研究論文

ガラス繊維強化プラスチックの室温・低温での引張圧縮 およびせん断に対する力学的特性

神谷 大揮*, 池上 皓三**

(1994 年 4 月 20 日受付)

Mechanical Properties of Glass Reinforced Epoxy Resin for Tensile, Compressive and Shear Load at Room Temperature and at Low Temperature

Daiki KAMIYA* and Kozo IKEGAMI**

(Received April 20, 1994)

Mechanical properties of glass fiber reinforced plastics of epoxy resin is experimentally investigated at 77 K and at room temperature. Tensile or shear load is applied to a cylindrical specimen, and the stress strain curves and the fracture stresses are determined. The compressive tests are conducted by using plate specimen. Elastic constants and fracture stresses of the unidirectionally reinforced plastics at 77 K are larger than those at room temperature. The deformation behavior shows more linearity at 77 K than at room temperature. When shear load is applied to the laminated specimens with symmetric cross ply, brittle fracture occurs at 77 K by delaminations and cracks in directions parallel to the fiber and plastic deformation occurs at room temperature. When tensile load is applied to laminated specimens with symmetric angle ply, the fracture stresses at 77 K are larger than those at room temperature except for the specimen with ply angle of 45 degree. For ply angle of 45 degree the fracture stresses at 77 K are smaller than that at room temperature. As to the fracture mode, the cracking parallel to the fiber is dominant for large ply angle.

1. 緒 言

近年の宇宙開発技術や超伝導応用技術の発展にともない、繊維強化プラスチックが低温での構造材料として用いられる機会が増えており、低温での繊維強化プラスチックの力学的特性の必要が高まってきている。

従来、低温での繊維強化プラスチックの力学的特性に対して、例えば、引張負荷に対する応力ひずみ関係¹⁾、負荷速度や切欠形状が引張強さにおよぼす影響²⁾、引張と曲げに対する強さ³⁾、引張強さと疲れ強さ⁴⁾、疲れ強さと材料構成の関係⁵⁾、層間の強さ、引張強さ、疲れ強さ⁶⁾、引張強さや疲れ強さにおよぼす吸水効果の影響⁷⁾、引張

破壊靱性⁸⁾、曲げ強さの異方性⁹⁾が研究されている。これらはほとんど単一の負荷を対象を行ったものであり、同一の材料で負荷の種類を変えてその力学的特性を調べた例はほとんどない。

そこで本研究では、ガラス繊維強化エポキシ樹脂の薄肉円筒試験片に引張圧縮、ねじりの負荷を加え、液体窒素温度(77 K)での一方向強化材の引張圧縮およびせん断の変形と強度特性、また対称斜交積層材の引張とせん断の変形と強度特性を実験により調べた。これらの結果を室温での力学的特性と比較することにより、77 K と室温での力学的特性の違いを明らかにした。

2. 実 験

2.1 試験片と試験機

Fig. 1 に実験に用いた試験片の形状と寸法を示す。試験片は、ガラス繊維強化プラスチックの薄肉円筒試験片(以下、GFRP 円筒試験片と呼ぶ)である。試験片の材料は長繊維一方向プリプレグ(化成コンポジット製

*** 東京工業大学精密工学研究所 (227 横浜市緑区長津田町 4259)

Precision and Intelligence Laboratory, Tokyo Institute of Technology, 4259, Nagatsuta, Midoriku, Yokohama 227, Japan

* 大学院生 Graduate Student, ** 教授 Professor

Fig. 1 GFRP cylindrical specimen.

HyE 90714 AF)を使用した。強化繊維はEガラス(日東紡製 RF 110 QL-533)で、マトリックスは熱硬化性エポキシ樹脂(化成コンポジット製 7714 A)である。試験片のゲージ部の肉厚 t は実験内容により積層枚数によって変化する。

実験に用いた試験片の肉厚 t は 0.35 mm から 1.2 mm である。GFRP 円筒試験片は、離型剤を塗布したステンレス製マンドレルに裁断したプリプレグを積層し、その上から熱に反応し収縮するテープを巻き付け、巻き付け時の予張力とテープの収縮に伴い生じる圧力により成型した。硬化条件は電気炉中において 85°C で 40 分間、その後 120°C で 120 分間である。硬化後、炉内で約 3 時間で室温まで温度を下げる。熱収縮テープを取り除

