高弾性ピッチ系炭素繊維による一方向 CFRP の 曲げ疲労挙動

— 3 点曲げ負荷による —[†]

辻 信之* 久保村 健二**

Fatigue Behavior of High Modulus Pitch-Based Carbon Fiber Composites Under Flexural Loading

by

Nobuyuki TSUJI* and Kenji KUBOMURA**

Flexural fatigue tests were performed on three high modulus pitch-based carbon fiber (400, 500, 600 GPa) unidirectional composites and a high modulus PAN-based carbon fiber one in order to investigate the effect of strong nonlinear elasticity on the compressive stress-strain relation of the pitch-based ones. In the test, the three-point flexural method was adopted with two stress ratios: $R=0.05$ and $R=-1.0$ (perfectly alternated loading). The test results showed that for both stress ratios the high modulus pitch-based carbon fiber unidirectional composites possessed as much fatigue durability as that of the high modulus PAN-based carbon fiber composites, though the pitch-based ones had stronger compressive nonlinearity than that of PAN-based ones. If the compressive nonlinearity were associated with fiber damage, the fatigue durability should be affected by the degree of nonlinearity. However, since this was not the case, it is considered that this nonlinearity in the high modulus pitch-based carbon fiber composites is not associated with fiber damage but is of an elastic nature.

Key words: Unidirectional composite, Fatigue, Flexural, Pitch-based carbon fiber, High modulus

1 緒 言

ピッチ系炭素繊維による強化プラスチック (CFRP) の一方向材は、一般に PAN 系 CFRP と比較して繊維軸方向の圧縮強度が低いことが知られている¹⁾。また、最近の研究^{2), 3)}により、ピッチ系一方向 CFRP の応力-ひずみ関係が、圧縮応力下で著しい負の非線形性を、また引張応力下では正の非線形性を持つことが明らかになった。すなわち、圧縮ひずみの増加に伴って圧縮弾性率は低下し、引張ひずみの増加に伴って引張弾性率が向上するという性質を持つ。このような非線形弾性挙動、とくに弾性率の低下する圧縮挙動が材料中の何らかの損傷に起因するものであれば、繰返し負荷を受けた場合の疲労特性、中でも引張-圧縮負荷を繰返し受ける両振曲げモードのような場合に、その損傷を起点とする破壊の伝ばにより疲労寿命が低下するおそれがある。

これまで CFRP の疲労特性に関して数多くの報告⁴⁾がされているが、高弾性炭素繊維による CFRP の疲

勞特性に関する報告はほとんどない。また、ピッチ系 CFRP の疲労特性の報告もほとんどされていない。これまでに報告された研究の中で取り上げられた疲労試験のモードとしては引張モードが多く、また曲げモードを扱った研究は片振りが主体であり、両振試験を行った例は少ない。両振曲げ疲労試験の方法としては、鋼材等の疲労試験に用いるシェンク試験片による方法があるが、一方向材の場合この形状では縦割れによる破壊が支配的モードになり、材料の疲労特性が反映されないので適当な方法ではない。

本研究では、高弾性ピッチ系炭素繊維による一方向 CFRP の非線形弾性特性が疲労特性に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。とくに、一方向材を試験することにより、繊維の特性を評価することに主眼を置いた。評価法としては、炭素繊維の弾性率の異なる 3 種類のピッチ系炭素繊維による一方向 CFRP と PAN 系高弾性炭素繊維 (引張弾性率 400 GPa クラス) による一方向 CFRP について 3 点曲げ

[†] 原稿受理 平成 3 年 9 月 3 日 Received Sep. 3, 1991

* 新日本製鐵(株)先端技術研究所 〒211 川崎市中原区井田, Advanced Mat. & Tech. Lab., Nippon Steel Corp., Nakahara-ku, Kawasaki, 211

** 正会員 新日本製鐵(株)先端技術研究所 〒211 川崎市中原区井田, Advanced Mat. & Tech. Lab., Nippon Steel Corp., Nakahara-ku, Kawasaki, 211

法による曲げ疲労試験を行い、その結果を比較検討した。試験モードは、応力比： $R=0.05$ （片張り）と、 $R=-1.0$ （完全両振り）の2種類について行った。

2 実験 験

2.1 試験片および試験条件

実験に供した試験片はすべて、プリプレグを金型内に一方向に積層し、ホットプレスにより加熱、加圧して成形した平板からダイヤモンドカッターを用いて切り出した。試験に用いた材料は弾性率の異なる3種類のピッチ系高弾性炭素繊維（引張弾性率 400, 500, 600 GPa）による一方向材と、PAN 系高弾性一方向材（引張弾性率 400 GPa クラス）である。繊維および一方向材の引張特性を Table I に示す。試験片形状は、板厚 2 mm、幅 25 mm、長さ 80 mm の短冊形である。負荷条件は Fig. 1 に示す通りで、スパンは 64 mm とした。圧子点、負荷点には接触応力による応力集中を軽減するために厚さ 0.1 mm のテフロンテープを貼った。

