研究論文

疲労負荷を受けた平織物複合材料の
微視的損傷発生・進展挙動杉本 健一^{*1}, 仲井 朝美^{*2}, 濱田 泰以^{*3}

(2005年2月28日受付)

Micro Damage Initiation and Propagation Behavior of
Plain Woven Composites after Fatigue LoadingKenichi SUGIMOTO,^{*1} Asami NAKAI^{*2} and Hiroyuki HAMADA^{*3}

(Received February 28, 2005)

In this study, micro damage initiation and propagation behavior of woven fabric composite after fatigue loading was investigated. In order to detect the micro damage under static tensile loading, acoustic emission (AE) technique was employed. The AE generating stresses were defined as the initiation and propagation of the micro damage. In case of static loading, Kaiser effects were confirmed above the AE generating stress. After fatigue loading, the residual properties were same as virgin material in case that fatigue stresses were kept lower than the AE generating stress. On the other hand, the residual properties, especially the AE generating stress were drastically decreased at the higher fatigue stresses range.

1. 緒 言

織物は、その高い力学的特性に加えて、ドレープ性やブリフォーム性、様々な成形方法が適用できる等の成形時における優れた取扱い性により、複合材料の強化基材として広く応用されている。一方、織物内部では繊維束同士が交差することにより、繊維束には必然的にうねり（クリンプ）が生じる。このクリンプが織物中の各交差部において生じるため、織物は繊維が有する本来の力学的特性が発揮されにくいという問題がある。また、このクリンプにより、織物の表面は平滑ではなく、凹凸を呈することになる。したがって、織物複合材料の断面においては、局所的に繊維が多く存在する領域と、ほとんど存在しない領域（樹脂リッチ部分）が形成されることになる。さらに、この織物表面の凹凸は、織物積層板中の

層間におけるはまり込み（ネスティング）を引き起こす場合もある^{1,2)}。このはまり込みにより層間における繊維の配向状態や繊維体積含有率が変化し、その結果、同一の織物を用いた場合においても、積層状態により力学的特性が変化することになる。このように、織物強化複合材料は、その内部において強化繊維の分散状態が不均一であり、繊維体積含有率がばらついた、顕著な不均質性を示すことになる。

織物強化複合材料のさらなる問題点として、強度と比較して極めて低い応力から発生する微視的損傷がある。微視的損傷とは、樹脂リッチ部分におけるマトリックスクラックや、繊維束内におけるトランスバースクラック、繊維破断、繊維束交差部における繊維束/繊維束界面のはく離などである³⁻⁵⁾。最終破壊は、これらの微視的損傷の累積により引き起こされるものであるため、微視的損傷の発生・進展挙動を把握することが極めて重要な問題となる。

現在の複合材料構造物の強度設計における許容応力は、基準応力と経験的に定められた安全率を用いて決定されている⁶⁾。基準応力には疲労限度やクリープ限度、その他の荷重条件を考慮した値が用いられる。しかしながら、個別の材料に対して疲労試験やクリープ試験など

^{*1~*3} 京都工芸繊維大学大学院工芸科学研究科先端ファイブ科学専攻 (606-0962 京都市左京区松ヶ崎御所海道町)

Division of Advanced Fibro Science, Kyoto Institute of technology

^{*1} 学生 Graduate Student, ^{*2} 助手 Research Associate, ^{*3} 教授 Professor

の長期耐久試験を実施するには甚大なコストが必要である。したがって、多くの場合、基準応力に静的強度を用い、一方で高い安全率を設定するという簡便な手法が採られている。いずれにしても、現在の強度設計における問題点は、低応力下で生じる微視的損傷の有無が考慮されていないということである。例えば、一見して判断できない程度に微小なクラックが生成された場合、そこから雨水や海水、酸といった様々な環境剤が浸入することにより、思わぬ破損事故に繋がることも十分に考えられることである⁷⁻⁹⁾。したがって、より信頼性の高い複合材料構造物の強度設計を実現するには、微視的損傷の発生を使用限界、すなわち強度設計における基準応力とすることが慣用であるといえる。しかしながら、静的負荷下における微視的損傷の発生と進展挙動に関する報告は見られるものの、疲労負荷を受けた複合材料における微視的損傷の発生・進展挙動に関する報告はほとんど見られない。

そこで本研究では、複合材料の荷重負荷の初期における微視的損傷の発生を強度設計における基準応力とする新たな設計指針の確立を目的として、疲労負荷を受けた織物複合材料の残留特性を評価することにより、静的負荷と疲労負荷における微視的損傷の発生・進展挙動について検討した。

