研究論文

平織り C/C 複合材料の面圧破壊挙動

津田 浩*, 高橋 淳*, 永井 英幹*, 剣持 潔*

(1997 年 10 月 22 日受付)

Observation on Bearing Damage Propagation of Plain Weave C/C Composites

Hiroshi TSUDA,* Jun TAKAHASHI,* Hideki NAGAI*
and Kiyoshi KEMMOCHI*

(Received October 22, 1997)

Bearing strength tests either with or without lateral constraint were performed for plain weave C/C composites. The tests were conducted with reference to JIS K 7080 which standardized the testing methods for bearing strength of carbon-fiber reinforced plastics. The bearing damage propagation was observed by a soft X-ray and an optical microscopy. Shear cracks were initiated and propagated rapidly at the maximum load when tests were performed without lateral constraint. Tests being performed with lateral constraint, shear cracks were initiated at the relative displacement of 4% of the pin diameter and followed by the stable crack propagation. At the maximum load the crack reached the edge of collar which constrained the specimen laterally. Then the load dropped abruptly. The loads for evaluating bearing strength which are standardized in JIS K 7080 would correspond to the shear crack initiation.

1. 緒 言

C/C 複合材料は無酸素雰囲気においては 2,000°C を越える高温においてもその強度が保持されることや、優れた化学的安定性を有することから、スペースプレーン、核融合炉などの極限環境下における構造部材として期待されている¹⁻³⁾。C/C 複合材料を構造体へ適用する際、溶接することは出来ないで、接着または機械的接合により組み立てを行う必要がある。接着接合は軽量、かつ応力集中を低く抑えることが出来るという利点がある。しかし接合強度が環境の影響を受けやすい、また分解・修理が困難であるといった問題がある⁴⁾。一方、機械的接合においては大きな応力集中を伴う、また重量が大きくなるなどの問題があるが、分解、検査が容易、耐環境性に優れるなどの利点がある⁵⁾。極限環境下での使用が期待される C/C 複合材料においては、耐環境性の観点から機械的接合が主要な組立技術になると考えられる。

機械的接合部の破壊に関しては自動車・航空機の構造

部材として多用されている繊維強化プラスチックを供試材とした多くの研究が行われている⁶⁻¹⁷⁾。機械的接合部における破壊形態は引張り、せん断、及び面圧破壊の 3 種類に分類される。構造設計の観点からは安定破壊が進展する面圧破壊の形態を取ることが望ましく、完全面圧破壊条件下において評価される面圧強度が機械的接合部の強度基準として採用される。

硬質プラスチック、及び炭素繊維強化プラスチック (CFRP) の面圧強度評価法が、それぞれアメリカ材料試験規格 (ASTM D 953)、及び日本工業規格 (JIS K 7080) において規格化されている。ASTM では試験片側面を拘束してピン負荷をかけ、ピン孔がその直径の 4% の変形を起こしたときの荷重から面圧強度を評価する試験法を規格している。しかしこの方法では面圧強度評価に用いる荷重の物理的意味が不明瞭であることが問題とされている^{8,14)}。また JIS においては ASTM と同様の試験法 (JIS K 7080 A 法、以下 A 法と記す) の他、試験片側面を拘束せずに最大荷重から面圧強度を評価する試験法 (JIS K 7080 B 法、以下 B 法と記す) が規格化されている。試験片側面の拘束を行わない面圧強度試験では、単純な形状の治具を用いて容易に面圧強度を評価することが出来る反面、評価される面圧強度は試験片板厚に依存することが報告されている^{7,9,10)}。

* 通商産業省工業技術院物質工学工業技術研究所複合材料部 (305-8565 つくば市東 1-1)

Department of Composite Materials, National Institute of Materials and Chemical Research, AIST, MITI, 1-1 Higashi, Tsukuba 305-8565, Japan

