研究論文

R-RIM 材の CTOD による弾塑性破壊靱性の研究

鈴木 恵*, 中西 博**, 岩本正治***, 荒木 榮敏****

宗村 了†, 中西 晟††

(1983 年 12 月 5 日 受付)

A Study of Elasto-Plastic Fracture Toughness of R-RIM Materials by CTOD

M. SUZUKI,* H. NAKANISHI,** M. IWAMOTO,*** S. ARAKI,****
S. MUNEMURA† and A. NAKANISHI††

(Received December 5, 1983)

The method to determine the stable crack initiation point of R-RIM polyurethane by three point bending test is proposed and the value of crack tip opening displacement at this point is studied by using the relation between the rotational factor and the crack tip displacement with a concept of fracture mechanics. The critical crack tip opening displacement can be confirmed by continuous observation of the crack blunting and the following stable crack growth processes. It is found that critical value for specimen with the fiber weight content of ten percent is larger than that of zero percent, and the critical value for specimen with void content of sixteen percent is larger than those of three and ten percent. The results can be explained by an increase of the deformation in resin part due to the fiber reinforcement at the crack tip and the ductile deformation in resin part between the notch and the voids.

1. 緒 言

繊維強化反応射出成形 (reinforced reaction injection molding, 以後 R-RIM と略称) ポリウレタン材は、他の FRP と比較して製品形状の自由度が大きく、一体成形が可能であるという利点をもっている。自動車部品として使用されている。それゆえ、剛性の向上、金属と共用するために線膨張係数の減少、および耐衝撃性の改善などについて研究が行なわれている¹⁻³⁾。しかし、

本材料を機械材料として使用するときは、破壊力学的研究が必要となってくるが、いまだ破壊靱性に関する研究は少ないようである。

材料の破壊靱性を評価するには、その材料が線形弾性体であれば、線形破壊力学が適用されるが、本材料では応力-歪関係の線形域が狭く、そのほとんどの領域は非線形となるため非線形破壊力学 (弾塑性破壊力学) が適用されている⁴⁾。弾塑性破壊力学による破壊靱性の評価に用いられているパラメータの一つとして CTOD がある。この CTOD は最高荷重 (破壊発生) 点の亀裂先端の開口変位を破壊条件とするものであるが、破壊の発生現象を一つの量で示すため、厳密な物理的根拠を有していないという批判もある⁵⁾。しかしながら、この手法により求めた CTOD が弾塑性体 (大規模降伏状態) において、荷重の種類や寸法効果の影響を受けない材料定数としてその有効性も報告されている⁶⁾。従来、CTOD による破壊靱性には、Wells⁷⁾ の手法が用いられてきたが、不安定破壊の発生に先立って安定破壊が生ずるときは、これを考慮に入れて破壊靱性値を求める必要がある。たとえば、金属の場合、亀裂先端の塑性鈍化によって形成されるストレッチゾーンの打切り点を安定破壊開始点として、この点の CTOD を破壊靱性値にするという報告

*-*** 京都工芸繊維大学工学部 機械工学科 (606 京都市左京区松ヶ崎御所海道町)

Dept. of Mech. Eng., Fac. of Eng. & Des., Kyoto Institute of Technology, Matsugasaki-goshokaido-cho, Sakyo-ku, Kyoto 606, Japan

* 教授 Professor, ** 助教授 Associate Professor, *** 助手 Assistant

**** 京都工芸繊維大学大学院学生 Graduate Student, Graduate School, Kyoto Institute of Technology

†, †† セントラル硝子 (株) 松阪研究所 (515-03 三重県多気郡明和町)

Matsuzaka Res. Lab., Central Glass Co. Ltd., Meiwa-machi, Taki-gun, Mie 515-03, Japan

† 次長 Vice-Director, †† 研究員 Researcher

がある⁸⁾。しかし、本材料は金属の場合に比べ破壊の様相が異なり、ストレッチゾーンや打ち切り点が見にくいため、安定亀裂進展開始点の CTOD を何らかの方法で求め、これを破壊靱性と考える必要がある。

そこで、本研究では供試材の破壊靱性を CTOD により評価するために、安定破壊開始点の COD* 値を求める手法を提案し、その方法により得た COD* 値より換算した CTOD* 値が材料内の繊維含有率、空孔率などの組織因子によりどのような影響を受けるか研究する。

