AE 法によるクラス A-SMC の疲労破壊機構の一考察[†]

鈴木 恵* 中西 博* 岩本 正治*
 矯 桂 琮** 小 池 清*** 伊 村 真****
 重 光 聡**** 自 念 栄 一*****

Fatigue Fracture Mechanism of Class A-SMC by Acoustic Emission Method

by

Megumu SUZUKI*, Hiroshi NAKANISHI*, Masaharu IWAMOTO*,
 Gui-Qiong JIAO**, Kiyoshi KOIKE***, Makoto IMURA****,
 Satoshi SHIGEMITSU**** and Eiichi JINEN*****

The fatigue fracture mechanism of class A-SMC which has been developed for the outer panel in automobiles was studied by determining the parameters of acoustic emission (AE) detected during its fatigue fracture process. The results obtained are as follows:

(1) The macroscopic fatigue fracture behavior is accurately reflected by the AE event count rate and the total AE energy, which are the most proper AE parameters to represent the macroscopic fracture pattern of composite materials.

(2) It is confirmed that the fatigue fracture mechanism can not be explained by the AE amplitude, even if by using the results of the macroscopic and microscopic observations of fatigue fracture surface.

(3) The microscopic fracture mechanism during the fatigue test can be clarified by observing the fracture surface microscopically and applying the relation among the AE frequency, the load and the power spectrum obtained on the static tensile test to the relation among the AE frequency, the number of cycle and the power spectrum obtained in the tensile fatigue test. It is found that the most proper AE parameter to represent the fatigue fracture behavior of constituent elements in the composite materials is the AE frequency spectrum.

キー・ワード: 複合材料, クラス A-SMC, 疲労破壊機構, AE 法, 周波数スペクトル

1 緒 言

最近, FRP が機械や構造物に使用されているが, 機械や構造物を安全に保つために, FRP の破壊機構を研究する必要がある. FRP の破壊機構は複雑であるので, その破壊機構を正確に知ることは困難であるが, FRP の破壊過程の調査や監視のために, AE 法が使われている. その AE 法の中で, AE パラメータとして事象数, 事象率, 振幅, エネルギーおよび周波数スペクトルが用いられ, FRP においては破壊じん性の評価¹⁾, 疲労損傷の評価²⁾, 欠陥探査やその評価³⁾などの研究に応用され, 良い成果が得られている.

本研究では, 優れた表面平滑性をもつ自動車用主要

外板部品として開発されたクラス A-SMC の疲労破壊過程に検出した AE 法より求めた AE パラメータに, 静的破壊過程で検出した AE パラメータと微視的破面の観察との関係を適用して, 疲労過程のクラス A-SMC の構成因子の破壊で生ずる AE 波の周波数分布から, この試料の疲労破壊機構を解明することを研究目的とする.

2 実 験

2-1 実験試料

供試材として用いたクラス A-SMC は, 主材である不飽和ポリエステルに, 低収縮剤として飽和ポリエステルを加えた樹脂系に, 充てん材として 0.1~30 μ m

[†] 原稿受理 昭和62年4月10日 Received Apr. 10, 1987

* 正 会 員 京都工芸繊維大学工学部 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Faculty of Engineering and Design, Kyoto Institute of Technology, Goshō-kaidōcho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto

** 西北工業大学 中国西安市, Northwestern Polytechnical University, Xian, China

*** 京都工芸繊維大学大学院 (現在, 三菱電機(株)) 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Graduate Student, Kyoto Institute of Technology, Goshō-kaidōcho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto

**** 京都工芸繊維大学大学院 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Graduate Student, Kyoto Institute of Technology, Goshō-kaidōcho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto

***** 正 会 員 京都工芸繊維大学工業短期大学部 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Technical College, Kyoto Institute of Technology, Goshō-kaidōcho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto

