研究論文

炭素繊維単繊維試料の引張り荷重-伸び挙動

温品 恭彦*, 松井 醇一**, 伊藤 基**

(1989 年 1 月 10 日受付)

On the Tensile Load to Elongation Response of Carbon Fibre Single Filament Samples

Y. NUKUSHINA,* J. MATSUI** and M. ITOH**

(Received January 10, 1989)

Tensile modulus of elasticity for unidirectional carbon fibre composites increases proportionally with increasing stress (or strain). This phenomenon has been known as a stress stiffening effect. In the present paper tensile load to elongation response for carbon fibre single filament samples was studied precisely by a mechanical measurement technique. It was found that the stress induced stiffening effect is intrinsic characteristics of the carbon fibre.

1. 緒 論

炭素繊維および炭素繊維を一方向に配列した樹脂複合材料に引張り応力を加えたとき、引張り弾性率が応力の増大（あるいは伸びの増大といっても同じであるが）とともに大きくなることが知られている。炭素繊維マルチフィラメント糸の構成単位の単繊維について Curtis らおよび Beetz ら、マルチフィラメント糸にエポキシ樹脂を含浸したあと加熱して硬化させた細い棒状の複合材料（樹脂含浸ヤーンとよぶことにする）について温品らおよび Hughes、一方向配列複合材料について van Dreumel らおよび石川らによって報告されている¹⁻⁶⁾。また日本工業規格 JIS R7601-1986 炭素繊維試験方法およびドイツ工業規格 DIN/LN 29965 Kohlenstoffasern, Kohlenstoffgarne, Technische Lieferbedingungen では、樹脂含浸ヤーン試料を用いた引張り試験における引張り弾性率の計算を行なうにあたり、この特性を考慮して伸びまたは応力の範囲を規定している。

樹脂含浸ヤーンおよびプリプレグを積層して成型した一方向配列複合材料は、単繊維の屈曲、偏角、旋回による配列の乱れは避けることができず、このような乱れの

程度が応力によって変化するために弾性率が大きくなると考えることもできる。この点を解明するため本研究では単繊維試料について、力学的手段によって精密に荷重と伸びの関係を調査し、配列の乱れの要素を排除した場合の炭素繊維の弾性率の応力依存性を明らかにした。

単繊維を試験片に用いて引張り試験を行なう場合には、伸び計を試験片に取り付けることができないため、伸びはクロスヘッド移動量をシステムコンプライアンスで補正して求めるのが普通である⁷⁾。しかし本研究の目的とする弾性率の伸び依存性の調査のためには、精度の点で適用できない。Curtis らは 0.75 MHz の音波伝播から弾性率を求め、試験片に加えられた応力と弾性率の関係を報告している。この実験では弾性率の異なる 2 種類の PAN 系炭素繊維 Type I (2,600°C 熱処理品) および Type II (1,500°C 熱処理品) を用い、引張り荷重を 0.1 gf から 6 gf まで変化させて弾性率を測定した。両方の試料について 0.1 gf から 2.5 gf までは急激に弾性率が高くなり、2.5 gf から 6 gf の間では荷重に比例して単調増加することを認めている。荷重の大きさによって 2 段階の変化を示すことに対して、2.5 gf 以下の初期部分は結晶の転位、2.5 gf 以上の比例部分に配向の変化によると推察している⁸⁾。また Ruland らは X 線回折によって応力負荷による微細構造の変化を調査し、弾性率が高くなる理由を推察している⁹⁾。Beetz らは、PAN 系 “Thornel” 300 およびメソフェーズピッチ系 “Thornel”-P55, -P100 を試料に用い、動的歪変調法 (Dynamic strain modulation technique) によって振動数 1 Hz か

* 滋賀女子短期大学教授 (520 大津市竜ヶ丘 24-2) Professor, Shiga Women's Junior College, 24-2, Tatsugaoka, Otsu 520, Japan

** 東レ(株) ACM 技術部 (103 中央区日本橋室町 2-2-1) Toray Ind., Inc. ACM Technology Dept., 2-2-1, Nihonbashi-Muromachi, Chuo-ku, Tokyo 103, Japan

Table 1 Details of carbon fibre samples.