き、GFRP 円筒試験片のつかみ部を製作する。試験片の繊維含有率は約 40~50% であり、繊維の配向が円周方向であるとき 40%、軸方向であるとき 50% である。

試験装置とその制御装置の構成を Fig. 2 に示す。負荷形式は電気油圧サーボ系を採用している。試験機の二重円筒管の内外円筒のそれぞれに GFRP 円筒試験片の端部が取り付けられ、この二重円筒管の上部と下部に位置する 2 個のアクチュエータにより、軸方向とねじり方向の二種類の荷重を負荷することができる¹⁰⁾。試験温度は試験片取付治具につけられた熱電対で確認した。実験は試験装置のロードセルにより測定された負荷荷重をフィードバック信号として、応力制御で行った。

2.2 試験方法

試験片にかかる負荷はロードセルにより測定された値と試験片形状から計算した。負荷速度は負荷開始から最終破断までほぼ 10 分間となるようにした。これは負荷速度を一定にすると繊維方向によって強さが大きい場合には実験が長時間になること、また低温では脆性的になるので、負荷速度の影響が小さいと考えたためである。試験片のひずみは、試験片のゲージ部にはり付けたひずみゲージにより測定された値を用いた。特に 77 K での実験には低温用ひずみゲージを用いた。この GFRP 円筒試験片を用いて行った実験を以下に示す。

Fig. 2 Schematic drawing of combined loading machine for low temperature.

- (1) 一方向強化材の繊維方向への引張(ガラス繊維を円筒の軸方向に配向)。
- (2) 一方向強化材の繊維に垂直方向への引張(ガラス繊維を円周方向に配向)。
- (3) 一方向強化材のねじり(ガラス繊維を軸方向に配向)。
- (4) 対称斜交積層材の対称軸方向への引張。ガラス繊維を軸方向に対して $[+\theta/-\theta/-\theta/+\theta]$ で配向させた。 θ は $15^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ とした。
- (5) 対称直交積層材のねじり。ガラス繊維を軸方向に対して $[0^\circ/90^\circ/90^\circ/0^\circ]$ で配向させた。

GFRP 円筒試験片では、座屈などにより圧縮特性を正確に求めることが困難である。そのため、一方向強化材の圧縮特性を調べるために GFRP 圧縮試験片をもちいた。Fig. 3 に板形状のガラス繊維強化エポキシ樹脂圧縮試験片(以下、GFRP 圧縮試験片と呼ぶ)の形状と寸法を示す。試験片材料には GFRP 円筒試験片と同じプリプレグを用いた。以下の手順で GFRP 圧縮試験片を製作

した。プリプレグを $100\text{ mm}\times 20\text{ mm}$ に裁断し 8 積層させる。積層したものを型に入れて圧力をかけながら、熱硬化させる。硬化条件は GFRP 円筒試験片の場合と同じである。硬化後フライス盤で矩形に仕上げる。タブ部分をエポキシ接着剤で接着する。接着剤が硬化した後に、フライス盤で目的の寸法に仕上げる。

Fig. 4 に圧縮実験の方法を示す。製作した GFRP 圧縮試験片を座屈防止治具に挟み、万能試験機により圧縮荷重を負荷して実験を行った。この GFRP 圧縮試験片を用いて、一方向強化材の繊維方向と繊維に垂直方向の圧縮特性の測定を行った。

3. 一方向強化材の基本的力学的特性

3.1 繊維方向の特性

Table 1 と Table 2 に実験より得られた 77 K と室温

Table 1 Experimental fracture stress of GFRP specimen at 77 K and at room temperature.

		77 K [MPa]	Room temp. [MPa]
Tensile strength of fiber direction	F_{1t}	1,150	899
Compressive strength of fiber direction	F_{1c}	817	694
Tensile strength of transverse direction	F_{2t}	32.3	25.2
Compressive strength of transverse direction	F_{2c}	235	98.0
Shear strength in reinforced plane	F_{12}	76.9	47.9

Table 2 Elastic constants of GFRP at 77 K and at room temperature.