の粒度分布をもつ不定形な炭酸カルシウムを樹脂 100 部に対して 180 部充てんし、強化材として直径 $13\mu\text{m}$ 、長さ約 25 mm の E ガラス繊維を 200~400 本集束したストランド（繊維束）状態で分散させた SMC シートを 8 層積層した繊維重量含有率 30% の平板である。この試料の機械的性質を Table I に示す。疲労試験片の形状と寸法は Fig. 1 (a) に示すような CT 試験片である。ここに、初期切欠きの先端は、通常疲労き裂をナチュラルクラックとするが、FRP の場合には疲労き裂を入れると、繊維などの存在によりき裂前縁が複雑な様相を示し、明確な切欠き長さを測定することが困難となる。したがって、初期切欠きの最初の 14 mm をファインカッターで、残りの 1 mm をカミソリ刃で注意深く入れた。また、静的試験のために、Fig. 1 (a) の CT 試験片と (b) の SEN 試験片も使用した。

Table I. Mechanical properties of specimen.

Elastic modulus E (GPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Poisson's ratio ν	Elongation φ (%)
15.2	73	0.3	6.9

Strain rate: 33.3%/min, Temp.: $20 \pm 2^\circ\text{C}$, $60 \pm 5\% \text{RH}$

2.2 実験方法

実験は恒温恒湿室 ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, $60 \pm 5\% \text{RH}$) 中で、電気油圧式サーボ試験機（島津サーボパルサー EHF-ED10-20L 形、油圧源の振動防止装置付）を用いて低サイクル疲労試験を行った。疲労試験は、応力比（＝最小荷重／最大荷重）が零となるように、最大荷重 $P_{\text{max}} = 2940 \text{ N}$ 、最小荷重 $P_{\text{min}} = 0$ の一定荷重片振り引張で行い、荷重波形は三角波で繰返し速度は毎分 30 回とした。ここに、最大荷重をこの値に定めたのは次の理由による。すなわち、これより最大荷重を小さくすると、破壊までの時間は長くなりき裂端の開口変位

Fig. 1. Shape and dimension of test specimens, (a) CT specimen and (b) SEN specimen.

測定用のクリップゲージの破損をまねく恐れがある。逆に最大荷重を大きくすると、その心配はなくなるが疲労試験の意義が薄れるので、安定き裂進展過程が現れるこの荷重を採用した。実験中の荷重 P と荷重点変位 δ を X-Y レコーダに記録するとともに、クリップゲージによるき裂端の開口変位 COD も測定し、 P - COD 関係を記録して、コンプライアンスには COD/P を採用した。

つぎに、試験中の AE 計測システムのブロック線図を Fig. 2 に示す。AE 計測には島津 AE 計測装置 SAE-1000A を使用し、ハイパスフィルタ 10 kHz、アンプ総合利得 60 dB、しきい値電圧 0.3 mV に設定し、本実験に用いた SMC は突発形の AE を示すので、イベントカウント法により AE 事象率、AE 総エネルギーを

Fig. 2. Block diagram of AE measuring system.

求めた。また、試験中に検出したアナログ AE 信号を 1MHz 広帯域データレコーダ (ソニー・マグネスケール社製 FMR1219) に記録し、試験終了後波形処理装置 (アナログ社製 DATA6000) で高速フーリエ変換 (FFT) 法により周波数を求めた。センサは広帯域形センサ (富士セラミック社製 S-WD 形) で雑音を防ぐために 2 ch で使用し^{*1}、瞬間接着剤を用いて試験片に取りつけた。またピン穴からの雑音も除去するために負荷用ピンにグリスを塗った。

また、き裂長さは Fig. 3 に示すように、き裂先端前方に損傷領域が存在するためにき裂先端の判定が困難であるので、コンプライアンス法により求めた。コンプライアンス法により疲労き裂伝ば曲線 ($a-N$ 曲線) を求める手順を次に示す。まず種々の切欠き長さ

Fig. 3. Damage appeared ahead of fatigue crack on specimen surface.

