ランダム短繊維 SMC 複合材料の損傷進展に関する研究[†]

矯 桂 琮* 鈴木 恵**

A Study on Damage Growth of Random Short Fiber SMC Composites

by

Gui Qiong JIAO* and Megumu SUZUKI**

The mechanisms of damage initiation and growth of random short fiber SMC specimens with a notch during quasi-static loading and the relationship between the damage zone size and the acoustic emission (AE) have been studied. The results obtained are shown as follows:

(1) The damage in the notched SMC specimen initiates in the matrix at the tip of notch and it propagates to the fiber dominant area with an increase of load. The damage in the matrix dominant area is observed in a form of crack at the interfaces between resin and particles of calcium carbonate. It is found that the damage in the fiber dominant area is initiated by debonding at the interfaces between fiber and matrix or in fiber strand.

(2) The damage zone at a notch tip can be divided into the main-damage and the sub-damage zones. The AE cumulative event counts and the AE total energy correspond to the growth of damage zone. Therefore, it can be concluded that the damage changes from the stable growth to the unstable one according to the AE cumulative event counts or the AE total energy when the sub-damage zone approaches to the critical value.

(3) It is clarified that the growth of sub-damage zone is represented by the stress intensity factor K_I , considering the effect of main-damage zone.

Key words: Composites, Class A-SMC, Damage growth, AE method, Main-damage zone, Sub-damage zone, Stress intensity factor

1 緒 言

近年、複合材料は自動車用材料としてますます使用されるようになってきている。そのような状況下で乗用車の主要な外板としてクラス A-ランダム短繊維 SMC 複合材料（以後クラス A-SMC と称する）が注目されている。このような新材料の開発にともない自動車用 SMC 材料の破壊じん性^{1,2)}と疲労き裂の進展³⁾についての研究、また非破壊検査中で有力な手段といわれている AE (Acoustic emission) 法によるクラス A-SMC 材の破壊機構の研究も行われている^{4,5)}。しかし、SMC 材の損傷に関する研究は、疲労の分野にはあるが^{6,7)}、準静的な引張荷重下での分野においてはほとんどないと言ってよいようである。

一般に、複合材料は異方性と不均一性のために、欠陥などの応力集中域に損傷が発生進展し、破壊過程は損傷の進展過程とも言われている。本研究では、準静的な引張荷重下で発生する AE 波から求めた AE パラメータと金属顕微鏡および走査電子顕微鏡による巨視的および微視的観察方法とを併用して切欠きを有するクラス A-SMC 材の損傷の発生と進展の様相、および損傷域と AE パラメータとして AE 累積事象数

あるいは AE 総エネルギーの関係を検討し、クラス A-SMC 材の準静的な引張荷重下での破壊機構を究明する。

2 実 験

2.1 実験試料

本実験の供試材はゴム系の改質剤を混合した不飽和ポリエステル樹脂の中に炭酸カルシウムを樹脂 100 部に対し 180 部充てんし、さらに直径 13 μm 、長さ約 25 mm のガラス繊維を 200 本～400 本集束したストランドを分散させたシートを積層し作った繊維重量含有率 26%、厚さ 3 mm の平板である。この試料の機械的性質を Table I に示す。また、試験片の形状は Fig. 1 に示すような SEN (Single edge notched) 試験片である。試験片中の切欠きはすべて長さを 9 mm とし、ダイヤモンド・ホイールカッターで注意深く入れた。

Table I. Mechanical properties of materials.

Elastic modulus $E(\text{GPa})$	Proof stress $\sigma_{0.2}(\text{MPa})$	Tensile strength $\sigma_b(\text{MPa})$	Poisson's ratio ν
12.18	55.2	85.8	0.28

[†] 原稿受理 昭和62年7月1日 Received July 1, 1987

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

** 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, Goshokaido-cho, Matsugasaki, Sakyo-ku, Kyoto

Fig. 1. Shape and dimension of test specimen.

2・2 実験方法

引張試験は恒温恒湿室 ($20 \pm 2^\circ\text{C}$, $60 \pm 5\% \text{ RH}$) 中で島津 IS-10T 型試験機を用いてクロスヘッド速度 0.25 mm/min で行った。試験中 AE パラメータを求めるため島津 AE 計測装置 SAE-1000A を使用し、ハイパスフィルタ 10 kHz 、アンプ総利得 60 dB 、プリアンプのしきい値電圧 0.3 mV に設定し、イベントカウント法により AE 累積事象数、AE 総エネルギーを求めた。AE 計測システムのブロック線図を Fig. 2 に示す。AE 累積事象数と損傷域の大きさとの関係を調べるために、種々の AE 累積事象数まで負荷した後除荷した試験片を作製した。また、負荷中に黒インクを切欠き内と切欠き先端の試験片表面に含浸させ、除荷後表面の損傷の形状と寸法を測った。以後インクを切欠き先端の試験片表面に含浸させる方法を表面染色法と称する。また、板厚方向に沿って表面をサンドペーパーで研磨して金属顕微鏡で試験片の内部損傷の観察と写真撮影を行った。