著者らはこれまでに JIS K 7080 に準拠して平織り C/C 複合材料の面圧強度試験を行い、以下の点を明らかにしてきた。

1) B 法における完全面圧破壊のための試験片の形状条件はエッジ長/ピン径比、及び試験片幅/ピン径比が共に 2.5 以上と評価された¹⁸⁾。

2) B 法から評価される面圧強度は試験片板厚に比例した¹⁹⁾。一方、A 法から評価される面圧強度は試験片板厚に依存せず一定であった²⁰⁾。

3) B 法においては評価される面圧強度と試験片板厚との関係から、最大荷重下において試験片の数層が荷重負担能を有さないかのように振る舞うと考えられる。この荷重負担能を有さない層（無効板厚 t_i と呼ぶ）の厚さは試験片板厚に依存せず、平織り C/C 複合材料の場合は 1.3 mm 一定と評価された。そこで B 法に基づく面圧強度試験において、無効板厚の存在を考慮した有効面圧強度 σ_b^* を提案した。有効面圧強度 σ_b^* は式 (1) で定義される。

$$\sigma_b^* = \frac{P_{\max}}{D \cdot (t - t_i)} \quad (1)$$

ここで $P_{\max}$ は最大荷重、 D 、及び t はそれぞれピン径、及び試験片板厚を表す。評価された有効面圧強度は試験片板厚に依存せず一定値を取り、かつ A 法において評価された面圧強度と良い一致を示した²⁰⁾。

以上の研究から試験片側面拘束の有無が平織り C/C 複合材料の面圧強度に大きな影響を及ぼすことが明らかとなった。また有効面圧強度の導入により B 法に基づいた試験からも試験片板厚に依存しない面圧強度を定義することが出来た。しかしながら A 法における面圧強度評価荷重の物理的意味、また有効面圧強度が A 法に基づいて評価された面圧強度と良い一致を示す根拠が明らかにされていない。そこで本研究では A 法、及び B 法に基づいた面圧強度試験での破壊挙動を観察し、面圧強度評価荷重と破壊進展状況との関係を調べた。そして面圧強度評価荷重の物理的意味を考察した。

2. 実験方法

2.1 面圧強度試験

本研究では CFRP の面圧強度試験法を規格化した JIS K 7080 A 法、及び B 法に準拠して平織り C/C 複合材料の面圧強度試験を行った。A 法は ASTM D 953 に類似した試験法で、局部座屈を防止するためカラーを用いて試験片側面を拘束した状態でピン負荷をかける試験法である。その際、ピン相対移動量がピン径の 4% に達し

たときの荷重から面圧強度を評価する。またピン相対移動量がピン径の 4% に達する前に最大荷重を生じる場合には、最大荷重から面圧強度を評価する。一方、B 法は側面拘束を行わず最大荷重から面圧強度を評価する試験法である。

面圧強度 σ_b は式 (2) から評価される。

$$\sigma_b = \frac{P}{D \cdot t} \quad (2)$$

ここで P は、A 法においてはピン相対移動量がピン径の 4% のときの引張り荷重、もしくは最大引張り荷重を表し、B 法においては最大引張り荷重を表す。

本研究で用いた面圧強度試験治具を Fig. 1 に示す。カラーは直径 18 mm の円形状で、長手方向にはネジを切っている。JIS K 7080 に従えば、側面拘束の締め付け圧は評価される面圧強度にあまり影響を及ぼさない。そこで A 法に基づく試験ではカラーを指で締める程度とした。一方、B 法を適用した場合はネジをゆるめて試験片にカラーが接触しないようにした。用いたピンの直径 D は 6 mm、引張り速度は $8.3 \mu\text{m/s}$ で、室温大気中で面圧強度試験を行った。また面圧破壊進展状況を観察するため試験途中で数回にわたり除荷し、軟 X 線観察装置、及び光学顕微鏡を用いてピン接触部近傍を観察した。軟 X 線観察の際、管電圧、及び管電流をそれぞれ 30 kV、及び 2.5 mA とした。

Fig. 1 An illustration of the fixture employed in bearing strength tests.

Table 1 Constitutive materials of plain weave C/C composites.