2. 実験方法

2.1 材料および試験片

強化基材には平織ガラス (WEA7628, 日東紡績(株))、マトリックス樹脂にはビニルエステル樹脂 (RIPOXY R806, 昭和高分子(株))を用いた。本強化基材 (目付重量 210 g/m^2) は、たて繊維束 (Warp 方向)、よこ繊維束 (Weft 方向) とともに直径 $9 \mu\text{m}$ の単繊維 400 本から構成されている。両繊維束の 25 mm 幅における配向本数、すなわち織密度は、それぞれ 44 本、32 本であり、Warp 方向と Weft 方向では繊維量が異なる。

本強化基材およびマトリックス樹脂を用いてハンドレイアップ法により 4 層積層板を成形した。樹脂の硬化剤としてメチルエチルケトンパーオキサイド・ジメチルフラレート (パーメック N, 日本油脂(株)) を樹脂に対して 0.7 phr 添加、攪拌した。樹脂の硬化条件は、常温で 48 時間、 100 度の恒温雰囲気下で 2 時間とした。積層板の板厚は約 0.7 mm であり、目付重量と積層枚数の積をガラスの密度 (2.56 g/cm^3) と板厚で除することで得られる積層板全体の平均の理論繊維体積含有率は約 47% となった。Fig. 1 に引張試験片の模式図を示す。す

Fig. 1 Schematic drawing of specimen.

べての試験片は、たて繊維束が長手方向となるようにした。この積層板からダイヤモンドカッターを用いて長さ 150 mm 、幅 15 mm の短冊形状に切り出した。両端に長さ 25 mm のアルミニウムタブを貼付し、試験中央部には測定長が 5.0 mm のひずみゲージ (KFG-5-120-C1-11, 共和電業(株)) を貼付した。

2.2 静的引張試験

静的引張試験は、インストロン材料試験機 (4206 型, インストロン・ジャパン(株)) により、試験速度 1.0 mm/min 、室温の条件で行った。荷重データは、試験機のロードセルから制御盤、A/D コンバータを介してパーソナルコンピュータを用いて集積した。ひずみデータは、ブリッジ回路から動ひずみ計、A/D コンバータを介して、荷重データと同様にパーソナルコンピュータを用いて集積した。

試験中の微視的損傷の発生を検知するため、アコースティックエミッション (AE) 測定も引張試験と同時に行った。AE 測定には、AE 測定装置 (PAC3000 SPARTAN, フィジカルアコースティックコーポレーション(株))、センサには 150 kHz 共振型のものを用いた。測定条件として、プリアンプ、メインアンプのゲインおよびしきい値をそれぞれ 40 dB 、 60 dB 、 30 dB とした。

2.3 片振り疲労試験

疲労試験に供する試験片は、静的試験と同様とした。疲労試験には可搬型油圧疲労試験機 (KYB HTM05-100-03-N, カヤバ工業(株)) を用いた。試験条件は、繰返し周波数を 10 Hz 、応力比を 0.1 とし、静的引張強度に対する疲労負荷応力の割合 (以下、負荷応力比と記す) を 6.5% から 80% まで変化させた。

3. 結果および考察

3.1 静的引張試験

Fig. 2 に静的引張試験より得られた応力-ひずみ曲線を示す。試験開始直後において、応力はひずみに対して

Fig. 2 Stress-strain curve of glass woven composite laminate.

Fig. 4 Fracture aspect of specimen failed by static tensile loading.

Fig. 3 Stress-displacement curve and cumulative AE events-displacement curve.

Fig. 5 Relationships between applied stress ratio and time and cumulative AE events and time in step loading tensile test of virgin specimen.

線形的な挙動を示し、その後徐々に剛性が低下する非線形な挙動を示した。Fig. 3に応力-変位線図、累積AE事象数-変位線図を示す。試験開始直後において、AEは検知されておらず、このことから雰囲気環境のノイズは除去されていることがわかる。引張応力が約70 MPaを超えた近辺からAEが発生した。AEは最初の発生直後は緩やかに増加し、その後急激な増加の傾向に転じた。本研究では、AE発生応力を微視的損傷が発生する際の応力として定義する。静的引張試験より得られた弾性率、強度、AE発生応力（試験片30本の平均値）はそれぞれ26.1 GPa, 370 MPa, 81.0 MPaであった。AE発生応力は、強度に対して約22%の値を示した。