2. 実 験

2.1 供試材と試験片の形状と寸法

本実験で使用した R-RIM ポリウレタン材は、イソシアネートに発泡剤 (比重 1.60) を適量加えたものと、ポリオールに繊維直径 13 μm 、平均繊維長 0.1 mm のミルドファイバを所定の量加えたものを、1対1の割合で型温 60°C の密閉金型中に射出・混合により反応させて成形した後にアフターキュア (120°C の恒温炉中で1分間静置) したものである。ここに、イソシアネートは三井日曹ウレタン社製 MDI-CL-02 (比重 1.22 (25°C))、ポリオールは三井日曹ウレタン社製 CM-29 (比重 1.07 (25°C))、ミルドファイバはセントラルグラスファイバ社製 (不連続ガラス繊維、縦弾性係数 73 GPa、引張り強さ 3.4 GPa、比重 2.54) を用いた。供試材の板厚はすべて 10 mm で、繊維重量含有率は 0、10% の2種類である。以後、これらを F0, F10 試料と呼ぶことにする。これらの試料の機械的性質を Table 1 に示す。ここに、機械的性質を求める試験片は、その長手方向を射出方向にとったが、空孔の分布が同一成形板で一様でないことがわかったため、同一成形板内の任意の位置を選び数枚とった。表の値はそれらの試験片の結果の平均値である。また、三点曲げ試験片の形状と寸法を Fig. 1 に示す。試験片の切欠きは、すべて 10 mm で最初の 8 mm をファインカッターにより、その先の 2 mm をかみそり刃で入れた。一般に金属の場合は切欠き先端をナチュラルクラックとするため疲労亀裂を入れるが、複合材料の

場合は繊維の存在によって亀裂前縁は複雑な様相を示すので、かみそり刃による切欠きをナチュラルクラックとした。

2.2 実験方法

2.2.1 実験装置

実験は $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 、 $60 \pm 5\%$ RH の恒温恒湿室中で島津オートグラフ IS-10T 形試験機を使用し、三点曲げ試験を行なった。荷重 P はオートグラフのロードセルにより、またクリップゲージ用のナイフエッジ先端間距離 V_g は三点曲げ試験片の切欠き開口端にクリップゲージを装着して測定した。負荷速度は一定の 1 mm/min にし、 P と時間、 V_g と時間を X-T 記録計によりそれぞれ記録し、両図から P - V_g 関係を求めた。

2.2.2 CTOD と回転係数 r の測定

一般に、CTOD の測定は回転中心の概念を用いる。Fig. 2 において、回転係数 r は次式で与えられる。

Fig. 1 Shape and dimension of three point bending test specimen.

Fig. 2 Schematic representation of CTOD in bending test.

Table 1 Mechanical properties of specimens.

Fiber content (%)	Elastic modulus E (GPa)	Proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation (%)
0	0.6	6	23	81
10	0.9	7	24	49

Test condition : 8.3%/min ; $20 \pm 2^\circ\text{C}$, $60 \pm 5\%$ RH.

$$r = (x - a) / (w - a) \quad (1)$$

ただし、 x は回転中心と切欠き開口端の距離、 a は切欠き長さ、 w は板幅、なお図中の COD は切欠き開口端の変位を示す。この r は金属の場合、変形が進むにつれて増加するが、最終的には一定値になるということが報告されている⁹⁾。この一定になった r を用いて、Fig.2 よりクリップゲージによって測定された V_g を用いると、CTOD は

$$\text{CTOD} = V_g / \{1 + (z + a) / r(w - a)\} \quad (2)$$

で求めることができる。ここに、 a は切欠き長さ、 w は板幅、 z はナイフエッジの高さである。

しかし、本供試材では破断に至るまで r が一定になるか不明のため、上述の方法を用いることはできない。そのため、Fig.3(a) に示すように試験片の切欠きの左右に一对の印を開口端から亀裂先端付近まで数組つけ無負荷から負荷中における印の移動を 10 数枚の写真に撮り、このネガを万能投影機で約 20 倍に拡大し、各組の間隔を測定することにより変位を求める。次に、Fig.3 (b) に示すように、この変位を縦軸に試験片上の印の位置を横軸にとり、各プロット点を直線で結ぶと外挿的に CTOD が得られ、回転係数 r も求められる¹⁰⁾。

2.2.3 空孔率の測定

本供試材はその組織中に発泡剤により形成された空孔を含んでいる。別途の測定において、同一成形板中では繊維重量含有率は一定であることを確かめたが、空孔の分布状態は場所によって異なることがわかった。そこ

