短炭素繊維強化 PEEK の平滑材と切欠き材の疲労強度 (PEEK との比較)[†]

西谷 弘 信* 野口 博 司*
金 允 海** 山口 照 敬***

Fatigue Strength of Plain and Notched Specimens of Short Carbon-Fiber Reinforced Poly-Ether-Ether-Ketone (In Comparison with Poly-Ether-Ether-Ketone)

by

Hironobu NISHITANI*, Hiroshi NOGUCHI*, Yun-Hae KIM**
and Terutaka YAMAGUCHI***

In this paper, rotating-bending fatigue tests for short carbon-fiber reinforced poly-ether-ether-ketone (CFRPEEK) were carried out to investigate the fatigue characteristics of plain and notched specimens at room temperature. The fatigue mechanism in the composite was clarified through successive surface observations using the plastic replica method. The results were compared with those of poly-ether-ether-ketone (PEEK). In the case of the PEEK, the fatigue crack growth rate was very high and the fatigue strength was very sensitive to a notch. In the case of the CFRPEEK, the fatigue crack growth rate was much lower than that of PEEK, and the fatigue strength was much more insensitive to a notch than that of PEEK. The fatigue crack initiated from near the fiber end, and propagated in the circumferential direction after it grew to some extent along the fiber.

Key words : CFRPEEK, Fatigue, Thermoplastics, Notch, Carbon fiber, Linear notch mechanics

1 緒 言

高分子材料や複合材料が金属材料に代わり、構造材料として使われ始めてきているが、耐疲労性の優れているといわれる熱可塑性樹脂ポリエーテルエーテルケトン（以下 PEEK と略する）は特に注目されている。¹⁾

そこで、著者らは以前、PEEK について平滑材および切欠き材の回転曲げ疲労試験を行い、その疲労特性について検討した。²⁾ その結果、PEEK は、

- (1) 平滑材では欠陥から破断し、寿命にばらつきが大きく切欠き材の疲労強度から推定される健全な平滑材の疲労強度よりも低い。
- (2) 全寿命に対するき裂伝ば寿命の割合が非常に小さい。
- (3) 健全な平滑材の疲労強度を基準にすれば、切欠きに対してかなり敏感である。

ということがわかった。そこで今回は、PEEK を短炭素繊維で強化した短炭素繊維強化ポリエーテルエーテルケトン（以下 CFRPEEK と略する）について同

様の実験を行い、PEEK での結果と比較して検討した。これにより短炭素繊維強化プラスチックの疲労における短繊維による強化の機構が理解できるものと思われる。

PEEK においては、平滑材の疲労特性に及ぼす強化繊維の影響や CT 試験片による長い疲労き裂の伝ば則に及ぼす繊維の影響を調べた研究はあるが、切欠き材について調べたものはないようである。

2 材料、試験片および実験方法

使用した素材は結晶性の熱可塑性樹脂であるポリエーテルエーテルケトンを母相とし、短炭素繊維（直径 7 μm、平均繊維長さ 150 μm、重量含有率 30%）で強化した短炭素繊維強化ポリエーテルエーテルケトン（三井東圧(株)製の押出成形された丸棒(φ10)である。その縦断面および横断面の組織写真を Fig. 1 に示す。各素材の材質をそそえ実験結果がばらつかないように、素材を 200°C で 2 時間（文献 5））焼きなました後、試験片を製作した。素材焼なまし後の引張試験における応力-ひずみ線図を Fig. 2 に示し、その機械的性質

† 原稿受理 平成 3 年 6 月 5 日 Received June 5, 1991

* 正 会 員 九州大学工学部材料強弱学教室 〒812 福岡市東区箱崎, Dept. of Mech. Eng., Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812

** 九州大学大学院 〒812 福岡市東区箱崎, Graduate Student, Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812

*** 中国電力(株) 〒731-02 広島市安佐北区可部町, Chugoku Electric Co., Asakita-ku, Hiroshima, 731-02

Fig. 1. Microstructures of CFRPEEK.

Table I. Mechanical properties.

	σ_B (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	E (MPa)	ϕ (%)
PEEK	102	77.4	3500	27.5
CFRPEEK	132	104.9	8500	2.6

σ_B : Tensile strength. E : Young's modulus.
 $\sigma_{0.2}$: 0.2% Proof stress. ϕ : Elongation.

を Table I に示す。引張強さは PEEK 単体に比べ約 1.3 倍、弾性率は約 2.4 倍に増大しているが、伸びは逆に減少している。ところで同じペレットで製作した射出成形盤の縦弾性係数のカタログ値は、14000 MPa である⁵⁾。しかしながら、薄い板材では短繊維は 2 次元的配向であり、本丸棒では 3 次元的配向である (Fig. 1 参照) ことを考慮すれば、Table I とカタログの相違は、この配向の相違に関係しているものと思われる。

試験片の形状は Fig. 3 に示すとおりであるが、試験部はペーパー仕上げとパフ研磨により表面きずを極力なくして表面観察を容易にした。さらに試験片製作時における加工の影響を除去するため 200°C で 2 時間の焼なましを行い、疲労試験に供するまでデシケータに保存した。

疲労試験には小野式回転曲げ試験機 (容量 15 Nm, 回転数 2400 rpm) を用いた。応力としては最小断面における公称曲げ応力を用いた。なお切欠き試験片の応力集中係数 K_t としては体積力法によって得られた

Fig. 2. Stress-strain curves.