Manufacturer	Brand name	Type	Filament number	Tensile strength at failure (kgf/mm ²)	Tensile modulus of elasticity (kgf/mm ²)	Ultimate percentage elongation at failure (%)
Toray Industries	"Torayca"	T300	3000	388	24000	1.6
		T400	6000	453	25500	1.8
		T800	12000	572	29700	1.9
		M46	6000	242	46000	0.5
Hercules	"Magnamite"	AS4	6000	442	25500	1.7
		IM6	12000	559	29000	1.9

Tensile properties were measured with resin impregnated yarn specimens according to JIS R7601-1986. "Bakelite" ERL4221-BF₃・MEA resin system was used for impregnating the yarn.

ら 15 Hz の間で弾性率を測定した。Beetz らの得た結果は、3 種類の試料のすべてについて 0.5 gf までのごく初期に急激な立上りがあるが、0.5 gf 以上では荷重と弾性率の間に比例関係が成立する。Curtis らの場合と挙動は似ているが、荷重と弾性率の関係の変曲点が低荷重側に存在することおよび初期の立上りは結晶の転位では説明がつかないことを述べている²⁾。

本研究では、伸びを光学式非接触型長さ計を用い、炭素繊維の荷重と伸びの関係を機械的な方法によって測定し、弾性率に対する伸び（および応力）の影響を明らかにした。また樹脂含浸ヤーン試料との比較を行ない、配列の乱れの効果について考察した。

2. 実 験

2.1 試 料

本研究は PAN 系炭素繊維 6 種類を用いて行なった。試料の明細を Table 1 に示す。表の値はマルチフィラメント糸（単繊維が 3,000 本、6,000 本および 12,000 本集合した繊維束）を用い、繊維含浸ヤーン法によって測定した。試験方法は JIS R7601-1988 に従った。

単繊維試験片のサンプリングのためにはサイジング剤の付着していない試料が必要である。サイジング剤の除去は、試料を濃硫酸中に室温下で 50 時間浸漬したのち水洗して行なった。

2.2 試験装置

荷重-伸び関係の測定は、前報と同様に光学式非接触型長さ計とテンション引張り試験機を組み合わせた装置を用いた²⁾。前報と異なる点をあげると、ロードセルは東洋ボールドウィン社製 TLU-0.10 LF（容量 100 gf）、チ

Fig. 1 Schematic drawing of principal parts of the tensile tester.

ャックは小型のバネ作動式の Instron 社製 Fiberclamp 2711-010 を用いた (Fig.1).

2.3 試験方法

2.3.1 引張り試験

引張り試験は、次のように行なった。

(1) 繊維束から無作為に採取した長さ 1,000 mm の単繊維 1 本を試験片とし、引張り試験機の上下のクラン

ブでつかむ。

(2) 試験片に幅 5 mm, 長さ 10 mm の粘着紙を貼り, 長さ読取りの標点とする。標点の粘着紙は, 試験片の上下 2 カ所に所定の試長の距離を離して貼る。

(3) 引張り試験機を駆動し, 試験片を毎分 4 mm の速度で引張る。荷重が 0.3 gf に達すると駆動を停止し, この状態で標点間長さを測定する。

(4) 荷重を 0.3 gf きざみに段階的に試料の破壊荷重の約 80% まで増加し, 各荷重下の標点間長さを測定する。このようにして負荷側の荷重-伸び関係を求める。

(5) 次に荷重を 0.3 gf きざみに段階的に減少し, 各荷重下の標点間長さを測定し, 除荷側の荷重-伸び関係を求める。

ただし“トレカ” M46 は破断伸びが 0.5% と小さいため, 荷重 0.3 gf きざみでは測定点数が少ない。この試料に限り荷重間隔を 0.2 gf とした。

試長は, とくに規定しない場合 900 mm とした。荷重-伸び関係の試長依存性を調べるため, 試長 330 mm, 450 mm および 650 mm の実験を行なった。