		77 K	Room temp.
Young's modulus of fiber direction	E_1	40.2 GPa (40.2)	38.9 GPa (33.7)
Young's modulus of transverse direction	E_2	16.0 GPa (16.0)	10.6 GPa (8.35)
Shearing modulus	G_{12}	5.49 GPa (4.77)	3.32 GPa (1.29)
Poisson's ratio	ν_{12}	0.31	0.32
Poisson's ratio	ν_{21}	0.23	0.13

( ) : Elastic constants defined by fracture stress and fracture strain.

Fig. 3 Dimensions of GFRP compressive test specimen.

Fig. 4 Schematic drawing of compressive testing method.

Fig. 5 Tensile stress-strain relation in the fiber direction for GFRP specimen at 77 K and at room temperature.

での一方向強化材の破断応力と弾性係数の値をそれぞれ示す。表の弾性係数の欄で括弧の中の値は、破断直前の応力とひずみより計算した値を参考のため示してある。これらの値は1本の試験片の実験結果である。

Fig. 5に繊維方向に引張荷重を負荷したときの応力とひずみの関係を示す。横軸はひずみで、縦軸は負荷荷重と実験開始前の試験片断面積から計算した応力である。太線が77 Kでの実験値で、細線が室温での実験値である。77 Kでの実験では実験途中(約750 MPa)でひずみゲージは切断され、ひずみの測定が不可能となったため、ゲージ切断時の応力値と試験片破断時の応力値を破線で結んで示している。本実験の場合、試験片破断までゲージによって測定できた例はなかった。77 Kと室温の値を比較すると77 Kでの値の方が線形性がよく、負荷開始からひずみゲージが切断される750 MPaまでヤング率は40.2 GPaで一定とみなせる。一方、室温でのヤング率は負荷開始で38.9 GPaだが、破断瞬間の応力をひずみで除した値は33.7 GPaとなり、負荷開始のときのヤング率と比較すると小さくなる。ポアソン比は77 Kでは0.31で、室温では0.32であり両者に差はない。

破断応力は、77 Kで1,150 MPaであり、室温での破断応力899 MPaと比較すると約1.3倍大きな値である。試験片の破壊面は繊維断面および繊維に平行な断面である。繊維の破断荷重よりも小さな荷重で樹脂や界面に微小なき裂が生じ、これが繊維に平行に進展することにより縦方向の破壊が生じている。

繊維方向圧縮のヤング率は、77 Kで51.0 GPaであ

Fig. 6 Tensile stress-strain relation in the transverse direction for GFRP specimen at 77 K and at room temperature.

り、室温では47.7 GPaである。引張特性と同様にヤング率には温度による大きな差がない。破断応力は77 Kで817 MPaであり、室温での694 MPaに対して約1.2倍の大きさである。

3.2 繊維に垂直方向の特性

Fig. 6に繊維に垂直方向へ引張荷重を負荷したときの、応力とひずみの関係を示す。繊維に垂直方向の引張弾性特性は、室温においてはやや非線形性を示しているが、77 Kではほぼ線形性を示している。ヤング率は、室温での10.6 GPaに対して77 Kでは16.0 GPaと大きな差がある。この垂直方向のヤング率の向上はエポキシの低温でのヤング率が大きく向上することに関係していると思われる。ポアソン比は77 Kで0.23で、室温で0.13である。繊維方向引張の場合ポアソン比に大きな差はないが、繊維と垂直方向引張では温度によりポアソン比が大きく変化する。この原因の1つとして、低温での繊維とマトリックスの接着性の変化が考えられるが、詳細は今後検討する必要がある。

破断応力値は77 Kで32.2 MPaであり、室温での25.2 MPaに対して約1.3倍の大きさである。これは77 Kにおけるエポキシ樹脂の脆性化とともに、その強さも向上しているとするところとある程度説明できる。Fig. 7に試験片の破断面の走査型電顕写真を示す。破断面は引張方向に垂直な断面である。両温度において破断面では繊維と樹脂の界面が観察され、室温よりも77 Kのほうが繊維に付着している樹脂が大きい。破断面では、き裂が接着界面を通して伝播していることがわかる。

Fig. 7 Fracture surface of tensile test specimen in the transverse direction. Left : at 77 K, Right : at room temperature.