で、空孔の分布状態を知る必要がある。それには、同一成形板中で母材のポリウレタンの比重、繊維重量含有率はともに一定であるから、各三点曲げ試験片の比重を測定すれば空孔の分布状態がわかる。したがって、成形板より切り出した比重一定の試験片を準備し、次にこれらの試験片の空孔の体積割合すなわち空孔率 $\phi\%$ を JRS-XXK-6701 規格により次式を使用して求めた。

$$\phi = 100 - \rho_0 \{a_g / \rho_g + (100 - a_g) / \rho_r\} \quad (3)$$

ここで、 ρ_0 は三点曲げ試験片全体の比重、 a_g は繊維重量含有率、 ρ_g はミルドファイバの比重、 ρ_r はポリオール、イソシアネート、発泡剤の混合比によって求めたポリウレタンの比重である。このように準備した試料のなから、F0 材については比重約 1.12、F10 材については比重約 1.15、1.07、および 1.00 のものを選び、それらの各試料の空孔率を(3)式により算出したところ、F0 材では 3%、F10 材では 3、10、16% であった。それゆえ、以後は繊維重量含有率とともに空孔率も付記し、上述の試料を F0-3、F10-3、F10-10 および F10-16 材と呼ぶことにする。

3. 実験結果と考察

3.1 $P-V_g$ 曲線と亀裂進展の様相

Fig.4(a) に F10-3 材の $P-V_g$ 曲線の一例を示す。曲線上の突起は切欠き部の写真撮影を行なったときにオートグラフのマーカ装置によりつけたものであり、Fig.4 (b) の番号は $P-V_g$ 曲線のマーカにて示す位置の番号に対応している。図中の切欠き先端の黒丸は亀裂進展の様相を見やすくするためにつけたものである。亀裂進展の様相の観察結果を次に述べる。

無負荷の状態から①の状態まで切欠き先端には何ら変化は見られない。②の状態では亀裂の進展は見られないが、切欠き先端でわずかに白化が見られる。③の状態ではこの白化域が成長しており、④の状態に至ってかなり明瞭に白化域が見られる。③と④の状態を比べると、切欠き先端が鈍化しているか安定亀裂が発生しているようである。 $P-V_g$ 曲線の傾きがゆるやかになり始める⑤の状態においては、明らかに安定亀裂が切欠き先端の左側に現われている。⑥の状態になると、安定亀裂は少し成長するとともに白化域も亀裂先端で広がっている。⑦は $P-V_g$ 曲線の最大荷重点での亀裂先端の状態であり、亀裂観察のためにつけた黒丸を突き抜けて安定亀裂が進展している。さらに、 V_g が増加し安定亀裂が進展し続けると亀裂先端の白化域は拡大していく傾向がある。この亀裂先端に現われた白化域は、金属の場合の塑性域に相

Fig.3 Schematic representations for (a) measuring CTOD of bending test specimen and (b) determining r and CTOD by extrapolation.

Fig.4 $P-V_g$ curve and the crack growth patterns at notch tip for F10-3 material.

Fig.5 The relation between CTOD and COD for specimens.

当し、母材と繊維との剥離によって生じたものと考えられる。これらの写真では現われてないが、亀裂先端の斜め下方からの観察によると、亀裂先端に現われたガラス繊維が亀裂進展によって引き抜かれる状態がわかる。

また、F0-3材の $P-V_g$ 曲線はF10-3材のそれとあまり変わらないが、F10-10材、F10-16材の $P-V_g$ 曲線では、空孔率の増加により P_{max} が減少し、 P_{max} のときの V_g は増加する傾向にある。

3.2 安定亀裂進展開始点のCOD*の定義

写真測定により求めた各試料の V_g -COD曲線には線形関係があることが確かめられた。また、Fig.2, 3(b)

からCTODとCODの間には切欠き先端の鈍化、亀裂の進展のいかんにかかわらず関係があるように思われた。したがって、直接測定可能なCODを用いて安定破壊開始点を求めCTODに換算した。その換算に使用したF0-3材とF10-10材のCTOD-COD曲線例をFig.5(a), (b)に示す。

次に、安定破壊開始点を求めるのに回転係数 r に着目する。前述のように、本試料の安定破壊開始点は明らかでなく、亀裂進展速度はFig.4(a)に示すように非常にゆるやかである。したがって、Fig.6に示すように、切欠き先端が鈍化しているときの r はばらつきがある

Fig.6 Schematic representation of the relation between r and COD, and the states of rotational center, where (a) blunting model and (b) crack growth model.