荷重-伸び関係は, 負荷側と除荷側の 1 往復について測定したが, 繰返しの効果をみるため同一試料を用いて 4 往復の負荷と除荷の実験を行なった。

2.3.2 単繊維の断面積の測定

単繊維の断面の測定は, JIS にしたがって次のように行なった。

(1) 試料の繊維束の単位長さ当り質量, 密度および繊維束を構成する単繊維の本数から, 次式によって計算で求める。

$$A = \frac{t}{d} \cdot \frac{1}{f} \cdot 10^9 \quad (1)$$

ここに,

A は単繊維の平均断面積 (μm^2)

t は試料繊維束の単位長さ当り質量 ($\text{g}/1,000\text{mm}$)

d は試料繊維束の密度 (g/cm^3)

f は試料繊維束を構成する単繊維の本数の公称値

この方法は, f が既知であり, 単繊維の断面積のばらつきが小さい場合に適用できる。

(2) 単位長さ当り質量は, 試料がまっすぐになる程度の荷重 (約 100 gf) を吊した状態で, 直定規を用いて $1,000 \pm 1\text{mm}$ の試験片を片刃ナイフで切り取り, 0.1 mg の桁まで秤量して測定した。同一試料から 3 個の試験片について測定し, その平均値を t とした。

(3) 密度は, 単位長さ当り質量を測定した試験片を用い, $23 \pm 3^\circ\text{C}$ における α -ジクロロベンゼン中の質量を測

定し, 空気中の質量と液中の質量の差および液の密度から算出した。3 個の測定値の平均値を d とした。

2.3.3 単繊維の断面積のばらつきの測定

単繊維の断面積のばらつきを調べる目的で, 次の方法によって断面積を測定した。しかし, この測定は二, 三の試料についてのみ行なった。

(1) 断面の走査電子顕微鏡写真をイメージアナライザーによって処理する方法

単繊維 50 本ないし 100 本をエポキシ樹脂 (リファインテックス社試料埋込用) に包埋し, 顕微鏡観察試料作製用自動研磨器を用いて研磨する。その表面に炭素を蒸着したのち電界放射走査電子顕微鏡 (日立製作所製 S-800 型) によって, 加速電圧 25 kV で単繊維断面の写真を撮影する。写真は 2,000 倍にプリントし, この写真をイメージアナライザー (Cambridge Instrument 社製 Quantiment 900) によって処理し, 個々の単繊維の断面積を求める。

(2) 自励振動を起こす振動数と密度から算出する方法
一端に質量 W の荷重を吊した長さ L の繊維試験片に自励発振系を形成することによって, 固有振動数 F を求めることができる。試験片の単位長さ当りの質量 t は, L , W および F から次式によって算出する。

$$t = \frac{W}{L^2 \cdot F^2} \quad (2)$$

この方法は, 天然繊維および合成繊維の t を求めるために広く用いられており, 炭素繊維への応用例もある⁹⁾。

t と密度 d が与えられると, 試験片の断面積は t/d として求めることができる。本研究では“トレカ” T300 について, Denicom DC-2B 型 (旭光精工社製) によって $L=25\text{mm}$, $W=50\text{mg}$ で F を測定し, d は繊維束について得られた $1.78\text{g}/\text{cm}^3$ を用いて断面積を算出した (単繊維試験片の密度ではなく, サンプルの母体の繊維束の密度を使用した)。

2.3.4 引張り弾性率の計算

引張り弾性率は, 荷重-伸び関係において, ある荷重 P_i (たとえば 1.5 gf) に対し 0.45 gf 大きい荷重 $P_{i+0.45}$ (1.95 gf) および 0.45 gf 小さい荷重 $P_{i-0.45}$ (1.05 gf) における伸び $\varepsilon_{i+0.45}$ (Table 2 の場合 0.196%) および $\varepsilon_{i-0.45}$ (0.084%) を求め, 次式によって計算し, 荷重 P_i および伸び ε_i における弾性率 E_i とした。

$$E_i = \frac{\Delta P_i}{\Delta \varepsilon_i} \cdot \frac{1}{A} \quad (3)$$

ここに,

E_i は荷重 P_i および伸び ε_i における引張り弾性率

Fig. 2 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "Torayca" T300 fibre.

Fig. 3 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "Torayca" T400 fibre.

(kgf/mm²)

ΔP_i は荷重 $P_{i-0.45}$ と $P_{i+0.45}$ の差 0.9 gf の一定値.

