CFRP の疲労損傷の超音波顕微鏡フラクトグラフィと 層間はく離進展抵抗†

駒井 謙治郎* 箕 島 弘 二* 木 下 定**
小 川 浩 基*** 黒 田 彰 夫****

Fractography of Fatigue Damage by Acoustic Microscope and Interfacial Delamination Resistance of CFRP

by

Kenjiro KOMAI*, Kohji MINOSHIMA*, Sadamu KINOSHITA**
Hiroshi OGAWA*** and Akio KURODA****

Fatigue damage of interfacial delamination of notched CFRP has been observed by a scanning acoustic microscope (SAM), and the delamination resistances against fatigue cycles are discussed.

By using a pulse wave of 50 MHz, the delamination images at each interfacial site were clearly observed by a SAM. The delamination was quite different at each interface, and the interfacial delamination ahead of a notch was hardly observed between the 1st and the 2nd laminae but firstly observed between the 2nd and the 3rd laminae. The length of interfacial delamination evaluated in terms of specimen compliance was well corresponded with the saw-cut notch of the equal length, and the delaminated portion lost its load carrying capacity. Axial splits in 0° plies had the effect of separating the 0° plies into two outer strips containing the notch and an inner strip without a notch, thereby reducing the notch-tip stress concentration. The growth rate of interfacial delamination judged in terms of the compliance change was accelerated with an increase in notch length as well as with an increase in maximum ligament stress. The notch sensitivity of CFRP was quite different from the one of uniform materials.

Key words : CFRP, Acoustic microscope, Fatigue, Interfacial delamination

1 緒 言

炭素繊維強化複合材料 (CFRP) は、先進複合材料の一つとして脚光を浴びているが、機械的性質の大きく異なる炭素繊維と母材樹脂の組合せで構成される CFRP の破壊は、強化繊維、繊維／樹脂界面、樹脂の各所で生じるため、その破壊機構は極めて複雑である¹⁾。CFRP の強度に及ぼす切欠き効果の解明は、CFRP の損傷許容設計の観点からも極めて重要であり、繊維強化方向や積層構成が切欠き感受性に大きな影響を与えることが知られている^{2), 3)}。このことに関して、Harris らは切欠き部からの各層ごとの損傷の進展状況を、試験片を着色後各層をはがすことにより、また、X 線透過像観察を併用して観察している⁴⁾。複合材料の内部損傷観察に対しては超音波損傷装置が有用であることが知られており、たとえば、Curtis らは超音波 C スキャン法により、中央円孔部からの疲労損傷の

広がりを観察している⁵⁾。

一方、最近の走査型超音波顕微鏡技術の進歩は、従来不可能であった複合材料の詳細な内部損傷観察を可能ならしめるものであり⁶⁾、上述の X 線透過像観察や超音波 C スキャン法では不可能である各層ごと、あるいは各層間ごとの層内・層間損傷が、超音波顕微鏡により非破壊的に連続して観察可能となった。本研究では CFRP 両側切欠き材の疲労損傷過程を高分解能走査型超音波顕微鏡を用いて観察し、積層構成に依存する層間はく離損傷の層間ごとの 2 次元評価を行うとともに、層間疲労はく離進展抵抗について検討を加えた。

2 供試材および実験方法

実験に用いた CFRP は、汎用の中温硬化型 (T-1/347) および航空機用の高温硬化型 (MM-1/982X) の 2 種類の $[0/90]_s$ (以下 A 材) および $[0/\pm 45/$

† 原稿受理 平成元年 6 月 20 日 Received June 20, 1989

* 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-honmachi, Sakyo-ku, Kyoto

** 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町, Faculty of Engineering, Kyoto University, Yoshida-honmachi, Sakyo-ku, Kyoto

*** トヨタ自動車 豊田市トヨタ町, Toyota Motors Co., Toyota-cho, Toyota

**** 三菱重工業 広島市西区観音新町, Mitsubishi Heavy Industries Ltd, Kannon-shinmachi, Nishi-ku, Hiroshima

Table I. Materials tested.