Fig. 8 Fracture surface of compressive test specimen in the transverse direction. Left : at 77 K, Right : at room temperature.

引張変形特性と同様に、77 K ではエポキシ樹脂の脆性化に伴うヤング率の向上により、GFRP の圧縮のヤング率も向上している。77 K におけるヤング率は 24.6 GPa であり、室温におけるヤング率 14.7 GPa の約 1.7 倍である。

温度の違いによる圧縮荷重に対する破断強さの変化は顕著であり、室温での破断荷重が 98.0 MPa であるのに対して、77 K では 235 MPa と約 2.4 倍である。これは 77 K ではエポキシ樹脂の強さが大きくなるのが寄与していると考えられる。Fig. 8 に破断面の走査型電顕写真を示す。破断面は繊維方向を含み、圧縮方向に対してほぼ 45° 傾いた面である。室温では破壊面に樹脂の塑性変形が見られ、凝集破壊の傾向が強い。一方 77 K では、樹脂の塑性変形はなく繊維の抜けた溝がはっきりと見られ、界面破壊が生じている。

3.3 繊維面内のせん断特性

Fig. 9 に繊維面内で繊維に平行および垂直方向にせ

Fig. 9 Shear stress-strain relation for unidirectional GFRP specimen at 77 K and at room temperature.

せん断荷重を负荷したときの、せん断応力とせん断ひずみの関係を示す。応力はねじり荷重と実験開始前の試験片の寸法より計算した値である。室温と77 Kでのせん断弾性特性の差は顕著である。室温では一般的な樹脂の特性に似た非線形的な挙動を示しているが、77 Kでは直線的な挙動を示す。室温では荷重の増大に対して樹脂が粘弾性変形や塑性流動を生じるのに対して、77 Kではエポキシ樹脂が脆性的となり弾性特性が強くなるためである。77 Kでの横弾性率は5.49 GPaであり、室温での負荷開始での横弾性率3.32 GPaの約1.7倍である。また、77 Kでの破断応力は76.9 MPaで、室温での破断応力は47.9 MPaであり、77 Kでは室温の約1.6倍である。

Fig. 10 に破断面の走査型電顕写真を示す。破断面は

繊維に平行な断面である。室温では樹脂破断面は塑性変形により大きく変形しているが、77 K では樹脂は脆性的に破壊を生じている。77 K および室温において、き裂は繊維に影響を与えることなく樹脂や繊維樹脂界面にそって進展している。

4. 対称斜交積層材の力学的特性

4.1 対称斜交積層円筒の引張負荷に対する応力ひずみ曲線

Fig. 11 から Fig. 13 に種々の積層角度をもつ対称斜交積層円筒の77 K と室温での応力ひずみ曲線を示す。実線は実験値、破線は Table 2 の基本物性値から積層理論により計算した応力ひずみ曲線である。このときの破

Fig. 10 Fracture surface of torsional test specimen. Left : at 77 K, Right : at room temperature.

Fig. 11 Tensile stress-strain relation for laminated GFRP with angle ply at 77 K and at room temperature. ply angle $\theta = \pm 30^\circ$.

Fig. 12 Tensile stress-strain relation for laminated GFRP with angle ply at 77 K and at room temperature. ply angle $\theta = \pm 45^\circ$.

Fig. 13 Tensile stress-strain relation for laminated GFRP with angle ply at 77 K and at room temperature. ply angle $\theta = \pm 60^\circ$.

断応力値は、Table 1 の基本破断応力値から最大応力説により求めた。また実験途中にひずみゲージが切断された応力点と、試験片の破断応力を一点鎖線の直線で結んである。

対称斜交積層円筒は負荷の小さいときは弾性変形を示す。しかし、ある応力値を越えると、積層円筒内部での局所的な破壊やマトリックスの非線形変形により、応力ひずみ曲線は非線形性を示す。この応力ひずみ曲線の非線形性は積層角度が大きいとき、また 77 K よりも室温で顕著になる。77 K では弾性限度を越えた後にひずみゲージが切断されるために、弾性限度以上のひずみを計測することは不可能であった。