静的引張試験により破断した試験片端面の顕微鏡による観察写真および模式図をFig. 4に示す。紙面と直交している各よこ繊維束内にはトランスバースクラックが

生じていた。また、層間の樹脂部において無数のマトリックスクラックが確認された。

静的負荷において、AEを測定中に負荷と除荷を繰返ししながら負荷応力を徐々に増加させる試験を3本の試験片に対して実施した。負荷応力/静的強度（以下、負荷応力比と記す）は1サイクル目においては15%、2サイクル目においては22%とし、以降サイクル毎に10%ずつ増加させた。Fig. 5に負荷応力比と時間および累積AE事象数と時間の関係を示す。1サイクル目においてAEは発生せず、2サイクル目の最大応力（強度の22%）においてAEの発生が確認された。3サイクル目においてAEが発生した際の応力は、2サイクル目における最大応力（強度の22%）と等しかった。同様に4サイクル目（負荷応力比40%）においてAEが発生し

実際の応力は、3サイクル目における最大応力（強度の30%）であった。このように、4サイクル目までは、AEのカイザー効果が確認された。このことから、低応力下において一度発生した損傷は、より高い応力負荷を受けるまで進展しないと見える。なお、試験片3本について同様の繰り返し静的引張試験を行った結果、いずれも4サイクル目まではカイザー効果が見られることを確認している。一方、5サイクル目（負荷応力比50%）および6サイクル目（負荷応力比60%）においては、カイザー効果が見られず、一度生じた損傷が負荷応力履歴の範囲内で止まらずに進展していたと考えられる。

3.2 片振り引張疲労試験

Fig. 6に疲労試験より得られた負荷応力と繰り返し数の関係を示す。縦軸は、疲労における負荷応力を平均の静的強度で除して正規化しており、左端の繰り返し1回

Fig. 6 Relationship between applied stress ratio and number of cycle.

Fig. 7 Fracture aspect of specimen failed by fatigue loading.

は、静的試験の強度を示す。負荷応力比が30%以下の試験片に関しては破断しない状態で試験を中断したため、負荷応力比40%以上の場合とは異なるプロットで示している。負荷応力比60%において約1,800回の繰り返し負荷で破断した試験片の断面観察写真および模式図をFig. 7に示す。疲労負荷により破断した試験片の破壊様相は、Fig. 4の静的負荷で破断した試験片の破壊様相と比較して、トランスバースクラックやマトリックスクラックの数が明らかに多いことがわかる。さらに、静的負荷では見られなかったたて繊維束とよこ繊維束のはく離も積層板の最外層において観察された。

Fig. 6に示した負荷応力比と繰り返し数の関係に基づき、残留特性を評価するに当たり、ある程度の繰り返し数においても破断しない疲労試験の条件として、図中の破線で示すように、負荷応力比50%における繰り返し数4,500回を上限として定めた。そこで、負荷応力比を15%、22%、30%、40%、50%の5段階、繰り返し数4,500回で疲労試験を中断した。負荷応力比15%はAE発生応力未満であり、負荷応力比22%はAE発生応力に相当する。

Fig. 8にそれぞれの試験片の外観写真を示す。負荷応力比22%までの繰り返し負荷を受けた試験片は、バーজন材と同等の外観を呈していた。一方、負荷応力比が30%から40%、50%と増加するにしたがって、損傷に

Fig. 8 Overview of specimens after fatigue loading in 4,500 cycles.

(a) 22% applied stress ratio

(b) 30% applied stress ratio

(c) 50% applied stress ratio

Fig. 9 Damage, aspect after fatigue loading.

よる白化により試験片の透過性が徐々に低下している様子が確認された。

Fig. 9 に負荷応力比 22%, 30%, 50% で 4,500 回の繰り返し負荷を受けた試験片端面における繊維よこ繊維束の顕微鏡観察写真を示す。Fig. 9 (a) に示す負荷応力比 22% は、いかなる損傷も観察されなかった。Fig. 9 (b) に示す負荷応力比 30% の場合、よこ繊維束内にトラン

スバースクラックが観察された。Fig. 9 (c) に示す負荷応力比 50% においては、トランスバースクラックに加えてマトリックスクラック、よこ繊維束とたて繊維束のはく離、たて繊維束内の繊維破断が観察された。

負荷応力比の異なるそれぞれの試験片の残留特性評価として、静的引張試験における応力-ひずみ線図を Fig. 10 に示す。負荷応力比が 15% および 22% の試験片にお

Fig. 10 Stress-strain curves for residual static tensile tests.