	T-1/347	MM-1/982X
Fiber	Mitsubishi Rayon Co. Ltd. Pyrofil T-1	Mitsubishi Rayon Co. Ltd Pyrofil MM-1
Matrix	828 epoxy	Imide modified thermo-resistant epoxy
Curing condition	80°C×60 min → 130°C 90 min	183°C×120 min
Average thickness	2.32 mm	2.34 mm
Fiber volume fraction	60 %	60 %

Table II. Mechanical properties of carbon fibers.

	Tensile strength MPa	Modulus GPa	Elongation at break %	Density gr/cm ³	Diameter of fiber μm
Pyrofil T-1	3530	235	1.5	1.79	7
Pyrofil MM-1	3920	275	1.4	1.78	7

90]_{2s} (以下 B 材) 強化複合材であり, それぞれの構成繊維, 樹脂, 硬化条件, 平均厚さおよび繊維体積含有率を Table I に, 繊維の機械的性質を Table II に示す. 用いた試験片は幅 40 mm, 長さ 200 mm の両側切欠き試験片であり, 切欠き深さは $a_0=5$ mm と 10 mm の 2 種類を用いた. 試験にあたっては, 厚さ 2 mm のアルミニウム製タブを接着して, ゲージ長を 80 mm とした.

用いた試験機は, 電気油圧式サーボ疲労試験機である. 応力波形は正弦波であり, 応力比 $R=0.1$, 応力繰返し速度 $f=5$ Hz の片振り引張り荷重を試験片の 0° 方向に負荷した. 繊維/樹脂界面はく離, 層間は

く離等の内部損傷観察に対しては, 走査型超音波顕微鏡 (SAM) (オリンパス光学, UH3) を用いた. この場合, 50MHz のパルス波を用いて, 表面第 1 / 第 2 層層間, 第 2 / 第 3 層層間, および第 3 / 4 層層間に相当する, 表面反射超音波受信後, 約 50-150 ns, 150-250 ns および 250-350 ns の位置にゲートを設けた.

3 実験結果および考察

3・1 超音波顕微鏡フラクトグラフィ

本実験で用いた CFRP では, 通常の金属材料において観察される切欠き先端からの単一疲労き裂進展は観察されず, 疲労損傷は, 界面はく離・層間はく離の

(a) Interfacial delamination between 1st and 2nd laminae.

(b) Interfacial delamination between 2nd and 3rd laminae.

(c) Interfacial delamination between 3rd and 4th laminae.

Fig. 1. SAM photographs (T-1/347, Type A structure, $\sigma_{1,max}=438$ MPa).

(a) Interfacial delamination between 1st and 2nd laminae.

(b) Interfacial delamination between 2nd and 3rd laminae.

(c) Interfacial delamination between 3rd and 4th laminae.

Fig. 2. SAM photographs (T-1/347, Type A structure, $\sigma_{1,max}=783$ MPa).

(a) Interfacial delamination between 1st and 2nd laminae.

(b) Interfacial delamination between 2nd and 3rd laminae.

(c) Interfacial delamination between 3rd and 4th laminae.

Fig. 3. SAM photographs (MM-1/982X, Type B structure, $\sigma_{1,max}=559$ MPa).

(a) Interfacial delamination between 1st and 2nd laminae.

(b) Interfacial delamination between 2nd and 3rd laminae.

(c) Interfacial delamination between 3rd and 4th laminae.

Fig. 4. SAM photographs (MM-1/982X, Type B structure, $\sigma_{1,max}=615$ MPa).

進行として現われた。Fig. 1, 2 に T-1/347 の A 材 (切欠き深さ $a_0=5$ mm), また, Fig. 3, 4 に, MM-1/982X の B 材 (切欠き深さ $a_0=10$ mm) の超音波顕微鏡フラクトグラフィ写真を示す。図中, (a), (b), (c) はそれぞれ第 1 / 第 2 層層間, 第 2 / 第 3 層層間, 第 3 / 第 4 層層間を観察したものである。Fig. 1, 2 および Fig. 3, 4 はそれぞれ同一試験片であり, Fig. 1, 2 はそれぞれリガメント部 (切欠きを除く部分) の最大応力 $\sigma_{1,max}=438$ MPa, $\sigma_{1,max}=783$ MPa 負荷後に, また, Fig. 3, 4 は $\sigma_{1,max}=559$ MPa, $\sigma_{1,max}=615$ MPa 負荷後に撮影した。なお, 参考のため, MM-1/982X については, 後述するコンプライアンス-応力繰返し数線図 (Fig. 7) に, 撮影した時点 (SAM) を示してある。