(a) Plain specimen.

(b) Notched specimen.

Fig. 3. Specimen configurations.

高精度な値を用いた^{7),8)}。 K_t の値は、切欠き半径 $\rho=1.0, 0.3, 0.1$ mm でそれぞれ 1.67, 2.40, 3.85 である。また平滑材においては一部、前報の PEEK 小穴材²⁾と同じ形状のドリル穴 (直径 0.1 mm, 深さ 0.1 mm) を設けた試験片についても実験を行った。

平滑材の試験片表面状態の変化の観察にはレプリカ法を用いた。そしてき裂長さとしては軸方向に投影した円周方向の長さをとった。

3 実験結果および考察

3・1 平滑材の回転曲げ疲労

Fig. 4 に平滑材の $S-N$ 曲線を PEEK のものと合わせて示す。プラスチックは高応力、高回転数の疲労では発熱する場合がある^{3),9),10)}。しかし、PEEK 単体において $\sigma=83$ MPa の疲労試験下で連続運転中、実質上温度上昇がみられなかった²⁾ので、CFRPEEK においても Fig. 4 のような応力下では温度上昇はないものとし、全ての試験片について連続観察を行った。本材料では

Fig. 4. S-N curves of plain specimen.

明確な疲労限度は認められないので 10^7 回に対する時間強度を疲労限度とみなして σ_{w0} で表す。 σ_{w0} は PEEK において 66 MPa であるが, CFRPEEK では 61.7 MPa と減少している。また寿命のばらつきは PEEK より非常に小さい。 Fig. 5 は応力振幅 $\sigma_a=63.7$ MPa, 破断寿命 $N_f=4.2 \times 10^6$ である CFRPEEK の破断の原因となったき裂の発生・伝ば過程を示す。この図からわかるように, この応力レベルでは繊維は破断せず, 繊維端付近から繊維に沿ってき裂が発生し,

それが軸方向にある程度成長した後, 円周方向に伝ばし始める。円周方向に伝ばし始める際には, 多くの場合, 繊維を取り囲むようにして進んでいき, 同様に発生・成長したき裂と合体しながら伝ばしていく。他の試験片でも同様な過程を経て破断した。このことは, 以前著者らの行った母材が同様な延性をもつ短炭素繊維強化ポリアミド 6.6 の高サイクル疲労の結果と同様である。

Fig. 6 は $\sigma_a=58.8, 63.7, 68.6$ MPa における破断の起点となったき裂の伝ば曲線である。 PEEK 単体においては全寿命に対するき裂伝ば寿命の割合が非常に小さかったが²⁾, CFRPEEK では Fig. 5, 6 からわかるように全寿命のほとんどがき裂伝ば寿命にしまわれている。またき裂が 1 mm 程度までに成長するのに全寿命のほとんどを要することがわかる。 Fig. 5, 6 ではもっとも長いき裂のみを示したが, 他にも同程度のき裂が数個破断直前まで成長した。このことは, 全寿命のほとんどがき裂伝ば寿命にしまわれていることに関連している。

Fig. 7 は PEEK および CFRPEEK の平滑材に小穴 (直径 0.1 mm, 深さ 0.1 mm) を設けた試験片の $\sigma_a=68.6$ MPa におけるき裂伝ば曲線を示す。この図

Fig. 5. Crack initiation and propagation processes of plain specimen ($\sigma_a=63.7$ MPa, $N_f=4.2 \times 10^6$).

Fig. 6. Fatigue crack growth curves of plain specimens.

Fig. 7. Fatigue crack growth curves of specimens with a small hole.

から PEEK はき裂伝ば速度がかなり大きく、逆に CFRPEEK ではき裂は徐々に伸びていくことがわかる。またこの応力では、全寿命は平滑材において PEEK 単体の方が長かったが、小穴材では逆に CFRPEEK の方が大きく、約 5 倍になっている。

Fig. 7 からわかるように、短繊維を PEEK に複合することにより、疲労き裂は PEEK 単体より早く発生している。これは、繊維端に応力が集中することおよび PEEK が切欠き（応力集中）に対して敏感である²⁾ことに起因している。このように PEEK に対しては、短繊維は、疲労き裂発生については負の、疲労き

Fig. 8. S-N curves of notched specimens.

Fig. 9. A non-propagating crack of notch root.

Fig. 10. Relationship between σ_{w1} or σ_{w2} and $1/\rho$.