さて、損傷域から放出される AE 信号を正しく計測するには雑音を除去することが重要である。そのため行った予備実験において、AE 計測システムに雑音を除去するための空間フィルタがあっても、ピン穴部から出る雑音はわずかに残ることがわかった。それゆえ、試験片のピン穴周辺での局部的なずれによって生じる雑音をさらに軽減させるため、本実験では AE のカイザー効果 (Kaiser effect)⁸⁾ を利用し、実験前に

ピン穴部にあらかじめ負荷することにより雑音が減少することを確認したので、それを考慮して実験を行った。

3 結果および考察

3・1 損傷の発生と進展の機構

供試材はランダムに短繊維が配向し積層した複合材料の一つであるので、巨視的には均一な等方性材とみなすことができるが、微視的には不均一な異方性材である。この材料の損傷の発生と進展の機構を調べるために、切欠き試験片の切欠き先端域を繊維支配部と母材支配部に分けて検討する。Fig. 3(a), (b) は切欠き先端の板の表面と内部での損傷の初期の写真である。AE 累積事象数はわずか 10 個で荷重レベルは破断荷重の 40% しかないが、母材支配部に微小き裂が見られた。Fig. 4 は走査電子顕微鏡で母材支配部を観察した破面で、損傷は主に炭酸カルシウム樹脂との界面に生じたき裂であることがわかった。この図の A に示した部分は界面に生じたき裂で、B に示した部分は破断したとき炭酸カルシウム粒子が抜けた跡のようである。本試材の母材は樹脂 100 部に対して炭酸カルシウム 180 部充てんしたものであるので、炭酸カルシウム粒子が樹脂に囲まれていると考えられる。したがって、初期き裂はこの炭酸カルシウムと樹脂との界面である最弱部に生じることから、この界面強度が本試材の損傷の発生に重要な影響を与えることが明らかになった。

また、母材支配部に発生したき裂が進展したために、繊維支配部の応力は高まり、その応力が繊維と樹脂との界面強度より高くなればき裂が生じる。Fig. 5(a), (b), (c), (d) は AE 累積事象数 22 個、荷重レベルが破断荷重の 55% で除荷した試験片を表面からそれぞれ 0.6 , 0.9 , 1.5 , 2.6 mm の深さまで研磨して撮った内部損傷の写真である。図 (a), (d) は母材支配部の損傷を、図 (b), (c) は繊維支配部の損傷を示す。繊維支配部での初期損傷は、ストランドと母材との界面に沿ったき裂で、荷重の増加とともに損傷域も広がっていく。

Fig. 2. Block diagram of AE measuring system.

(a) Surface damage.

(b) Internal damage.

Fig. 3. Damage in matrix dominant area at notch tip.

Fig. 4. Electron microfractograph of matrix dominant area.

つぎに, Fig. 6 に示すように AE 累積事象数が 469 個, 荷重レベルが破断荷重の 70% になった繊維支配部での損傷はストランド表面から内部へ進展しストランド内部のはく離になることがわかった。

さらに, 表面染色法によって切欠き先端に二つの損傷域が存在することがわかった。一つは Fig. 7 に示すような母材の割れ, 繊維ストランドのはく離, さらに詳細にみたときは少量の繊維破断などを含む切欠きとつながる損傷域である。他の一つは Fig. 8 に示すような切欠きとつながる損傷域の周りの多くの貫通しない母材き裂を含むさらに大きい損傷域である。以後の検討のため, 前者を主損傷域 (Main-damage zone), 後者を副損傷域 (Sub-damage zone) と称する。表面染色法で測った表面損傷域は表面の様相のみである

(a) Matrix dominant area on a plane under 0.6 mm from the specimen surface.

(b) Fiber dominant area on a plane under 0.9 mm from the specimen surface.

(c) Fiber dominant area on a plane under 1.5 mm from the specimen surface.

(d) Matrix dominant area on a plane under 2.6 mm from the specimen surface.

Fig. 5. Initial damage in fiber dominant and matrix dominant areas on polished planes.

Fig. 6. Debonding in fiber strand.

Fig. 7. Main-damage zone.

Fig. 8. Sub-damage zone.