が一定値を保つと考えられる領域（図(a)の鈍化モデルで示される区間）と、亀裂が進展するにつれて r が増加すると考えられる領域（図(b)の亀裂進展モデルで示される区間）とが予測される。これより、 r -COD 関係を求めれば、切欠き先端が鈍化している間の直線と亀裂が進展しているときの直線の傾きに差が現われ、 r -COD 関係は折れ曲がる。この折れ曲り点を安定亀裂進展開始点と定義し、この点の COD を以後 COD* と呼ぶことにする。

3.3 COD* 値の決定法の提案

Fig.7 は各試料の r -COD 関係図である。COD 値が小さいときは、プロット点にばらつきがみられ、COD 値が大きくなると、 r -COD 関係は直線で示される。この r -COD 関係図をよくみると、 r -COD 関係は折れ曲がっているように思われる。金属材料の場合、実用上 $r=1/3$ としての COD* 値が用いられているが¹³⁾、FRP の場合は明確なものがない。それゆえ、 r -COD 関係図の折れ曲り点の COD* 値を求める次の方法を提案する。

1) 弾塑性破壊力学の J 積分は、荷重-変位曲線の最高荷重点まで使用でき除荷過程を含まないとしているが、COD については明確でない。したがって、 P - V_g 曲線、 V_g -COD 関係を使用して、最高荷重点後でも r 、COD 値を求めて r -COD 関係図にプロットし直線近似する。

2) 最高荷重点での COD 値の 20% 以下の COD 値は測定精度のため、また r が 0.1 以下は誤差範囲とし¹²⁾、これらの領域を無効領域とする。

3) 直線近似した点と無効領域にある点を除き、それ以外の点の平均値、最大値、最小値を求め、それらの値を通り横軸に平行な直線を引き、それらの直線と近似直線との交点をそれぞれ COD* 値、上限値、下限値とする。

この提案により求めた COD* 値とその上限値、下限

値を Table 2 に示す。

3.4 COD* 値と組織因子との関係

前述の実験は COD* を写真より求めたが、切欠き前縁の安定亀裂進展状況を観察するには、クリップゲージの変位 V_g を使用するほうが容易である。したがって、COD 値を V_g に換算して V_g により実験したが、次の図の説明には COD 値で示した。

Fig.8 は F0-3 材の亀裂先端の様相を示す。図(1)は COD 値が COD* 値より下のもので切欠き先端に微小亀裂はなく、切欠き先端の塑性鈍化過程のようである¹³⁾。図(2)は COD* 値より約 0.1 mm 大きい COD 値のもので、明瞭に微小亀裂の進展がみられる。図(3)は COD 値が COD* 値の上限値付近のものである。亀裂が進展しているのがよくわかる。図(4)は P - V_g 曲線での最高荷重点のものである。

Fig.9 は F10-10 材の亀裂先端の様相を示す。図(1)は COD 値が COD* 値と下限値の中間付近のもので、切欠き先端に微小亀裂はみられず、塑性鈍化過程のようである。図(2)は COD 値が COD* 値のやや上のもので、微小亀裂が進展しているのがわかる。図(3)は COD 値が上限値近くのもので亀裂の進展の様相が明瞭に観察される。図(4)は P - V_g 曲線での最高荷重点のものである。

これらの観察結果より、両材とも COD* 値で安定亀裂の進展が開始すると考えてもよいようである。しかし、COD* 値は Fig.2 に示すように、切欠き長さ、試験片寸法などにより影響を受けるので、COD* 値を CTOD* 値に換算し、Table 2 にあわせて示す。

次に、この CTOD* 値と組織因子との関係を考察する。F0-3 材と F10-3 材の CTOD* 値を比較すると、F10-3 材の CTOD* 値のほうが F0-3 材のそれより大きく、空孔率が同じで繊維重量含有率が 10% 程度大きくなると、CTOD* 値は大きくなるようである。これは、

(a) F0-3 material

(b) F10-3 material

(c) F10-10 material

(d) F10-16 material

Fig.7 The relation between r and COD of specimens.

Table 2 Values of COD*, CTOD*, and their upper and lower ones.

Specimen	Void content (%)	COD* (mm)	Lower value (mm)	Upper value (mm)	CTOD* (mm)	Lower value (mm)	Upper value (mm)
F0	3	0.93	0.61	1.49	0.16	0.09	0.29
F10	3	1.17	0.77	1.48	0.21	0.14	0.30
	10	1.16	0.75	1.47	0.21	0.12	0.29
	16	1.27	1.06	1.57	0.27	0.21	0.34

次のように考えられる。すなわち、空孔率が同じで繊維含有率が異なる切欠きのある両材の P -COD 曲線を比較すると、安定亀裂が発生する荷重は、F10-3 材がおおよそ 169 N で、F0-3 材のおおよそ 143 N より大きく、COD* も大きい。このことは、繊維が樹脂を強化して、亀裂進展開始を遅らせたことを意味し、これが結果的に CTOD* 値を大きくさせたものと考えられる。