ただし "トレカ" M46 の場合は ΔP_i は 0.6 gf

$\Delta \epsilon_i$ は荷重 $P_{i-0.45}$ における伸び $\epsilon_{i-0.45}$ と $P_{i+0.45}$ における $\epsilon_{i+0.45}$ の差 (%)

A は式 (1) から求めた単繊維の平均断面積 (μm^2)

3. 結果と考察

"トレカ" T300 について荷重時および除荷時の荷重-伸び関係を測定した結果、次のことが認められた.

- (1) 荷重時と除荷時の荷重-伸び関係は同一である.
小数点以下 2 桁でわずかに差が認められる. この結

果は 4 往復の荷重と除荷についてもあてはまる. また試長に注目すると、荷重前といったん荷重してから除荷した後の試長は同一であるし、4 往復の荷重と除荷の繰返しによっても無負荷（正しくは 0.2 gf 負荷）時の試長は変化しない. 実験結果を Table 2 に示す. この結果から、炭素繊維は弾性体であることがわかる.

- (2) 荷重-伸び関係は非線性を示し、荷重が大きくなるとともに（すなわち伸びが大きくなるとともに）一定荷重を加えた場合の伸びの変化が小さくなる. この状況を Fig. 2 から Fig. 7 の右例に示す. 測定したすべての試料についてこの現象が認められる. 次

Table 2 Load-elongation and tensile

Load (gf)	1 st				2 nd				3 rd	
	Increase load		Decrease load		Increase load		Decrease load		Increase load	
	Elon- gation ϵ (%)	$\Delta\epsilon$ (%)	Elon- gation ϵ (%)	$\Delta\epsilon$ (%)	Elon- gation ϵ (%)	$\Delta\epsilon$ (%)	Elon- gation ϵ (%)	$\Delta\epsilon$ (%)	Elon- gation ϵ (%)	$\Delta\epsilon$ (%)
0.3	0.004		0.003		0.003		0.003		0.001	
0.6	0.034	0.030	0.030	0.027	0.027	0.024	0.023	0.020	0.029	0.028
0.9	0.069	0.035	0.063	0.033	0.062	0.035	0.058	0.035	0.065	0.036
1.2	0.108	0.039	0.103	0.040	0.100	0.038	0.096	0.038	0.104	0.039
1.5	0.145	0.037	0.142	0.039	0.137	0.037	0.133	0.037	0.140	0.036
1.8	0.185	0.040	0.179	0.037	0.174	0.037	0.169	0.036	0.176	0.036
2.1	0.221	0.036	0.216	0.037	0.216	0.042	0.206	0.037	0.213	0.037
2.4	0.225	0.034	0.254	0.038	0.248	0.032	0.243	0.037	0.251	0.038
2.7	0.291	0.036	0.287	0.033	0.278	0.030	0.280	0.037	0.285	0.034
3.0	0.321	0.030	0.325	0.038	0.316	0.038	0.315	0.035	0.323	0.038
3.3	0.359	0.038	0.356	0.031	0.351	0.035	0.349	0.034	0.354	0.031
3.6	0.389	0.030	0.392	0.036	0.383	0.032	0.383	0.034	0.386	0.032
3.9	0.421	0.032	0.425	0.033	0.415	0.032	0.414	0.031	0.423	0.037
4.2	0.454	0.033	0.459	0.034	0.451	0.036	0.449	0.035	0.453	0.030
4.5	0.486	0.032	0.490	0.031	0.481	0.030	0.481	0.032	0.484	0.031
4.8	0.517	0.031	0.526	0.036	0.510	0.029	0.512	0.031	0.516	0.032
5.1	0.552	0.035	0.555	0.029	0.542	0.032	0.545	0.033	0.550	0.034
5.4	0.583	0.031	0.586	0.031	0.574	0.032	0.579	0.034	0.581	0.031
5.7	0.613	0.030	0.613	0.027	0.608	0.034	0.608	0.029	0.612	0.031

	1st	2nd	3rd	4th	5th	Average
l^0 (mm)	598.714	598.743	598.745	598.741	598.743	598.737