*1 2 個のセンサに AE 波が到達する時間差を利用する空間フィルタとして使用。

を有する試験片を作成し、これらを疲労試験のときと同程度の引張速度 (50 mm/min) で引張り、 $P-COD$ 曲線を求め、この曲線の初期こう配よりコンプライアンス C を求める。この C と初期切欠き長さ a より Fig. 4 (a) に示すような校正曲線 ($C-a$ 曲線) を得る。つぎに、疲労試験中のある繰返し数で図(b)のような $P-COD$ 曲線を記録し、それより図(c)のようなコンプライアンス C と繰返し数 N の関係 ($C-N$ 曲線) を描き、 $C-a$ 曲線と $C-N$ 曲線より同一コンプライアンス C_1 におけるき裂長さ a_1 と繰返し数 N_1 を求めることより、図(d)に示す $a-N$ 曲線を求めた。

3 実験結果と考察

3.1 疲労き裂進展と AE 発生挙動

コンプライアンス法により求めた疲労き裂伝ば曲線 ($a-N$ 曲線) を Fig. 5 の実線にて示す。疲労き裂は応力繰返しの初期に急速に、その後はほぼ安定に進展し、最後に急激にき裂は進展して破断に至る。しかし、この繰返し応力では図中の矢印で示すように安定き裂進展中に小規模ではあるが、き裂が急速に進展することがしばしばみられた。

また、疲労き裂進展中の AE 発生挙動と繰返し数との関係を同図に併せて示した。細い実線は AE 事象率、破線は AE 総エネルギーを示している。 $a-N$ 曲線中で矢印で示した繰返し数付近には、AE 事象率の変化はきわめて明確に表れ、き裂が急速に進展することに対応している。それ以外のところでも AE 事象率に小さなピークが数多くみられるが、これらのところでは

Fig. 4. Schematic representation of compliance method, (a) $C-a$ curve, (b) $P-COD$ curve, (c) $C-N$ curve, and (d) $a-N$ curve.

Fig. 5. Relationship between fatigue crack length and AE event count rate or total AE energy at cyclic load $P=2\,940\text{ N}$.

a - N 曲線には明確に表れないようなはく離をともなう微小なき裂進展がおこっていると思われる。一方、AE 総エネルギーには静的破壊にみられるような明確な変化があまりみられないが、矢印で示した繰返し数付近や最終破断時には AE 総エネルギーは急増している。したがって、AE 事象率および AE 総エネルギーを用いて、巨視的な疲労破壊過程を追跡することは可能と思われる。しかし、破壊機構を微視的に解明するには、上記の AE パラメータでは困難である。

3・2 疲労破面と AE 振幅の様相

Fig. 6 に示す巨視的な疲労破面の様相を観察すると静的破壊した SEN 試験片ほどではないが、表面層の

Fig. 6. Macroscopic fatigue fracture pattern, (a) fractured test specimen and (b) macroscopic pattern of fracture surface.

Fig. 8. Microscopic fatigue fracture pattern of glass fibers at stable crack growth region, (a) fractured fibers and (b) broken fiber bundle.

Fig. 7. Microscopic fatigue fracture pattern of matrix at stable crack growth region.

はく離や材料内部の層間はく離が多少みられる。疲労破面をさらに詳細に検討するために行った電子顕微鏡による微視的観察について述べる。疲労き裂の進展開始時（繰返し数 0～50 でⅠ領域と呼ぶ）の切欠き先端近傍の破面、き裂の安定成長域（繰返し数 200～250 でⅡ領域と呼ぶ）の破面、最終破壊（繰返し数 580～634 でⅣ領域と呼ぶ）の破面での母材の破壊状況は、各領域の破面とも余り差はなく、Fig. 7 にⅡ領域の破面を代表して示したが、静的破壊のときの破面と余り変わらないようである。しかし、Ⅰ、ⅡおよびⅣ領域の繊維の破断あるいは破損は、静的破壊の破面におけるより多いのが観察された。Ⅰ領域の繊維の破壊の様相は、巨視的には静的破壊の破面とあまり変わらない。しかし、

Fig. 9. Amplitude distribution of AE wave detected during fatigue fracture.

Fig. 10. Amplitude distribution of AE wave detected at four stages in fatigue crack growth curve, where I: 0~50 cycle, II: 200~250 cycle, III: 380~430 cycle, and IV: 580~634 cycle.