4.2 対称直交積層円筒のねじり負荷に対する応力ひずみ曲線

Fig. 14 に対称直交積層円筒にねじり荷重を負荷したときの 77 K と室温でのせん断応力とせん断ひずみの関係を示す。比較のため一方向強化材のせん断特性の曲線も示してある。両者はほぼ同一の変形挙動を示している。

室温での実験では試験片の破断前に、断面形状が円形から楕円形となるのでその負荷で実験を終えた。このときのせん断ひずみは約 9% であった。一方向強化材では繊維に平行な方向に微小なき裂が生じると、瞬時にこのき裂が進展して試験片を破断させる。しかし、対称直交積層材では層間が接着されているために互いの層がき裂の進展を妨げるため、微小なき裂が発生してもそれがすぐに試験片の破断に結び付くことはなく、微小き裂は負荷の増大にともない少しずつ進展していく。

Fig. 14 Shear stress-strain relation for laminated GFRP with cross ply and unidirectional ply at 77 K and at room temperature.

Table 3 Fracture mode after tensile test of laminated GFRP with angle ply at 77 K and at room temperature.

Ply angle	Temp.	
	77 K	Room temp.
15°	Fiber failure with delamination and cracks in directions parallel to fibers	Fiber failure
30°	Fiber failure with delamination and cracks in directions parallel to fibers	Fiber failure
45°	Failure by delamination and cracks in directions parallel to fibers	Fiber failure
60°	Failure by cracks in directions parallel to fibers	Failure by cracks in directions parallel to fibers

77 K での実験では、室温とは異なり、層間破壊と繊維に平行な方向のき裂により約 95 MPa で突然破断した。この破断は、樹脂が脆性体となったため、せん断変形と各層の繊維に平行なき裂の影響により層間での剝離が起き、互いの層が他の層の繊維に平行なき裂の進展を妨げ

ることができなくなり、き裂が急激に進展することにより起きている。また、77 K で対称直交積層円筒に層間破壊が生じる応力は 95 MPa で、一方向強化材のせん断により繊維に平行なき裂を発生、進展させる応力 76.8 MPa に近い値となっている。

4.3 対称斜交積層円筒の破壊様式と破断応力値

Table 3 に種々の積層角度をもつ対称斜交積層円筒の実験後の破壊の様子の特徴をまとめて示す。積層角度が 30° の場合は、室温と 77 K の両温度で積層角度 15° の場合と同じ破壊様式である。積層角度が 45° の場合は、77 K では繊維の破断はなく、ゲージ部全体に層間剝離と積層された各層で繊維に平行なき裂が生じている。これに対して室温では、一部で層間剝離が生じており、剝離部分と剝離してない部分の境界で応力集中により繊維が破断している。積層角度が 60° の場合には室温と 77 K の両温度で、繊維に平行なき裂により、試験片全体にらせん状に破壊が生じている。

Fig. 15 と Fig. 16 に室温と 77 K での、対称斜交積層円筒の積層角度と破断応力値の関係を示す。実験値は白丸が破壊が開始する応力であり、黒丸は試験片が分離破断する最終破断応力である。破壊が開始する応力は各応力ひずみ曲線が折れ曲がり始める応力値とし、応力ひずみ曲線の初期弾性線より 0.1% のひずみで耐力法で定めた。また、一点鎖線は網目理論により求めた破断応力値である。網目理論での計算では、Table 1 の繊維方向の

破断応力を繊維の強さと繊維の体積含有率の積とみなして繊維の強さを計算した。実線は最大応力説により Table 1 の値を用いて計算した値である。最大応力説により示される 3 つの曲線は、積層円筒の 1 つの層の主軸座標系に関して繊維方向に生じる応力 σ_1 、繊維に垂直方向に生じる応力 σ_2 、面内で生じるせん断応力 τ_{12} が、Table 1 に示したそれぞれの破断応力値に達する引張応力を示している。最大応力説では試験片に加わる応力が、この 3 つの曲線の少なくとも 1 つを越えると破壊が起こることを意味する。