図中の白化部は超音波が反射した部分, すなわち繊維/マトリックス界面, 界面はく離, 層間はく離, 樹脂割れ, あるいは空洞等であるが, とくに白化度の高い部分が界面 (層間) はく離部, 樹脂割れ部に対応す

る。

Fig. 1, 2 に示した A 材では MM-1/982X を含めて疲労荷重負荷開始後まもなく表面第 1 層に 0° 方向 (荷重軸方向) き裂が発生・進展した後, 層間はく離が 0° および 90° 方向に進展し, 帯状の損傷形態をとる。各層間の層間はく離損傷の特徴を述べると以下のである。

第 1 / 第 2 層層間 (Fig. 1(a), Fig. 2(a))

帯状に層間はく離を生じるが, 切欠きの前方には, ほぼ切欠きの幅に対応してはく離が観察されない。なお, T-1/347 を用いて切欠きの幅を 28 mm とした試験片においても, 切欠きの幅に対応した部分で層間はく離が観察されなかった。また切欠き先端部より 0° 方向に黒いすじが写っているが, これは表面第 1 層のき裂に対応する。

第 2 / 第 3 層層間 (Fig. 1(b), Fig. 2(b))

第 1 / 第 2 層層間で見られなかった, 切欠き前方部の層間はく離が観察される。また, 90° 方向

の層間はいく離長さは、第1/第2層層間はいく離長さに比べて長い。また、第1/第2層層間はいく離部分に対応するところでは、はいく離が存在して超音波の反射率が高くても、すでに相当量の超音波が第1/第2層層間で反射しているため、白化度（超音波受信強度）は、第2/第3層層間のみに損傷を有する部分に比べて相対的に低い。

第3/第4層層間 (Fig. 1(c), Fig. 2(c))

第1/第2層・第2/第3層層間損傷部の背後に位置する損傷の同定はかなり困難である。今後画像処理技術手法等を用いた、SAM 損傷検出技術の開発を計る必要がある。しかし、第1/第2層・第2/第3層層間に損傷を生じていないときには、第3/第4層層間損傷が明瞭に観察され、荷重軸と90°方向の層間はいく離長さについても、第3/第4層層間で最も長いはいく離が認められる場合もあった。

以上のような特徴は MM-1/982X においても認められた。また、Fig. 1, 2 を比較すると、疲労荷重負荷により、層間はいく離が90°方向に進展していることがわかる。また、Fig. 5 に Fig. 1, 2 で用いた試験片を試験終了後、切欠き上方6mm隔たった部分を切欠きと平行に切断して得た板厚中央部を、走査型電子顕微鏡 (SEM) (JEOL, JSM-U 3 型) 観察した結果を示すが、層間はいく離が著しく生じているとともに、0°方向強化層に、表面第1層で観察されたのと同様の0°方向き裂が切欠き先端部に多数生じていることがわかる。

一方、B 材では、さきに述べた A 材の帯状損傷形態とは異なり、強化繊維の方向に強く依存した損傷形態をとる。各層間の損傷形態の特徴を述べるとつぎのようである。

第1/第2層層間 (Fig. 3(a), Fig. 4(a))

表面第1層に0°方向き裂が発生・進展すると

Fig. 5. SEM photograph at mid-thickness of T-1/347 specimen (Type A structure).

ともに、第2層の強化繊維方向に層間はいく離が発生し、左右非対称な形態をとる。

第2/第3層層間 (Fig. 3(b), Fig. 4(b))

第2, 第3層の強化繊維方向にはいく離が発生・進展し、切欠きをはさんで左右対称に近いいく離形態となる。

第3/第4層層間 (Fig. 3(c), Fig. 4(c))

A 材と同様に、第1/第2層, 第2/第3層層間損傷部の背後に位置する損傷の正確な位置・形状の同定は困難である。

また、Fig. 3, 4 を比較すると、層間はいく離は、疲労荷重負荷により、ほぼ相似形状を保ったまま成長することがわかる。以上述べた特徴は T-1/347 においても同様に認められた。