Note: a) Lot-No. 414021 Cross sectional area of single fibre : 36.0 (μm^2)

b) Tensile modulus (kgf/mm^2) = $\frac{\text{load (constant) (gf)}}{\Delta\epsilon (\%) \times \text{cross sectional area } (\mu\text{m}^2) \times 10^{-6}}$

c) Gauge length : Distance between upper mark and lower mark at load 0.2 gf

に曲線上の2点を選び、荷重の変化 ΔP に対応する伸びの変化 $\Delta\epsilon$ の比として式(3)によって2点間の弾性率 E を算出した。Fig.5 以外は、 ΔP が 0.9 gf になるように2点を選んだ。Fig.5 は ΔP が 0.6 gf

になるようにした。このようにして荷重が 0.75 gf から約 5 gf までの E を求め、Fig.2 から Fig.7 の左側に E と ϵ の関係としてプロットした。 E と ϵ は、Fig.6 のようにばらつきの大きい例もあるが、

modulus of elasticity of "Torayca" T300.^{a)}

3 rd		4 th				Elongation ε		Average of Δε (%)	Tensile modulus ^{b)} (10 ³ kgf/mm ²)		
Decrease load		Increase load		Decrease load							
Elongation ε (%)	Δε (%)	Elongation ε (%)	Δε (%)	Elongation ε (%)	Δε (%)	Average (%)	R (%)		X	Max	Min
0.003	0.027	0.003	0.030	0.004	0.026	0.003	0.003	0.027	30.9	41.7	27.8
0.030		0.033		0.030		0.030	0.011				
0.062	0.032	0.069	0.036	0.065	0.035	0.064	0.011	0.035	23.8	26.0	23.1
	0.043		0.033		0.039		0.011				
0.105	0.037	0.102	0.043	0.104	0.036	0.103	0.012	0.039	21.4	25.3	20.8
0.142											
0.180	0.038	0.175	0.030	0.178	0.038	0.177	0.016	0.037	21.9	23.1	19.4
	0.032										
0.212	0.041	0.212	0.042	0.214	0.035	0.214	0.015	0.037	22.5	26.0	19.8
0.253											
0.286	0.033	0.283	0.029	0.286	0.037	0.285	0.013	0.034	24.5	28.7	22.5
	0.037										
0.323	0.034	0.319	0.032	0.321	0.033	0.320	0.010	0.036	23.1	27.8	21.9
0.357											
0.393	0.036	0.387	0.036	0.388	0.034	0.388	0.010	0.034	24.5	27.8	23.1
	0.030										
0.423	0.032	0.419	0.032	0.417	0.029	0.420	0.011	0.032	26.0	28.7	22.5
0.455											
0.488	0.033	0.453	0.034	0.452	0.035	0.453	0.010	0.034	24.5	27.8	23.1
	0.033										
0.520	0.032	0.483	0.030	0.485	0.033	0.485	0.009	0.032	26.0	27.8	25.3
	0.032										
0.554	0.034	0.514	0.031	0.518	0.033	0.517	0.016	0.032	26.0	28.7	23.1
	0.034										
0.585	0.031	0.546	0.032	0.550	0.032	0.549	0.013	0.031	25.3	28.7	23.8
	0.031										
0.612	0.027	0.578	0.032	0.579	0.029	0.581	0.012	0.031	26.9	28.7	24.5
	0.027										
		0.609		0.609		0.611	0.005				

おおむね直線関係にある。すなわち、弾性率は伸びに比例し、次式で表わすことができる。

$$E = E_0 + E_1 \epsilon \quad (4)$$

ここで、

E は伸び ϵ における引張り弾性率 (kgf/mm²)

E_0 は伸び 0 における引張り弾性率 (kgf/mm²)

E_1 は E - ϵ 関係の勾配 (kgf/mm²)

E_0 および E_1 は試料によって固有の値をもつ。

この知見は、前報において繊維束試料にエポキシ樹脂を含浸したのち加熱して硬化した細い棒状の複合材料(樹脂含浸ヤーン試料と呼称)について得た結果と一致

する。Curtis らの知見では、0.1 gf から 2.5 gf までは急激に弾性率が増大し、2.5 gf から 6 gf の間は弾性率は伸びに対して単調に増大するとしている。本実験では、すべての試料について、伸びの全域にわたり弾性率が単調に増大することが認められ、Curtis らの結果とは一致しない。Beetz らは、Curtis らと同様に音波伝播による弾性率の測定により、伸びのごく初期から単調増大するとの結果を報告しており、本実験と一致する。このことから Curtis らの知見との不一致は、音波伝播による弾性率の測定と本研究の機械的な方法による弾性率の測定の差ではなく、Curtis らの場合には別の要因の存在を

Fig. 4 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "Torayca" T800 fibre.