微視的観察によると繊維を真二つに割ったようではなく端が欠けるように破断しているのが目につき、細かく割れた繊維も多く観察された。これらの現象は Fig. 8 (a)に示すようにⅡ領域でも観察されたが、Ⅱ領域ではまた図(b)に示すように繊維束が崩れた状態も多く観察された。さらに、Ⅳ領域では繊維束が崩れた状態や破断した繊維が多く観察された。これらの傾向は静的破壊の場合にはみられなかったが、繰返しの除荷過程で破面が押しつぶされて生じたものと思われる。これについては今後応力比を変えてさらに研究する必要がある。

つぎに、疲労破壊過程の全体の AE 振幅を Fig. 9 に示す。この傾向は SEN 試験片による静的破壊の AE 振幅と似ている。すなわち、2 mV 以下の炭酸カルシウムの影響が強い母材の破壊に対応する AE 振幅、2~4 mV のガラス繊維と母材とはく離、

ガラス繊維の引抜きに対応する AE 振幅が多く、4 mV 以上の層間はく離や繊維の破断に対応する AE 振幅は少ないが観察された。しかし、この図からは余りはっきりしたことが言えないので、さらにⅠ、Ⅱ、Ⅲ（繰返し数 380~430）およびⅣ領域の AE 振幅の分布図をとってみたが、Fig. 10 に示すように明確な違いは余りなく、AE 振幅から疲労破壊過程での構成因子の破壊を識別することは困難のようである。また、AE 振幅は母材の割れや繊維の破断などの構成因子の破壊に依存するだけでなく、損傷領域の大きさにも依存することが報告されているので、FRP の破壊機構を識別するのに AE 振幅だけでは危険である。

そこで、静的破壊で周波数解析を試みた結果を利用して疲労破壊機構を研究する。

3.3 AE 周波数スペクトルによる疲労破壊機構の解明

3.3.1 静的破壊機構と AE 周波数スペクトルとの関係 周波数スペクトルとしてパワースペクトルを用いたときの、静的引張試験での負荷開始から最大荷重点までに検出した AE 波のパワースペクトルを 3 次元グラフで示したのが Fig. 11 である。150 kHz 以下の低周波成分と、200 kHz 以上の周波数成分に大きく分けられる。前報⁴⁾のガラス繊維と樹脂のみで成型した試料（以後 C 材と呼ぶ）と異なるのは、200 kHz 以上の周波数成分が複雑に入っていることである。これは炭酸カルシウムとガラス繊維の影響がともにこの周波数帯域に表れたものと考えられる。一方、この試料の微視的破面の様相および破壊の進行過程は、C 材のそれらとよく似ている。そこで、C 材の微視的破面観察によると繊維のはく離と引抜きが多くみられ、それらは破壊の進行過程の早くから観察され、200~300 kHz が対応した。さらに、破壊の進行過程の後半になって観察される繊維の破断は 300 kHz 以上の周波数成分が対応していることがわかった。

Fig. 11. Power spectrum of AE wave detected from loading to maximum load of CT specimen at static test, $P_{\max}=1833 \text{ N}$.

Fig. 12. Power spectrum of AE wave detected from loading to fracture (maximum load) of SEN specimen at static test, $P_{\max}=9594$ N.

つぎに、前述のように層間はく離はこの試料のSEN試験片にて観察されたので、同試験片の負荷開始から破断（最大荷重点）までの間に検出されたAE波のパワースペクトルを表した3次元グラフをFig. 12に示す。この図はCT試験片の場合のものと異なっており、100 kHz以下の低周波数成分が際だって強いことがわかる。この低周波数成分は、負荷開始後少し経過してから現れ始めいったんみられなくなるが、最終破断近くで再び現れる。これらの低周波数成分以外としては、CT試験片の場合のグラフと同様に、200 kHz以上の周波数成分がみられる。これをさらに観察すると200～300 kHzまでの間にピークをもつスペクトルが破壊過程の中ごろにみられ、また300～400 kHzまでの周波数範囲内では、400 kHzに近い周波数のところにピークをもつスペクトルがみられる。これらは、それぞれ炭酸カルシウムの割れおよび炭酸カルシウムと樹脂とのはく離、繊維のはく離および引抜き、繊維の破断に対応していると考えられる。そして、100 kHz以下の低周波数成分は、破壊過程その周波数が現れる時期と巨視的観察とから考えて、表面層のはく離、および材料内部での層間はく離に対応していると考えられる。これらのAE発生源と考えられる構成因子の破壊とAE波の周波数帯域との関係をTable IIに示す。これにより疲労破壊におけるAE発生源の識別が容易になる。

3.3.2 AE周波数スペクトルによる疲労破壊機

Table II. Classification of fracture pattern.