疲労試験は、油圧サーボ式材料試験機“サーボパルサー EHF-ED5”（島津製作所製）を使用して室温にて行った。試験条件は、 $R=0.05$ 、 -1.0 ともに周波数 5 Hz でサイン波形による荷重を与え、荷重制御とした。荷重レベルは、ASTM-D790 に準拠した静的曲げ試験により曲げ強度を求め、それを基準にして定めた。また、最大荷重を荷重できなくなるまでの負荷

の繰返し数を破断繰返し数とした。

いくつかの試験片について、疲労負荷中にアコースティックエミッション（AE）測定を行い損傷発生による AE 検出を試みた。同時に、破断した試験片の破断面走査型電子顕微鏡（SEM）観察および超音波探傷を行い、疲労損傷の累積を調べた。また、未破壊の試験片についても超音波探傷を行い損傷の累積を調べ、さらに静的曲げ試験を行って残留強度に関して検討を加えた。

2.2 実験結果と考察

2.2.1 荷重-たわみ線図 Fig. 2 に静的負荷-除荷過程における代表的な荷重-たわみ線図を示す。いずれの試験片も破断荷重の 70, 80, 90% まで負荷した後、除荷した。PAN 系の PM は破断まで荷重-たわみ線図がほぼ直線である。一方、ピッチ系は図に示す A に代表されるように、たわみの増加に伴って傾きが小さくなる傾向があるが、除荷する場合も負荷過程と同じ経路をたどる。これらの、荷重-たわみ線図の傾きが減少していく非線形性は、B, C にも見られる。これまでの研究^{2),3)}から明らかなように、この非線形性は一方向材の圧縮応力下における非線形応力-ひずみ関係に起因し、その程度は Fig. 3 に示すように強化繊維の弾性率に依存する。

疲労負荷中の荷重-たわみ線図も静的試験中と同様の傾向を示し、いずれの試験片もヒステリシスを描くことなく負荷-除荷過程で同じ経路をたどる。これは、

Fig. 1. Loading condition.

Table I. Fiber and composite tensile properties.

	Pitch based CF			PAN CF
	A	B	C	PM
Fiber tensile modulus, GPa	400	500	600	400
Fiber tensile strength, MPa	3500	3340	3300	2800
Fiber elongation, %	0.85	0.67	0.51	0.60
*Composite tensile modulus, GPa	200	320	350	210
*Composite tensile strength, MPa	1700	1900	1740	1230

*: $V_f=60\%$ equivalent.

Fig. 2. Load-deflection curves.

Fig. 3. Compressive nonlinearity of composites.

$R=0.05$, -1.0 いずれにも共通である.

2・2・2 破壊形態および疲労損傷の累積 $R=0.05$ の場合, いずれの試験片も試験片の圧縮側の圧縮破壊が破壊の起点となり, 初期破壊から数回の繰返し負荷で最終破断に至る. 試験片は, 静的曲げ試験の場合と同様に, 引張側の繊維破断と共に破壊に至る. いくつかの破断後の試験片に若干の層間はく離が見られるものもあるが, 試験時の観察から判断すると層間はく離が破壊の起点になったのではなく, 試験片破断時のエネルギー開放によって生じたものであると考えられる. したがって, この疲労試験結果は層間特性よりも繊維特性を良く反映したものであると判断できる.

Fig. 4, Fig. 5 にそれぞれ PAN 系試験片の静的および疲労試験後の破断面 SEM 写真を示す. いずれの試験片も, 引張側は繊維の引張破断, 圧縮側は繊維の圧縮負荷によるせん断破壊の様相を示しているが, 圧縮側について, 疲労試験後の破断面の方が, 繊維が細かく破断している. これは, 疲労負荷によるものなのか, 曲げ破断後数回繰返し曲げ負荷が加わったために破断面が互いに擦り合うことによって生じたものなのか明らかではない. Fig. 6, Fig. 7 にピッチ系試験片の代表的な破断面として材料 A の静的, 疲労試験後の破断面 SEM 写真をそれぞれ示す. ピッチ系試験片の破断面は静的, 疲労のいずれも類似した様相を示し, PAN 系試験片の疲労試験後のそれと類似している. すなわち, 引張側は繊維の破断による破壊で, 圧縮側は繊維が細かく破断している. このことから, ピッチ系試験片の場合, 疲労負荷を受けた場合の損傷の累積は, SEM 写真から判断することはできない.

$R=-1.0$ の場合, 引張側, 圧縮側のいずれが破壊の起点になっているのか試験中の観察からも破断試験片からも判断し難いが, 破壊モードは, $R=0.05$ の場合と同様に曲げによる分断破壊である. 破断面につい

Fig. 4. SEM micrograph of fracture surface (Static, PM).

Fig. 5. SEM micrograph of fracture surface (Fatigue, PM).

ては, $R=-1.0$ の場合, 初期破壊から最終破壊に至るまでに摩擦によって損傷を受けるため, 破断面の SEM 観察から引張破壊あるいは圧縮破壊を判断することはできなかった.