Fig. 5 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "Torayca" M46 fibre.

考える必要がある。

炭素繊維単繊維試料の引張り試験は、試長 25 mm から 50 mm で行なうことが多い^{7,10)}。本研究では測定の精度を向上するため、試長を 900 mm にした。この試長は、通常に比べて著しく長い。繊維の試験を行なうにあたり材料は均質であり、断面積は試長内で一定であるとの前提にたっている。実際には、材料の均質性および断面積の一定性の非破壊試験がむずかしいので、この前提の検証は行なわれていない。著しく長い試長の試料について得られた値の妥当性を調べ、この前提を間接的に検証するため、試長を 900 mm の他に 650 mm, 450 mm および 330 mm に変えて引張り試験を行なった。T300,

T800, AS4 および IM6 について得られた結果を、Table 3 に示す。引張り弾性率は、荷重-伸び関係の荷重 1.2 gf と 3.0 gf の 2 点間の勾配から計算した。試験片の数は 30 であり、結果は平均値と変動率によって表わした。弾性率は、各試料とも、試長に関係なく一定の値を示すことがわかった。弾性率の変動率は、試長の短いときのほうが大きい傾向にある。この結果から、試長 900 mm について得た結果は妥当であることならびに試長 300 mm から 900 mm の間には顕著な不均質および断面積の不均一がないと考えてよい。変動率の試長依存性の原因は、わからない。

引張り弾性率の試長依存性の実験結果によると、個々

Fig. 6 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "MAGNAMITE" AS4 fibre.

Fig. 7 Normal load vs. elongation, and tensile modulus vs. elongation for "MAGNAMITE" IM6 fibre.

の値にばらつきがあり、試長によって変わるが変動率 6 % から 17 % に及ぶ。弾性率のばらつきは、式 (3) の ΔP 、 $\Delta \epsilon$ および A のばらつきに原因するが、 ΔP はロードセルの精度、 $\Delta \epsilon$ は測長器の精度に関係し、それぞれ別途行った精度検定により無視できることを確認している。 A は、繊維束の単位長さ当り質量と密度から計算によって求めた平均断面積であり、各単繊維試験片ごとに測定した値ではなく、同一試料については一定値を用いた。弾性率のばらつきは、断面積のばらつきによるかまたは断面積が一定で繊維の材質そのものにばらつきがあるためのいずれかである。

弾性率および断面積のばらつきの実態を調査するた

め、T300、T800、AS4 および IM6 について 120 点の引張り試験結果を解析し、走査電顕写真のイメージアナライザー処理による断面積の測定を行なった。引張り弾性率は、荷重 1.2 gf と 3.0 gf 間 (ΔP 1.8 gf) および 1.2 gf と 4.8 gf 間 (ΔP 3.6 gf) の 2 条件について計算した。 ΔP 3.6 gf の場合には 4.8 gf 以下で破断する試験片があるため試験点数が 120 より小さいものがある。T300 について得た結果を例示すると、

ΔP (gf)	1.8	3.6
平均値 (kgf/mm ²)	23900	24000
最大値 (kgf/mm ²)	33600	31100
最小値 (kgf/mm ²)	18900	18700

Table 3 Dependency of tensile modulus on the gauge length for four fibre samples.

