリックスの摩擦による AE であると考え

Fig. 7 AE behavior of 0° and 45° samples in event mode just before breaking at RT.

られる。一方 0° 方向の試料は、破壊直前のみに大振幅の AE が発生する¹⁵⁾。AE 法による破壊モードの同定が、可能であることが分る。

Fig. 8 に 0° 方向及び 45° 方向の試料の引張試験中の AE の振幅分布を示した。それぞれの試験における増幅度が異なるので直接の比較はできないが、増幅度を考慮して振幅分布を示してある。RT では 45° 方向の試料の方が、振幅の高い AE は多い(これは Fig. 7 と一致している)。この図では、繊維方向の試料の大振幅の AE は必ずしも正確に示されていない。これは、測定時にオーバー・スケールした AE を大振幅の AE としたためである。しかしながら、振幅分布の傾は、方向によらず RT 及び LNT でそれぞれ等しく、同じメカニズムで発生した AE であることを意味している。すなわち中程度の振幅を持つ AE は界面破壊に起因する AE であることを示唆している。

4. 結 論

有機複合材料の引張試験を室温及び低温で行い、その際の AE と機械的性質を比較することにより次の事

Fig. 8 Amplitude distributions obtained in 0° and 45° oriented specimens at RT and LNT.

柄が明らかになった。

(1) 低振幅域の AE は試験の初期に発生し、これはエポキシ・マトリックスの微視的破壊に起因するものである。

(2) 最初の AE 積算計数の立上りは、中程度の振幅の AE に起因し、これは、繊維とマトリックス間の界面の破壊に起因する。

(3) 破壊直前の大振幅の AE は 0° 方向の試料では繊維破断により、 45° 方向の試料では、繊維とマトリックスの摩擦による。

なおこの論文は、1983年コロラド・スプリングスで行われた、CEC-ICMC に投稿された論文を訂正、加筆したものである。またこの研究の一部は科学研究補助金60050044の補助を受けて行ったものである。

参 考 文 献

- 1) M. B. Kasen: *Nonmetallic Materials and Composites at Low Temperatures* 2, G. Hartwig and D. Evans eds., Plenum Press, New York (1982) 327
- 2) H. Fuchs: *Nonmetallic Materials and Composites at Low Temperatures* 2, G. Hartwig and D. Evans eds., Plenum Press, New York (1982) 57
- 3) 関根英樹, 藤田 淳, 穴山 武: 低温工学 20

(1985) 95

- 4) T. Nishiura, S. Nishijima, K. Katagiri et al.: *Proc. ICEC-9* (1982) 278
- 5) T. Nishiura, K. Katagiri, S. Owaki, T. Okada: *Cryogenics* 24 (1984) 392
- 6) S. Nishijima, T. Okada, S. Namba: *Adv. Cryo. Eng.* 30 (1984) 25
- 7) S. Nishijima, T. Okada, S. Namba: *Non-metallic Materials and Composites at Low Temperatures* 3, G. Hartwig and D. Evans eds., Plenum Press, New York (1986) 177
- 8) 西嶋茂宏, 岩崎博昭, 岡田東一, 藤岡耕治, 倉岡泰郎: 低温工学 21 (1986) 19
- 9) S. Nishijima, T. Okada, S. Namba: *Adv. Cryo. Eng.* 32 (to be published)
- 10) M. B. Kasen: *Cryogenics* 15 (1975) 32
- 11) H. T. Hahn, R. Y. Kim: *J. Comps. Mater.* 9 (1975) 297
- 12) M. Fuwa, A. R. Bunsell and B. Harris: *J. Mat. Sci.* 10 (1975) 2062
- 13) H. Otsuka and H. A. Scarton: *J. Compos. Mater.* 5 (1981) 591
- 14) 大塚裕光: 日本複合材料学会誌 10 (1984) 102
- 15) F. H. Chang, D. E. Gordon and A. H. Gardner: *ASTM-STP* 636 (1977) 57