が板厚がそれほど厚くないので、表面損傷域は内部の損傷域とほぼ一致していることが Fig. 9 (a) のような方向からみた図 (b) に示す副損傷域の断面写真より確認された。

荷重の増加とともに切欠き先端の応力集中が大きくなった結果、主損傷域が進展する。しかし、やがて母材と繊維ストランドとの間のき裂が生じて進展するために応力集中は緩和される。緩和された応力は主損傷域外の部分も負担するようになるので、その領域より広い範囲の応力が上昇する。この上昇した応力が樹脂と炭酸カルシウムとの界面あるいは樹脂と横方向の繊維ストランドの界面のはく離強度を超えるとき裂が生じ、より大きい損傷域が生じる。Fig. 8 に示したように副損傷域に生じるき裂の方向はほとんど切欠きに平

(a) Schematic representation of observed direction.

(b) Photograph of cross section of sub-damage zone.

Fig. 9. Cross section of sub-damage zone.

行している。これは引張方向の応力集中が高く、樹脂と炭酸カルシウム粒子および繊維ストランドの界面の横方向の強度が一番弱いからであると考えられた。

前述のように、AE 累積事象数がわずか 10 個しかなくても、き裂が母材支配部に見られたことは、本試材の損傷の発生に対して AE が非常に敏感であることがわかった。それゆえ、つぎに損傷の進展と AE の累積事象数および AE 総エネルギーの関係について検討を行うことにする。

3・2 損傷の進展と AE との関係

AE 累積事象数および AE 総エネルギーは巨視的に損傷の大きさに関係があるので、損傷域の体積に依存するものと仮定する。前節で述べたように、副損傷域の体積が試験片の厚さに依存しなければ、AE 累積事象数は副損傷域の面積に直接関係があるように思われる。除荷した後染色した試験片の表面損傷域の様相 (Fig. 8) を観察した結果より、損傷域の形状を模式的に Fig. 10 のように、主損傷域は帯状、副損傷域は円形

Fig. 10. Schematic representation of damage zone at notch tip.

Fig. 11. Relationship between AE cumulative event count and sub-damage zone size.

状で示し、それぞれの大きさを d_m と d_s で示した。Fig. 11 は負荷してある目標値の AE 累積事象数が生じたときに除荷した試験片の副損傷域の大きさ D_s ($D_s = \pi d_s^2/4$) と AE 累積事象数 ΣN_{AE} との関係を示す。一般にこの種の実験においては、材料特性のばらつきが AE 応答にも反映すると思われたが、破断荷重のばらつきが少なく、AE 応答のばらつきも比較的少ないから、この実験には 14 本の試験片を使用した。この図の横軸は副損傷域の面積を示したが、副損傷域の中に主損傷域が含まるので実際に総損傷の大きさと AE の関係を示すものと考えられる。この図をみると ΣN_{AE} と D_s の関係は三段階に分けられる。すなわち、初期損傷段階では AE 累積事象数がおよそ 100 以下で、この段階では損傷域の進展は著しくなく、主損傷域と副損傷域の大きさはほぼ同じで、損傷域内の微小き裂の密度が高くなる段階である。つぎに、AE 累積事象数がおよそ 900 以下の段階では、損傷が安定成長する段階と思われる。この段階では AE の累積事象数は損傷域の成長とともに緩やかに増加する。おわりに AE 累積数が 900 以上になると、副損傷域はほとんど進展していないが、事象数は急増している。この現象は副損傷域の大きさがある限界に近づくとき、AE に寄与しなくなるが、この段階で主損傷域が安定から不安定成長へ移行するときに AE が放出されるものと考えられる。Fig. 12 は AE 総エネルギー ΣE_{AE} と損傷 D_s との関係を示す。この関係は Fig. 11 と同じような傾向を示すことがわかった。つぎに、Fig. 13 は荷重および AE 累積事象数と荷重点変位の関係を示す。この図においても AE 累積事象数は変位 δ に対して三段階に分けられる。A 点までの段階では AE 累積事象数は多くなく、A 点から B 点近くまでの段階はやや多くなり、やがて B 点をすぎる段階になる

Fig. 12. Relationship between AE total energy and sub-damage zone size.

Fig. 13. Relationship between load or AE cumulative event count and displacement to final fracture.