Kinds of fracture pattern	Frequency range (kHz)
Resin cracking	30～150
Delamination	30～100
Calcium carbonate cracking and debonding	230～450
Fiber debonding and pulling out	180～290
Fiber breaking	300～400

構の考察 試料の構成因子の破壊機構の違いにより、異なる周波数成分をもつAE波が発生することに注目して、疲労破壊進展挙動をパワースペクトルを用いて調べる。Fig. 13は疲労試験開始時から最終破断に至るまでの間に検出したAE波のパワースペクトルを繰返し数の増加により、いかに変化するかを示した3次元グラフである。この図からわかるように、疲労破壊の進行中に検出したAE波のパワースペクトルには明確な違いが現れている。スペクトルの周波数成分に注目して、3・3・1項の静的破壊の結果を適用すると、き裂進展開始時

の領域(I)では、繊維の破断、はく離および引抜きなど多くの繊維が関与する破壊が生じている。また、母材樹脂および炭酸カルシウムの破壊も生じている。安定き裂成長領域(II)では、各周波数でのエネルギーが小さいために、スペクトル全体が平坦であるが、繊維破断に対応する400 kHzの付近の周波数成分がよくみられる。き裂がやや急速に進む領域(III)では、繊維の関係する破壊を示す200 kHz以上の周波数成分のほかに、安定き裂成長領域ではあまりみられない150 kHz以下の周波数成分が多くみられ、全体的にこの領域ではスペクトルの各周波数成分が活発である。最終破壊の領域(IV)では、最も活発にスペクトルの各周波数成分がみられ、各種の破壊がいつせいに生じているのがわかる。

このように、パワースペクトルを用いると、材料の破壊機構とその周波数成分との対応関係に注目することにより、疲労破壊の進行過程を詳細に評価できることがわかった。以上より周波数スペクトルは、疲労破壊をも微視的にとらえてその進行過程を追跡できる有効なAEパラメータであることがわかった。

4 結 言

クラスA-SMCを用いて疲労破壊させ、その破壊過程中的AE波を検出し、供試材の疲労破壊機構を各種AEパラメータを用いて研究した。その結果、得られた結論は次の通りである。

(1) 疲労試験における巨視的な破壊挙動は、AE事象率とAE総エネルギーに明確に反映されることから、AE事象率とAE総エネルギーは、複合材料の巨視的な破壊の様相を知るのに適したAEパラメータである。

(2) 疲労試験の巨視的および微視的破面観察の結果を基にしても、AE振幅と破壊機構との関係はあまり良い対応を与えないことがわかった。

(3) 静的引張試験で得られたAE波から導いた周波数-荷重-パワースペクトルの関係と微視的破面観察の結果を、引張疲労試験で得られたAE周波数-繰返し

Fig. 13. Power spectrum of AE wave detected during fatigue process of CT specimen at cyclic load $P=2940$ N.

数-パワースペクトルの関係に適用すると、疲労過程
中の微視的な破壊機構が解明でき、複合材料の構成因
子の疲労破壊を示す最も適したAEパラメータは、周
波数スペクトルであるということがわかった。

本研究は文部省科学研究費（一般研究A）の助成に
より行ったものであり、種々ご助力頂いた日立化成工
業（株）結城工場に感謝します。

参 考 文 献

- 1) 下村慶一, 関根英樹, 高橋秀明, 岸本秀弘, 鈴木正彦,
藤堇一仁, 非破壊検査, **33**, 520 (1984).

- 2) M. Shiwa, S. Yuyama and T. Kishi, Progress in
Acoustic Emission III, p.554 (1986) The Japan Soc.
for NDI.
- 3) N. Sato, T. Kurauchi and S. Kamigaito, Progress
in Acoustic Emission III, p.620 (1986) The Japan
Soc. for NDI.
- 4) 鈴木 恵, 中西 博, 岩本正治, 自念栄一, 前川善一郎,
小池 清, 材料, **36**, 229 (1987).