3・2 コンプライアンスと層間はいく離長さ

層間はいく離量を定量化するため、超音波顕微鏡撮影により求めたはいく離長さ、マクロに試験片損傷の程度を表わすと考えられるコンプライアンスの関係を MM-1/982X について求めた (Fig. 6)。ここで、はいく離長さとしては、A 材, B 材いずれの場合も、荷重方向と90°方向に最も長いはいく離部分の長さを、第1/第2層, 第2/第3層, 第3/第4層層間はいく離部について求め、さらにこの中で最も長いはいく離長さを採用した。また、コンプライアンスについては、チャック間変位と荷重値を40サイクル分パーソナルコンピュータ (HP 社 HP9000 シリーズ, モデル310) に入力し、その平均値を採用した。また、Fig. 6 には、切欠き (幅0.8 mm) をファインカッターにより徐々に伸ばして求めた、コンプライアンスと切欠き長さの関係を併せて示してある。

Fig. 6 により、はいく離長さとコンプライアンスの間には良い対応関係があり、コンプライアンスが大きくなるほどはいく離長さが大きくなることがわかる。また、切欠き長さ (中実印) とはいく離長さの対応関係について見ると、切欠きとはいく離長さは、ほぼ1本の曲線に

Fig. 6. Relation between delamination length and notch length (MM-1/982X).

Fig. 7. Relation between compliance and number of cycles (MM-1/982X).

のっている。これは、コンプライアンスで評価した損傷量（はく離長さ）は、同一長さの切欠きとほぼ対応することを意味している。また、同一のはく離長さにおいては、常にB材のほうがA材よりも、コンプライアンスが大きくなっているが、これは積層構成の差によるものである。

Fig. 7に、MM-1/982Xの疲労試験中のコンプライアンスと繰返し数の関係を示す。図中の矢印は荷重をかえた時点を示している。なお、本実験ではすべて荷重漸増試験を実施しており、荷重増加幅は前荷重の約10-20%である。リガメント部最大応力($\sigma_{1,max}$)が小さい間、コンプライアンスは応力繰返しとともに直線的に変化しているが、 $\sigma_{1,max}$ の増加とともにコンプライアンス変化率は徐々に大きくなる。また、切欠き長さが10mmの場合(⊕, ⊞, ⊙)と5mm(○, □)の場合を比較すると、 $a_0=10$ mmのほうがコンプライアンス変化率、すなわち層間進展速度が大きくなった。

4 考察

4.1 超音波顕微鏡フラクトグラフィ

50 MHzのパルス波下の超音波顕微鏡を用いて、CFRPの層間ごとの層間はく離を明瞭に観察することができた。この場合、[0/90]_{4s}積層構成のA材では、切欠き前方のはく離は第1/第2層層間では観察されず、第2/第3層層間ではじめて観察された。また、荷重軸と90°方向のはく離長さは、第1/第2層層間で最も短く、第2/第3層、あるいは第3/第4層層間で最も長い部分が見られた。第4/第5層層間より深い部分の層間観察は行っていないが、層間はく離長さの最大値と切欠き長さが良く対応したこと(Fig. 6)から、第2/第3層、あるいは第3/第4層層間ではく離よりも長い層間はく離が生じていないものと推定される。

[0/±45/90]_{2s}積層構成のB材では、切欠き前方のはく離は第1/第2層層間においてもわずかに観察されるが、第2/第3層層間で大きなはく離が生じてい

た。このように、A材、B材を問わず切欠き前方で第1/第2層層間のはく離が生じないことは、表面近傍と板厚内部の応力状態の差によるものと考えられるが、今後の検討課題としたい。

4.2 コンプライアンスと層間はく離長さ

荷重方向と90°方向の最長はく離長さと、ファインカッターにより入れた切欠き深さが同一のとき、層間ではく離材と切欠き材はほぼ同一のコンプライアンスを示した(Fig. 6)。このことは、コンプライアンスで評価したとき、層間ではく離長さは同一長さの切欠きと1:1で対応することを意味する。層間ではく離が進行しても、0°方向(荷重軸方向)の炭素繊維は必ずしも破断しておらず、ある程度の荷重分担が可能と考えられるが、実際には完全に繊維を切断した切欠き材と同一のコンプライアンスとなったもので、層間ではく離が生じたあとは、荷重軸方向の繊維の破断が生じていなくても、層間ではく離部は荷重負担能力を喪失することは重要である。