Reinforcing fibers	Besfight® HTA (PAN)
Matrices	Base Phenolic resin
	Densification Coal tar pitch
Density, g/cm ³	1.5

2.2 試験片

大和田カーボン社製の平織り C/C 複合材料を供試材とした。供試材の繊維体積含有率は 60% で、製造時における熱処理温度は 1,873 K である。本研究で利用した材料の構成を Table 1 に示す。面圧強度試験に供した試験片の形状を Fig. 2 に示す。試験片のエッジ長/ピン径比、及び試験片幅/ピン径比はそれぞれ 5、及び 4 である。

3. 実験結果及び考察

3.1 側面拘束がない場合の面圧破壊進展挙動

B 法に基づく面圧強度試験において得られた荷重-変位曲線を Fig. 3 に示す。試験開始から最大荷重に至るまではほぼ線形な荷重-変位関係を取っている。最大荷重 (2,900 N) に至った後に、急激な荷重低下を起こした。試験片板厚が 3.1 mm であったことから、式 (2) より面圧強度は 156 MPa と評価される。本供試材である平織り C/C 複合材料の無効板厚は 1.3 mm と評価されている^{19,20)}。この無効板厚の存在を考慮した有効面圧強度は、式 (1) から 269 MPa と評価される。

Fig. 3 における点 A (荷重 2,000 N)、B (2,850 N)、

Fig. 2 A geometry of bearing strength test specimens.

及び C (最大荷重後の急激な荷重低下点) に相当する荷重に達した時点で除荷し、軟 X 線装置を用いて面圧破壊進展状況を観察した。各荷重レベルでの軟 X 線観察写真を Fig. 4 (A)~(C) に示す。黒い部分が損傷領域に対応している。同図 (A)、(B) からわかるように点 A、及び B における損傷はピン孔から最大でも 500 μ m 以内の範囲に限られている。最大荷重付近である点 B における損傷の拡がり点 A におけるそれと大差が見られない。そして点 C ではピン孔から 3 mm を越える範囲に損傷が広がっている (Fig. 4 (C))。このようなことから側面拘束がない場合における損傷は最大荷重近傍までピン接触

Fig. 3 Load-displacement curve in the bearing strength test without lateral constraint. Points arrowed in the curve correspond to the load level in which the damage propagation was observed.

Fig. 4 X-ray micrographs of bearing damaged area in the specimens tested without lateral constraint. (A) at 2,000 N, (B) at 2,850 N, (C) at the sudden drop in load just after the maximum load.

部の狭い範囲にとどまっていたことがわかる。最大荷重後、急激に荷重が低下していることから最大荷重点において損傷がピン孔から3mmを越える範囲まで急速に広がったと考えられる。

点B、及びCで除荷した試験片のピン接触部中央の光学顕微鏡による断面観察写真をそれぞれFig. 5 (A)、及び(B)に示す。点Bまで荷重をかけた試験片の観察倍率

Fig. 5 Optical micrographs showing the cross section of the loaded edge in the specimen tested without lateral constraint. (A) the specimen loaded up to 2,850 N, (B) the specimen loaded till the sudden drop in load just after the maximum load.

は約15倍であったことから長さ100 μ mを越える損傷であれば観察可能であると考えられるが、目立った損傷は確認されない。しかし点Cにおける試験片はピン接触部近傍で圧壊、層間割れ、及び座屈を呈している。また荷重軸45°方向に長さ6mm以上のせん断き裂が生じている。損傷の規模から考えて、急激な荷重低下を起こした原因はこのせん断き裂であると言える。このせん断き裂は最大荷重直前である点Bにおいて観察されないことから、最大荷重点において急速に進展したと考えられる。

3.2 側面拘束を行った場合の面圧破壊進展挙動

A法に基づく面圧強度試験において得られた荷重-変位曲線をFig. 6に示す。試験開始後、変位測定のためのつかみ具と試験片とのすべりのため荷重-変位曲線に非線形な挙動が見られるが、その後、荷重4,500N付近まで線形な関係を示している。そして勾配を徐々に低下さ

Fig. 6 Load-displacement curve in the bearing strength test with lateral constraint. Points arrowed in the curve correspond to the load level in which the damage propagation was observed.