裂伝ばについては正の強化作用を示す。それゆえ、全寿命が複合化により PEEK 単体より長くなるか短くなるかは荷重条件、試験条件により異なり注意を要すると思われる。

3・2 切欠き材の回転曲げ疲労

以下ではき裂発生に基づく疲労強度を σ_{w1} 、巨視的停留き裂が存在する範囲での破断・非破断に基づく疲労強度を σ_{w2} とする。Fig. 8 に CFRPEEK の S-N 曲線を PEEK の結果と合わせて示す。Fig. 9 は $\rho = 0.1$ mm, $\sigma_a = 34.3$ MPa の場合の切欠き底の停留き裂を示したものである。Fig. 10 は σ_{w1} を 10^7 回で数 $100 \mu\text{m}$ の微視的き裂のできる応力として定義し、 $1/\rho$ に対してプロットしたものである。 σ_{w2} は $1/\rho$ に無関係に一定であると仮定すると、分岐点の切欠き半径 ρ_a は約 0.25 mm になる。Fig. 11 は PEEK と CFRPEEK について σ_{w1}/σ_{w0} 、 σ_{w2}/σ_{w0} (σ_{w0} は CFRPEEK の場合、平滑材の疲労限度、PEEK の場合切欠き材の疲労限度から推定される平滑材の疲労限度) を $1/\rho$ に関してプロットしたものである。この

Fig. 11. Relationship between σ_{w1}/σ_{w0} or σ_{w2}/σ_{w0} and $1/\rho$.

図からわかるように CFRPEEK の方が切欠き材に關してはるかに鈍感である ($\sigma_{w1}/\sigma_{w0} - 1/\rho$ の線が $K_t = K_f$ の線から離れていて, ρ_0 も大きい).

3・3 破面観察

Fig. 12. Fracture surface near the surface of tension specimen.

Fig. 13. Fracture surface near the center of tension specimen.

Fig. 14. Fracture surface in fatigued part of fatigue specimen (Symbol A shows a successive observation part in Fig. 5).

Fig. 15. Fracture surface in brittle part of fatigue specimen.

Fig. 12, 13 は CFRPEEK の引張試験片の中心付近および表面付近の破面写真である。どちらも繊維端にマトリックスは固着せず、直接繊維面が見えている。ただし Fig. 13 ではマトリックスが伸び切られているのに対し、Fig. 13 はぜい性的に破壊しているようである。Fig. 14, 15 は Fig. 5 で連続観察を行った

疲労試験片の疲労部およびぜい性破壊部の破面である (Fig. 14(a) の写真中央下付近がき裂発生箇所である)。このように疲労部では、繊維は付着したマトリックスでおおわれており、繊維の破面は見えない。ぜい性破壊部では繊維が破断されている。以上の観察結果は以前著者らが短炭素繊維強化ポリアミド 6.6 について行ったもの¹¹⁾とほぼ一致する。

4 結 言

短炭素繊維強化ポリエーテルエーテルケトン (CFRPEEK) について平滑材および切欠き材の回転曲げ疲労試験を行い、PEEK 単体での結果と比較して次の結果を得た。

(1) PEEK では全寿命がほとんどき裂発生寿命であるが、CFRPEEK ではほとんどき裂伝ば寿命である。また、PEEK では寿命にばらつきが大きい、CFRPEEK では小さい。

(2) CFRPEEK の平滑材では、疲労き裂は繊維端付近から繊維に沿って発生し、ある程度成長した後、円周方向に伝ばし始める。また、一般に 1 本のき裂が伝ばしていき破断に至るのではなく、数か所のき裂が破断直前まで同程度の速度で伝ばする。

(3) PEEK に対して、短繊維は、疲労き裂発生については負の、疲労き裂伝ばについては正の強化作用をもたらす。

(4) PEEK の疲労強度は切欠きに対して敏感であ

るが、繊維を複合することにより鈍感になる (分岐点の切欠き半径 ρ_0 は約 0.15 mm から約 0.25 mm になる)。

(平成 3 年 5 月 日本材料学会第 40 期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 後藤善久, 工業材料, **33-1**, 80 (1985).
- 2) 西谷弘信, 野口博司, 山口照敬, 金 允海, 日本機械学会論文集, **A57-540**, 1 (1991).
- 3) 平野一美, 古江治美, 日本機械学会論文集, **A55-509**, 17 (1989).
- 4) K. Friedrich, R. Walter, H. Voss and Karger-Kocsis, J. Composites, **17-3**, 205 (1986).
- 5) ICI ジャパン, PEEK 技術資料
- 6) D. ハル (宮入裕夫, 池上皓三, 金原 勲訳), “複合材料入門” (1984) 培風館
- 7) 村上敬宜, 野田尚昭, 西谷弘信, 日本機械学会論文集, **A48-430**, 800 (1982).
- 8) 西谷弘信, 野田尚昭, 日本機械学会論文集, **A51-463**, 775 (1985).
- 9) Nielsen, L. E., Mechanical Properties of Polymers and Composites, Marcel Dekker (1975).
- 10) 朝原 力, 安藤善司, 庄司秀夫, 材料, **23**, 122 (1974).
- 11) 西谷弘信, 野口博司, 後藤浩文, 藤本徳樹, 山口照敬, 村上礼三, 日本機械学会論文集, **A56-525**, 1044 (1990).