4.3 層間はく離進展抵抗

MM-1/982Xにおいて、A材、B材ともに、層間ではく離長さとコンプライアンスの間には良い対応関係が見られたので、コンプライアンス変化曲線より層間ではく離進展速度(da/dN)を求め、これをリガメント部最大応力($\sigma_{1,max}$)に対して図示した結果をFig. 8に示す。図中、リガメント部最大応力($\sigma_{1,max}$)が増加しても、 da/dN が一定となる場合は、水平方向の実線で $\sigma_{1,max}$ の範囲を示している。[0/90]_{4s}構成のA材では、疲労試験開始後 da/dN が一定となる $\sigma_{1,max}$ の範囲が大きい。これは、疲労試験開始直後に切欠き先端を

Fig. 8. Relation between growth rate of delamination and maximum ligament stress (MM-1/982X).

通る軸方向き裂が発生し、 0° 方向強化層における切欠き部のリガメント部からの切り離しが生じて、切欠きによる応力集中が生じなかったことと関連する。しかし、この場合も $\sigma_{1,\max}$ の増加とともに da/dN は増加しはじめ、 $[0/\pm 45/90]_{2s}$ 構成の B 材のほうが A 材よりも、また、切欠き深さ $a_0=10\text{ mm}$ のほうが、 $a_0=5\text{ mm}$ におけるよりも da/dN は大きくなった。O'Brien⁷⁾ は層間はく離の進展速度 da/dN とエネルギー解放率 $G_{\max}$ の間に、 $da/dN=C \cdot G_{\max}^a$ ($G_{\max}$: 最大エネルギー解放率)、いわゆるパリス則が成立することを報告しているが、層間はく離進展の支配力学量については、複合材料の損傷許容設計の立場からも今後解明を進めてゆく必要がある。

5 結 言

高分解能走査型超音波顕微鏡 (SAM) を用いて、CFRP 切欠き材の各層間ごとの疲労損傷過程を観察し、層間はく離損傷の 2 次元評価を行うとともに、疲労層間はく離進展抵抗について検討を加えた。得られた結果を要約するとつぎの通りである。

1) 50 MHz のパルス波を用いることにより、CFRP の層間ごとの層間はく離の明瞭な SAM 像が得られた。

2) 層間はく離パターンは各層ごとに相違するが、積層構成によらず切欠き前方のはく離は、第 1/第 2 層層間ではほとんど観察されず、第 2/第 3 層層間ではじめて観察された。

3) 切欠きによる応力集中は、き裂先端を通る軸方

向き裂による切欠き部とリガメント部の切り離し効果により、大きく軽減された。

4) コンプライアンスで評価した層間はく離長さは、同一長さの切欠きと 1:1 に対応し、層間はく離部は荷重負担能力を喪失していた。

5) コンプライアンス変化から見た層間はく離進展速度は、リガメント部応力が大きくなるほど、また、切欠き長さが長くなるほど加速された。

本研究は、昭和 63 年度文部省科学研究費補助金一般研究 A (課題番号 63420026) により行った。また、試験片は三菱レーヨン今尾正治氏 (当時) より提供を受けた。記して謝意を表する。

(平成元年 5 月 23 日 日本材料学会第 38 期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば、駒井謙治郎, 箕島弘二, 渋谷豊茂, 日本機械学会論文集, A-54, 1677 (1988).
- 2) P. A. Lagace, ASTM STP 893, 161 (1986).
- 3) A. C. Garg, Engng. Fract. Mech., 23, 719 (1986).
- 4) C. E. Harris and D. H. Morris, ASTM STP 948, 131 (1987).
- 5) P. T. Curtis and B. B. Moore, Proc. ICCM-V, 293 (1985).
- 6) 駒井謙治郎, 城下莊平, 木下 定, J. Grenestedt, 材料, 38, 1329 (1989).
- 7) T. K. O'Brien, ASTM STP 775, 140 (1982).