せながら最大荷重 (5,450 N) に達して、急激な荷重低下を起こした。

この試験におけるピン径 4% の相対変位時の荷重に注目してみる。JIS K 7080 では相対変位量の評価方法として、荷重-変位曲線に現れる線形関係領域に引いた直線が横軸と交わる点を相対変位の起点に定めている。この試験におけるそれは試験開始からの変位 $150\ \mu\text{m}$ であった。したがってピン径 4% の相対変位が生じた点は変位 $390\ \mu\text{m}$ の地点となる。変位 $390\ \mu\text{m}$ における荷重は 4,500 N であり、荷重-変位関係の比例限と一致している。したがってこの試験における面圧強度は式 (2) に荷重 4,500 N を代入して、250 MPa と評価される。この面圧強度は有効面圧強度 269 MPa と比較的良好一致を示している。

Fig. 6 における点 A' (荷重 2,900 N), B' (4,500 N), C' (5,400 N), 及び D' (最大荷重後の急激な荷重低下点) に相当する荷重で除荷した試験片の軟 X 線装置による損傷領域観察写真をそれぞれ Fig. 7 (A)~(D) に示す。B 法に基づく試験においては点 A' の荷重レベルで最大荷重を取り、大規模な面圧破壊を起こしている。しかし A 法に基づく試験では損傷は最大でもピン孔から $300\ \mu\text{m}$ 以内の範囲に限られている (Fig. 7 (A))。そしてピン径 4% の相対変位が生じた点 B' においてはピン孔中央部の損傷は拡がりを見せ、ピン孔両端部から荷重方向に向けて損傷が進展し始めている (Fig. 7 (B))。更に非線形な荷重-変位関係を示す最大荷重直前の点 C' においては、ピン孔中央部の損傷は $500\ \mu\text{m}$ 程度に拡がってい

る。ここで注目すべき点はピン孔両端部から進展している損傷がピン孔から離れた領域、ピン孔との距離から判断するとカラー外周部の損傷につながる様子を見せていることである (Fig. 7 (C))。最大荷重直後の点 D' ではカラー外周部において大きな損傷が生じている。またピン孔両端部から進展した損傷がカラー外周部の損傷と完全につながっている (Fig. 7 (D))。

点 C', 及び D' において除荷した試験片のピン接触部の断面観察を行った。点 C' において除荷した試験片のピン孔中央部の断面からは目立った損傷は観察されなかった。しかし荷重方向に向けて損傷進展が観察されたピン孔端部の断面からはピン接触部から荷重軸 45° 方向にせん断き裂が進展して試験片板厚内部で止まっている状態が観察された (Fig. 8 (A))。したがって軟 X 線観察から確認されたピン孔端部から荷重方向に向けて進展している損傷はせん断破壊によるものであることがわかる。点 D' ではこのせん断き裂がカラー外周部に達し、そこで座屈を起こしている (Fig. 8 (B))。また B 法に基づく試験において観察されたピン接触部近傍の層間割れ、座屈は見られない (Fig. 5 (B))。

ここで荷重-変位曲線に勾配変化が現れた点 B' における破壊過程について考察してみる。Fig. 7 (A)~(C) に示した軟 X 線写真から観察されるピン孔中央部の損傷は Fig. 4 (A), (B) に示した B 法に基づく試験の最大荷重に達する以前のそれと同じ規模であった。B 法に基づく試験では Fig. 3 に示すように、最大荷重に達するまで荷重-変位曲線がほぼ線形であった。このようなこと

Fig. 7 X-ray micrographs of bearing damaged area in the specimens tested with lateral constraint. (A) at 2,900 N, (B) at 4,500 N, (C) at 5,400 N, (D) at the sudden drop in load just after the maximum load.

から Fig. 7 (A)～(C) で観察されるピン孔中央部の損傷規模では荷重-変位曲線の勾配変化に与える影響は小さいと言え、点 B' 以降の荷重-変位曲線に勾配変化が現れた原因はピン孔端部からのせん断き裂進展によると考えられる。したがって点 B'、つまりピン径 4% の相対変位時においてせん断き裂が発生し、最大荷重に至るまでき裂が安定に進展したと考えられる。

3.3 有効面圧強度と A 法に基づいて評価された面圧強度に関する考察

著者らは以前、B 法に基づいた試験における最大荷重下での損傷による試験片の荷重負担能の低下を試験片板

厚の減少と等価と仮定して、無効板厚という概念を提案した²⁰⁾。つまり最大荷重点においては損傷により無効板厚の厚さの層に荷重負担能がなくなると仮定した。式(1)の分母項の $(t-t_0)$ は実際の試験片板厚から無効板厚を差し引いた板厚、つまり荷重負担能が完全である板厚に相当する。3.1 節で述べたように、B 法に基づいた試験では最大荷重点でせん断き裂が発生したと考えられる。したがって式(1)で表される有効面圧強度は完全な状態の試験片にせん断き裂が発生する応力を評価することになる。

一方、A 法に基づいた試験においては Fig. 6 の点 B'

Fig. 8 Optical micrographs showing the cross section of the loaded edge in the specimen tested with lateral constraint. (A) the specimen loaded up to 5,400 N, (B) the specimen loaded till the sudden drop in load just after the maximum load.