さらに、F10 材で空孔率の CTOD* 値への影響をみ

ると、F10-3 材と F10-10 材では CTOD* 値、その上限値、下限値にあまり差異は見られないが、F10-16 材はこれらの試料に比べいずれの値も大きくなり、空孔率が 16% 程度では CTOD* 値は増加するようである。ここで、繊維重量含有率が同じ条件下で、空孔数が同じで空孔率が増加すると空孔直径が大きくなり、空孔間距離は減少する。また、空孔直径が同じで空孔数が増加するときも空孔間距離は減少する。このように、空孔間距離が

Fig.8 Crack growth patterns at crack tip of F0-3 material.

Fig.9 Crack growth patterns at crack tip of F10-10 material.

減少すると、切欠き先端と空孔間距離も減少し、それに伴いその間の塑性拘束¹⁴⁾も小さくなり、局所変形¹⁵⁾が大きくなる。したがって、空孔率が16%になるとCTOD*値が大きくなったものと考えられる。

4. 結 言

破壊力学の概念による r -COD 関係図を用いて、R-RIM ポリウレタン材の三点曲げ試験において安定破壊開始点を求める方法を提案した、その安定破壊開始点でのCTOD値を求め、本材料の弾塑性破壊靱性CTOD*値とした。そのCTOD*値と組織因子との関係を考察した結果、次の知見を得た。

- (1) 繊維重量含有率10%の試料のCTOD*値は、0%の試料のそれより大きい。
- (2) 繊維重量含有率10%の試料で、空孔率とCTOD*値との関係は、空孔率3%の試料のCTOD*値は10%のそれと差異はなかった。しかし、空孔率16%の試料のCTOD*値はそれらより大きい。

これらの結果は、亀裂先端の繊維強化による亀裂進展阻止効果により、また切欠きと空孔間の樹脂の局所変形の増大により説明できた。

おわりに、本研究を行うにあたりご協力いただいた本学大学院学生田中 信和(現在、小松製作所)、学部学生吉岡 広貴(現在、東洋工業)の両君、ならびに試料をご提供くださったセントラル硝子(堺松阪研究所)に深く謝意を表します。なお、本研究の一部に昭和57年度文部省科学研究費一般研究(B)の助成を得たことを付記し感謝します。本研究は日本機械学会関西支部秋期大会講演会(昭和58年11月12日)で講演した。

参 考 文 献

- 1) 横野 中, 飯田 誠, 後藤昌生, 宮野 靖: 材料, **32**, 356 (1983), 503.
- 2) 吉田重雄: 高分子, **32**, 6 (1983), 420.
- 3) 鈴木 恵, 中西 博, 岩本正治, 荒木栄敏: 材料, **33**, 364 (1984), 79.
- 4) 鈴木 恵, 中西 博, 岩本正治, 中島雄治, 荻野 淑: 日本機械学会講演論文集, No. 810-11 (1981), 56.
- 5) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司郎: 機械の研究, **30**, 11 (1978), 1269.
- 6) 金沢 武, 町田 進, 糸賀興右, 土屋秀典: 日本造船学会論文集, 第131号 (1972), 345.
- 7) A.A. Wells: *Br. Weld. J.*, **10** (1963), 855.
- 8) 金沢 武, 町田 進, 工藤純一: 日本造船学会論文集, 第138号 (1975), 471.

- 9) T. Ingham, G.R. Egan, P. Elliott & T.C. Harison: *Practical Application of Fracture Mechanics to Pressure-Vessel Technology*, The Institution of Mechanical Engineers (1971), p. 200.
- 10) 鈴木 恵, 岩本正治, 前岡 正: 日本機械学会論文集, 47, 413 (1981), 10.
- 11) 金沢 武, 越賀房夫: 脆性破壊 2=破壊じん性試験, 培風館 (1977), p. 68.
- 12) 金沢 武, 町田 進, 荻原行人: 日本造船学会論文集, 第132号 (1972), 361.
- 13) 鈴木 恵, 中西 博, 岩本正治, 田中信和, 橋本晃: 日本機械学会講演論文集, No. 834-2 (1983), 70.
- 14) 山本善之, 堀 幸夫: 固体力学Ⅲ, 岩波講座 (1973), p. 406.
- 15) 青木 繁, 岸本喜久雄, 竹谷昭彦, 坂田 勝: 日本機械学会講演論文集, No. 830-9 (1983), 211.