と急増する。A, B 両点での AE 累積事象数はそれぞれ約 90 と 850 個で Fig. 11 であまり明確でない三段階がより明らかになり、その三段階の遷移する AE 累積事象数も明らかである。ここに B 点で示される AE 累積事象数の急増点は、上述のように副損傷の大きさがある限界に近づき、主損傷域の不安定成長の開始点であるように思われる。したがって B 点での AE 累積事象数および AE 総エネルギーから供試材の損傷の進展が予測され、AE 累積事象数および AE 総エネルギーは損傷の限界状態を判断する有効なパラメータであることが明らかになった。

主副損傷域の進展は切欠き先端の応力状態に依存するので、つぎに切欠き先端の応力状態が決まる応力拡大係数と損傷域の関係を調べることにする。

3・3 損傷の大きさと応力拡大係数との関係

一般に金属材料のぜい性破壊に対する応力拡大係数 K_I は SEN 試験片に対しては

$$K_I = \frac{P\sqrt{\pi a}}{BW} \left[1.12 - 0.231 \frac{a}{W} + 10.55 \left(\frac{a}{W} \right)^2 - 21.72 \left(\frac{a}{W} \right)^3 + 30.39 \left(\frac{a}{W} \right)^4 \right] \quad (1)$$

で示されるが、本試材は破壊する前に切欠き先端に顕著な損傷が生じるので式(1)でそのまま計算するのは問題があるように思われる。前節で述べたように主損傷域の存在は SMC 材の最終破壊に重要な影響を与えるので有効き裂長さ a_{eff} はき裂の長さ a_0 に主損傷域の長さを加えることにし

$$a_{eff} = a_0 + d_m \quad (2)$$

にて示す¹⁰⁾。このように計算した K_I と損傷の大きさ D_s との関係を図 14 に示す。この関係は二段階に分けられる。すなわち、両者の対数表示の直線部分を示す副損傷域が進展する段階は主損傷の影響が含まれる応力拡大係数により、副損傷域の大きさは D_s であるから

$$D_s = 1 \times 10^{-4} \cdot (K_I)^{3.9} \quad (3)$$

の式で示される。しかし、次の段階になると、応力拡大係数の増加とともに副損傷域は飽和する傾向を示す。ここに式(3)に示したような副損傷域の大きさと応力拡大係数 K_I との関係がよい相関関係(相関係数 0.9841)を示すことは、副損傷域の進展が安定成長の段階でき裂先端の応力拡大係数により決まることを示唆している。さらに、試験片の最終までの破断は主損傷域の進展により決まると思われる。主損傷域の進展は副損傷域の進展と最終の破断に直接関係があるのでこれに関する研究は今後の研究課題と考えている。

Fig. 14. Relationship between sub-damage zone size and stress intensity factor K_I .

4 結 言

クラス A-SMC 複合材料の損傷の発生と進展の機構および損傷と AE の関係を検討した。その結果を

以下に示す。

(1) 切欠きを有するクラス A-SMC 複合材料の損傷は切欠き先端の母材支配部に生じ、荷重の増大とともに繊維支配部に進展していく。母材支配部での損傷は主に樹脂と炭酸カルシウム粒子の間でのき裂で、繊維支配部での損傷は主に繊維と母材および繊維ストランド内のはく離である。

(2) 切欠き先端の損傷域は主損傷域と副損傷域に分けられるが、AE 累積事象数と総エネルギーは損傷域の進展に依存する。それゆえ、副損傷域の大きさがある限界に近づくとき、AE の累積事象数あるいは AE 総エネルギーにより、損傷が安定進展より不安定進展へ移行することが判断できる。

(3) 主損傷域の影響が含まれた応力拡大係数 K_I は副損傷域の進展を支配する要因であることが明らかにできた。しかし、主損傷域の進展に関する研究は今後の研究課題と考えられた。

最後に、種々ご助力頂いた京都工芸繊維大学機械材料工学研究室の中西博、岩本正治両先生および試料を提供して下さいた日立化成工業(株)に感謝します。

参 考 文 献

- 1) R. M. Alexander, R. A. Schapery, K. L. Jerina and B. A. Sanders, ASTM STP 772, 208 (1982).
- 2) S. S. Wang, E. S. -M. Chim, T. P. Yu and D. P. Goetz, J. Compos. Mater., **17**, 299 (1983).
- 3) S. S. Wang, E. S. -M. Chim and N. M. Zahlan, J. Compos. Mater. **17**, 251 (1983).
- 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).
- 5) 鈴木 恵, 中西 博, 岩本正治, 矯 桂琮, 小池 清, 伊村 真, 重元 聡, 自念栄一, 材料, **36**, 1402 (1987).
- 6) S. S. Wang and E. S. -M. Chim, J. Compos. Mater., **17**, 114 (1983).
- 7) 宗宮 詮, 沢田耕司, 国尾 武, 日本機械学会論文集, A-52, 425 (1986).
- 8) J. Kaiser, PhD thesis, Technische Hochschule Munchen (1950).
- 9) W. F. Brown and J. E. Srawley, ASTM STP 410, 1 (1966).
- 10) M. E. Waddoups, J. R. Eisenmann and B. E. Kaminski, J. Compos. Mater., **5**, 446 (1971).