Fig. 11 Relationship between residual modulus and applied stress ratio.

ける応力とひずみの関係は、バージン材の応力-ひずみ曲線と比較してもそれほど変わらない。負荷応力比が増加するにしたがって、初期剛性は減少する傾向を示した。

Fig. 11 に残留弾性率と負荷応力比の関係、Fig. 12 に残留強度と負荷応力比の関係、Fig. 13 に残留特性として得られた AE 発生応力と負荷応力比の関係（いずれも試験片 3 本の平均値）を示す。これらの図から、すべての特性に関して、負荷応力比 22% まではバージン材と同等の値を示し、負荷応力比 30% 以上において顕著な残留特性の低下が確認された。

次に残留特性としての AE 発生応力に及ぼす繰返し数の影響を調べるため、負荷応力比 15%、22%、30% については繰返し数を 18,000 回とし、負荷応力 40% については 9,000 回でそれぞれ疲労試験を中断した。Fig. 14 にそれぞれの試験片の AE 発生応力と繰返し

Fig. 12 Relationship between residual strength and applied stress ratio.

Fig. 13 Relationship between AE generating stress and applied stress ratio.

Fig. 14 Relationships between residual AE generating stress and number of cycle.

数の関係を示す。負荷応力比15%に関して、AE発生応力は繰返し数によらず一定の値を示し、負荷応力比22%の試験片は繰返し数18,000回において約15%低いAE発生応力を示した。同様に、繰返し数を18,000回とした負荷応力比30%の試験片、繰返し数を9,000回とした負荷応力比40%の試験片は、繰返し数4,500回と比較してそれぞれ18%, 62%の低下となった。

以上の結果から、静的引張試験により同定されるバージン材のAE発生応力は、疲労負荷において微視的損傷の発生・進展が開始される応力に対応していると考えられる。静的負荷においてカイザー効果が見られた負荷応力比30%, 40%においても、疲労負荷においては損傷の発生・進展が顕著であった。これは、ひとたび発生した微視的損傷が、繰返し負荷の中で断続的に進展することに加え、新たな微視的損傷が逐次発生し、それらが累積することが原因であると考えられる。一方、このバージン材のAE発生応力未満における疲労負荷は、微視的損傷を生じず、バージン材と同等の残留特性を示した。この結果は、静的試験において、AEを用いて微視的損傷の発生を評価することにより、 10^7 回以上の繰返し負荷においても破断しない疲労負荷応力の上限とされる疲労限度が推定でき、疲労特性評価に要するコストが大幅に低減できることを示唆している。したがって、複合材料の強度設計に関しては、微視的損傷を考慮することが重要であるといえる。

5. 結 言

本研究では、疲労負荷を受けた織物複合材料の残留特

性を評価することにより、静的負荷と疲労負荷における微視的損傷の発生・進展挙動について検討した。以下に本研究で得られた知見を示す。

(1) バージン材のAE発生応力未満の疲労負荷においては、いかなる損傷も観察されず、残留強度についてもバージン材と同等である。

(2) バージン材のAE発生応力を越える応力による疲労負荷においては、負荷応力および繰返し数の増加により、不可逆的に損傷が進行し、結果として残留強度や残留特性としてのAE発生応力の低下を引き起こす。

参 考 文 献

- 1) S.V. Lomov, I. Verpoest, T. Peeters, D. Roose & M. Zako : *Compos. Sci. Technol.*, **63** (2003), 993-1007.
- 2) B. Chen & T.W. Chou : *Compos. Sci. Technol.*, **60** (2000), 2223-2231.
- 3) F. Gao, L. Boniface, S.L. Ogin, P.A. Smith & R.P. Greaves : *Compos. Sci. Technol.*, **59** (1999), 123-136.
- 4) A.K. Roy : *Compos. Sci. Technol.*, **58** (1998), 1793-1801.
- 5) G. Nicoletto & E. Riva : *Compos. Sci. Technol.*, **35** (2004), 787-795.
- 6) 植村益次編：FRP 構造設計便覧，社団法人強化プラスチック協会（1996）pp. 191-198.
- 7) 藤井善通，溝口真知子，濱田泰以：材料システム，**20** (2002), 137-142.
- 8) 藤井善通，溝口真知子，濱田泰以：材料システム，**22** (2004), 87-96.
- 9) 藤井善通，久保田智子，前川善一郎，濱田泰以，村上 惇，吉識忠継：材料，**43**, 486 (1994), 271-277.