Fibre	T300				T800			
Gauge length (mm)	330	450	650	900	330	450	650	900
Tensile modulus ($\times 10^3$ kgf/mm ²)	25.3 (17.1)	23.2 (10.3)	23.0 (7.6)	24.0 (6.2)	28.9 (9.7)	28.7 (10.5)	29.9 (6.3)	28.9 (6.4)

Fibre	AS4				IM6			
Gauge length (mm)	330	450	650	900	330	450	650	900
Tensile modulus ($\times 10^3$ kgf/mm ²)	24.2 (15.3)	23.9 (12.1)	22.8 (10.6)	24.2 (8.1)	28.7 (11.8)	27.3 (12.1)	28.2 (7.3)	28.4 (7.8)

Tensile modulus was represented as a chord modulus between 1.2 gf and 3.0 gf points and as a mean value.

Figure in parentheses was a coefficient of variation calculated for 30 observed values.

Fig. 8 Dispersion of tensile modulus for individual measurements, calculated as a chord modulus between 1.2 gf, and 3.0 gf, and 1.2 gf and 4.8 gf.

変動率 (%) 11.9 8.5
他の試料の結果もほぼ同様であり、炭素繊維に共通して
いる。Fig. 8 に結果を示す。分布は、ほぼ正規分布であ
る。

単繊維試料の断面積は一定ではなく、大小がある。

T300 について 54 点の測定結果を例示すると、
平均値 (μm^2) 38
最大値 (μm^2) 32
最小値 (μm^2) 42
変動率 (%) 6.7

A mean area, calculated by mass per unit length, density and filament counts of fibre bundle.

SEM photograph of cross section of fibre bundle was analyzed by an image analyzing instrument.

Fineness of a single filament specimen, which was determined by a selfexcited oscillation method, and density of the fibre gave the cross sectional area of the specimen.

Fig. 9 Dispersion of cross sectional area of single filament for individual measurements for "Torayca" T300.

Fig.10 Dispersion of cross sectional area for three samples, obtained by SEM photograph image analyzing instrument technique.

この結果の妥当性を確認するため自励振動による方法で101点の測定を行なった結果、平均値、最大値、最小値および変動率とも上掲の値とよく一致し、正しい結果が得られたといえる。Fig.9に3種類の方法によって求めたT300の断面積を示す。T800, AS4およびIM6に

ついて走査電顕写真から測定した断面積は、T300とは同様の結果であり、多少ばらつきの大小の点で差がある。結果をFig.10に示す。分布は、正規分布である。

弾性率のばらつきが、断面積のばらつきによって現われたのか材質のばらつきによるかに対し、これだけの実

Table 4 Relation between dispersion of tensile modulus and dispersion of cross sectional area for four types of fibre samples.

Sample	Coefficient of variation of tensile modulus (%)		Coefficient of variation of cross sectional area (%)
	$\Delta P : 1.8 \text{ gf}$	$\Delta P : 3.6 \text{ gf}$	
"Torayca" T300	11.9	8.6	6.7
"Torayca" T800	8.5	6.9	8.8
"Mgnamite" AS4	11.9	9.4	11.4
"Mgnamite" IM6	10.0	9.3	10.1

Fig.11 Average tensile modulus vs. elongation for "Torayca" T300 single filament sample. A shadowed line shows those for T300 resin impregnated yarn sample.

Fig.12 Average tensile modulus vs. elongation for "Torayca" T800 single filament sample. A shadowed line shows those for T800 resin impregnated yarn sample.

験で明解な結論をだすことはできないが、4種類の試料について弾性率および断面積の分布から統計的に考えると両者間にきわめてよい相関があるので、弾性率のばらつきは主として断面積のばらつきによるといってよい。Table 4 に ΔP 1.8 gf および 3.6 gf の場合の弾性率の変動率と断面積の変動率を比較して示す。T300 と T800 が逆転しているため、やや説得力に欠けるが、両特性の変動率の大小に対応関係が認められる。

本研究の目的のひとつに、単繊維を多数本ひき揃えた繊維束に樹脂を含浸して硬化した細い棒状複合材料を用

いて引張り弾性率を測定する場合、単繊維の配列の乱れは不可避であり、この乱れが弾性率に及ぼす影響を明らかにすることがある。先に述べたとおり単繊維の弾性率のばらつきは、主として断面積のばらつきによって起こり材料の不均一性の影響は小さいと考えてよい。したがって試料の弾性率は平均断面積 A を用いて計算した個々の測定値の平均値で表現することができる。T300 および T800 について、単繊維試料 120 点の測定値の平均値を伸びに対してプロットし、Fig. 11 および Fig. 12 に示す。個々の値は試験片の断面積の大小によるため、