から面圧強度が評価される。点 B' は荷重-変位曲線の比例限に対応している。また Fig. 6 の点 C' の荷重レベルで除荷した試験片の断面観察からはピン孔端部でせん断き裂の進展が観察され、それ以外の破壊形態である層間割れ、圧壊などは観察されなかった (Fig. 8 (A))。したがって点 B' は完全な状態の試験片にせん断き裂が発生する点に対応すると考えられる。

有効面圧強度、及び A 法から評価される面圧強度は共に完全な状態の試験片にせん断き裂が発生する応力に対応しており、このような理由から両者は良い一致を示すものと考えられる。

4. 結 論

本研究では平織り C/C 複合材料を供試材とし、側面拘束を行う、及び行わない二種類の面圧強度試験における

面圧破壊挙動を観察した。そして以下の知見を得た。

1) JIS K 7080 A 法、及び B 法で規定された面圧強度評価荷重点は、せん断き裂の発生点に対応すると考えられる。

2) 側面拘束の有無により面圧破壊挙動に大きな相違が現れた。試験片側面を拘束しない場合、最大荷重点においてせん断き裂が発生し、急速なき裂進展を起こした。一方、試験片側面を拘束した場合、ピン径 4% の相対変位点においてせん断き裂が発生した。その後の荷重増加によりせん断き裂は安定に進展し、カラー外周部に達したときに荷重低下を起こした。

3) 有効面圧強度と JIS K 7080 A 法に基づいて評価された面圧強度が良い一致を示す根拠を考察した、両者は完全な状態の試験片にせん断き裂が発生する応力を表すと考えられる。

参 考 文 献

- 1) J. Buckley : *Ceram. Bull.*, **67** (1988), 364-368.
- 2) G. Savage : *Carbon-Carbon Composites*, Chapman & Hall, London (1993), p. 323.
- 3) D. Schmidt : *SAMPE Journal*, **32** (1996), 44-50.
- 4) M. Bowditch & K. Stannard : *Composites*, **13** (1982), 298-304.
- 5) F. Matthews & R. Rawlings : *Composite Materials: Engineering and Science*, Chapman & Hall, London (1994), p. 392.
- 6) J. Stockdale & F. Matthews : *Composites*, **7** (1976), 34-38.
- 7) T. Collings : *Composites*, **8** (1977), 43-55.
- 8) M. Johnson & F. Matthews : *Composites*, **10** (1979), 73-76.
- 9) E. Godwin & F. Matthews : *Composites*, **11** (1980), 155-160.
- 10) F. Matthews, A. Roshan & L. Phillips : *Composites*, **13** (1982), 225-227.
- 11) T. Collings & M. Beauchamp : *Composites*, **15** (1984), 33-38.
- 12) I. Marshall, W. Arnold, J. Wood & R. Mousley : *Compos. Struct.*, **13** (1989), 133-151.
- 13) 剣持 潔, 大塚裕光 : 次世代複合材料ハンドブック, 日本規格協会, 東京 (1990), pp. 686-695.
- 14) M. Akay : *Composites*, **23** (1992), 101-108.
- 15) 毎熊宏則, 久保村健二 : 材料, **41** (1992), 1114-1120.
- 16) M. Akay & S. Ah Mun : *Composites*, **26** (1995), 451-456.
- 17) H. Wang, C. Hung & F. Chang : *J. Compos. Mater.*, **30** (1996), 1284-1313.
- 18) H. Tsuda & J. Takahashi : *J. Mater. Sci. Lett.*, **16**, (1997), 993-995.
- 19) 津田 浩, 高橋 淳, 渡辺 淳, 剣持 潔 : 日本機械学会論文集 A 編, **64** (1998), 1091-1095.
- 20) H. Tsuda, J. Takahashi, H. Nagai & K. Kemmochi : *J. Am. Ceram. Soc.*, (to be submitted).