$R=0.05$, -1.0 のいずれの場合も, 10^6 回の繰返し負荷を加えて未破壊の試験片の超音波探傷の結果から, 損傷の累積は認められなかった. これらのことから, 疲労負荷による損傷の累積について, SEM 観察, 超

Fig. 6. SEM micrograph of fracture surface (Static, B).

Fig. 7. SEM micrograph of fracture surface (Fatigue, B).

音波探傷で検出できるほど顕著なもの、すなわち層間はく離、繊維破断、試験片内のクラック等の損傷はないと判断できる。

曲げ疲労荷重を受ける一方向材の損傷が、AE や超音波探傷で検出できる層間はく離やマトリックスのクラックによるものでなければ、疲労損傷は繊維自身の内部に蓄積されるのではないかと考えられる。そこで、もしも疲労荷重後の残留強度が低下していれば、繊維

(a)

(b)

Fig. 8. Flexural characters after fatigue test.

内部に損傷が蓄積したものと推定できる。そこで、疲労荷重後の試験片の残留強度を調べるために、いくつかの試験片について静的 3 点曲げ試験を行った。Fig. 8 に示す実験結果から、疲労荷重による曲げ弾性率、曲げ強度の顕著な低下は認められなかった。この結果から、疲労荷重の蓄積がどのような機構によるものであるかを判断するのは容易ではない。

2・2・3 S-N 特性 Fig. 9～12 に各試験片の $R=0.05$, -1.0 の S-N 特性を示す。いずれの試験片の場合も同様に、最大荷重レベルが曲げ強度の 80%

Fig. 9. S-N characteristic (PM).

Fig. 10. S-N characteristics (A).

Fig. 12. S-N characteristics (C).

Fig. 11. S-N characteristics (B).

Fig. 13. S-N characteristics ($R=0.05$).

を下回るあたりから片振りモードの最大繰返し数が両振モードを上回る。 $R=0.05$ では、最大荷重レベルが曲げ強度の70%で最大繰返し数 10^6 のレベルに達するのに対し、 $R=-1.0$ では曲げ強度の60%で初めて 10^6 レベルに達した。これは、 $R=-1.0$ の方が負荷条件が厳しいことから当然予想された結果である。各試験片間でこの傾向に顕著な差は認められなかった。各応力レベルでの最大繰返し数のばらつきは、 $R=-1.0$ の方が $R=0.05$ の場合よりも大きい。

Fig. 13, 14に、それぞれ $R=0.05$, -1.0 のS-N特性をPAN系T300の一方方向材の $R=0.05$ のS-N特性と併せて示す。 $R=0.05$, -1.0 のいずれの場合もピッチ系のA, B, Cの疲労寿命はPAN系のPMと同等のレベルである。同時にS-N曲線の形状もピッチ系とPAN系で類似している。荷重-たわみ線図が破壊まではほぼ線形のPMと、非線形性を持つピッチ系の間で疲労寿命の

レベルにはほとんど差がなく、また、ピッチ系の中でも弾性率、非線形性の度合いが異なる3種類のうちで顕著な差がないことから、応力-ひずみ関係の非線形性が疲労寿命に及ぼす影響はほとんど認められない。もしも圧縮の非線形性が繊維内部の損傷に起因するので

Fig. 14. S-N characteristics ($R=-1.0$).

あれば疲労寿命は非線形性の程度に影響されるはずである。しかし、実験結果から疲労寿命は非線形性の程度と相関がないことが示されたことから、高弾性ピッチ系 CFRP の圧縮応力下での非線形性は繊維内部の損傷によるものではなく、弾性の性質であるといえる。

3 結 言

(1) 高弾性一方向 CFRP の圧縮非線形特性は疲労寿命を低下させない。

(2) 高弾性一方向 CFRP の圧縮非線形特性は、繊維内部の損傷によるものではなく、弾性の性質である。

(3) 高弾性ピッチ系一方向 CFRP と PAN 系高弾性一方向 CFRP は、3 点曲げ疲労モードにおいて類似した破壊形態を示した。

(4) 高弾性ピッチ系一方向 CFRP と PAN 系高弾性一方向 CFRP は、応力比； $R=0.05$ および -1.0

において同等の疲労寿命を示した。

(平成 3 年 3 月 20 日 第 20 回 FRP シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 例えば、北野彰彦、乗田敏毅、野口健一、第 12 回複合材料シンポジウム講演要旨集、p. 125 (1987)。
- 2) 辻 信之、久保村健二、第 15 回複合材料シンポジウム講演要旨集、p. 105 (1990)。
- 3) N. Tsuji and K. Kubomura, in printing in Journal of Materials Science.
- 4) 例えば、B. Harris, H. Reiter, T. Adam, R. F. Dickson and G. Fernando, COMPOSITES, 21, 232 (1990)。
- 5) 中田政之、天城滋夫、新保 實、宮野 靖、強化プラスチック, 34, 503 (1988)。