これを図示する意味には乏しいが、参考のため無作為に抽出した 30 点の値と範囲をあわせて記入した。図中のハッチングで示した帯は、樹脂含浸ヤーン試料 30 点の範囲を表わす。単繊維試料の弾性率は、樹脂含浸ヤーン試料の弾性率の上限に位置することおよび弾性率の伸びによる変化は同一もしくはやや勾配が緩いことが明らかになった。この現象は、樹脂含浸ヤーン試料中で単繊維が屈曲、偏角、施回して配列が乱れているために起こると説明できる。試料に加わる応力の増大とともに弾性率が大きくなる応力剛化 (stress-stiffening) 現象に対して、単繊維の乱れが主要な原因であり、引張ると曲がっていた単繊維が伸びるために弾性率が大きくなるという考え方もある。しかし、ここで明らかにしたように、その影響は少なく、応力剛化現象は炭素繊維の本質である。

4. 結 論

PAN 系炭素繊維の単繊維試料について精密な引張り試験を行ない、荷重-伸びおよび伸び-弾性率の関係を調査して次の結果を得た。

- (1) 炭素繊維は弾性体であり、破壊荷重の約 80% を繰り返し負荷しても、除荷すると完全に回復する。
- (2) 荷重-伸びは非線性であり、荷重と伸びの勾配 $\Delta P/\Delta \epsilon$ から求めた弾性率は伸びが大きくなる (荷重が大きくなることと同義) とともに単調増大する。この結果は、前報で報告した樹脂含浸ヤーン試験について得た結果と同じである。
- (3) 単繊維の断面積の測定がむずかしいので、繊維束 (ヤーン) の単位長さ当り質量、密度および単繊維本数から計算した平均断面積 A と $\Delta P/\Delta \epsilon$ から弾性率を求めたところ、引張り弾性率はかなりばらつきがあり、変動率で表わして 6~17% に達する。この原因は、主として断面積のばらつきによる。
- (4) 単繊維試料および樹脂含浸ヤーン試料の引張り弾

性率を比較すると、単繊維がやや高めにある。また弾性率の伸びによる変化は、単繊維試料は樹脂含浸ヤーン試料と同等もしくは勾配がやや小さい。このことから樹脂含浸ヤーン試料中では、単繊維の屈曲、施回、偏角などの配列の乱れがあり、引張り特性にその影響があらわれる。

単繊維試料は直径が $5\mu\text{m}$ とか $7\mu\text{m}$ であり、きわめて細く、きわめて弱く、その取扱いは非常にむずかしい。このような試料について試長 900 mm の引張り試験を行なった前例はなく、今回が最初であると思う。巧みな技術と根気によって実験を担当した滋賀女子短期大学水嶋明美さんに深甚なる謝意をあらわします。

参 考 文 献

- 1) G.J. Curtis, J.M. Milne & W.N. Reynolds: *Nature*, **220** (1968), 1024.
- 2) C.P. Beetz, Jr. & G.W. Budd: *Rev. Sci. Instrum.*, **54** (1983), 1222.
- 3) 温品恭彦, 松井醇一, 伊藤 基: 繊維学会誌, **42** (1986), T-182.
- 4) J.D. Hughes: *J. Phys. D.*, **20** (1987), 276.
- 5) W.H. van Dreumel & J.L. Kamp: *J. Compos. Mater.*, **11** (1977), 461.
- 6) 石川隆司, 松嶋正道, 林 洋一: 日本複合材料学会誌, **12** (1986), 8.
- 7) JIS R7601-1986 炭素繊維試験方法.
- 8) A. Fourdeux, R. Perret & W. Ruland: *Carbon Fibres, Their Composites and Applications*, The Plastic Inst., London (1971), p.57.
- 9) P.E. McMahon: *Analysis of the Test Methods for High Modulus Fibers and Composites*, ASTM STP 521 (1973), p.367.
- 10) Standard test method for tensile strength and Young's modulus for high modulus single filament materials, ASTM D3379-75 (Re-approved 1982).