実験値の破壊が開始する応力値は、最大応力説により計算した応力の曲線とほぼ一致している。最大応力説では、室温で積層角度が 15° 、 30° 、 45° の場合と 77 K で 15° 、 30° の場合は、面内せん断により破壊現象が開始することが示される。さらに実験後の試験片の観察からこれらの試験片の最終破断は繊維で生じており、その破断応力値は、網目理論による計算値におおよそ従っている。 15° の 77 K 以外は、実験値が網目理論による計算値よりも少し小さくなっているのは、試験片内部の応力集中部分で繊維が破断していることがその一因と考えられる。また、77 K では室温と比較して全ての基本的な負荷に対する破断応力が大きくなるため、積層角度が 45° の場合以外では、積層角度が同じであれば 77 K での実験値の方が室温での実験値よりも破壊が開始する応力および最終破断応力がともに大きな値となる。積層角度が

Fig. 15 Experimental and calculated failure stresses for laminated GFRP with angle ply at room temperature.

Fig. 16 Experimental and calculated failure stresses for laminated GFRP with angle ply at 77 K.

45° の場合には、実験した中では唯一 77 K での最終破断応力値が室温での値よりも小さい。これは、両温度における破断様式の違いによるものである。室温では最終破断は繊維の破断で生じるが、77 K では繊維の破断応力値に達するよりも小さな負荷で、層間剝離と繊維に平行なき裂が試験片のつかみ部を除いた中央の平行部全体に生じて荷重の伝達が不可能な状態となる。実験では最終的な破断応力値は引張で約 260 MPa であり、これは繊維方向を主軸とする座標系では約 130 MPa のせん断応力に相当し、対称直交積層円筒のねじり試験とほぼ同じ破断応力である。

5. 結 論

ガラス繊維強化エポキシ樹脂の一方方向強化材と対称斜交積層材の引張、圧縮およびせん断の負荷実験を 77 K と室温において行った。引張とせん断負荷実験は薄肉円筒試験片を、圧縮試験は板状試験片を用いて行った。

1) 一方方向ガラス繊維強化エポキシ樹脂は 77 K において、引張、圧縮およびせん断負荷に対して破断までほぼ線形的な変形挙動を示す。

2) 77 K での一方方向強化材の破断応力値は室温と比較して、引張、圧縮およびねじりの負荷に対して大きくなる。

3) 対称斜交積層円筒の引張荷重による 77 K での破断様式は、層間剝離と繊維に平行なき裂を伴う破壊が生じるが、斜交角度が大きくなると繊維に平行なき裂による破壊が支配的となる。

4) 対称直交積層円筒にねじり荷重を負荷すると、室温では非線形変形挙動を示すが、77 K ではほぼ線形挙動を示す。またその破壊様式は層間剝離と繊維に平行なき裂

による脆性的な破壊挙動を示す。

5) 対称斜交積層円筒の引張負荷に対する強さは、積層角度が 45° の場合を除いて 77 K では室温の場合よりも大きくなる。

6) 室温と 77 K の両温度において、対称斜交積層円筒の引張負荷に対する破壊開始応力は最大応力説によりほぼ示され、最終破断が繊維の破断によるものは、その破断応力値は網目理論によりほぼ示される。

本実験に用いた試料は、化成コンポジット社より提供されたことを記し、同社に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) T. Nishiura, K. Katagiri, S. Owaki & T. Okada : *Cryogenics*, **25** (1984), 329-333.
- 2) 鷹合徹也, 佐野一仁, 福島英二 : 材料, **37** (1989), 1185-1190.
- 3) A. Nyilas & U. Jeske : *Cryogenics*, **28** (1988), 312-316.
- 4) G. Hartwig & S. Knaak : *Cryogenics*, **25** (1984), 639-647.
- 5) K. Ahlborn : *Cryogenics*, **28** (1988), 267-272.
- 6) K. Ahlborn & S. Knaak : *Cryogenics*, **28** (1988), 273-277.
- 7) 駒井謙二郎, 箕島弘二, 石川直明 : 日本機械学会論文集(A 編), **59**, 566 (1993), 66-73.
- 8) 鷹合徹也, 佐野一仁, 福島英二 : 材料, **38** (1990), 637-643.
- 9) 前田利雄, 桜井昭男, 高島逸男, 山越寿夫 : 材料, **42** (1993), 239-243.
- 10) 田中直敬, 白沢 洋, 新津 靖, 池上皓三 : 日本機械学会論文集(A 編), **57**, 543 (1991), 161-167.