短繊維強化ナイロン 66 CFRP の破壊機構と AE 特性[†]

倪 慶 清* 自 念 榮 **

Fracture Mechanism and Acoustic Emission of Short Carbon Fiber Reinforced Nylon 66

by

Qing-Qing NI* and Eiichi JINEN**

In this paper, the fracture mechanism and AE behavior of a short carbon fiber reinforced nylon 66 composite with a center crack through the thickness during monotonous tensile deformation are studied. It is shown that most of AE signals occur in the region of stable crack propagation and there is an obvious increase in AE activity at the initial stable cracking. The dimple patterns can be observed in SEM for all of materials and the AE characteristics of them are clarified. It is also shown that a proportional relation between J integral and COD holds well for the composites, but the proportional coefficient reduces as the fiber content or the ratio of crack length to specimen width increases. Using AE energy aspect ratio, which is defined as the ratio of the cumulative AE energy to the one at the initial stable crack, an exponent relationship between AE energy aspect ratio and J integral can be obtained experimentally. The value of the exponent m in the above relation is roughly the same during stable crack propagating even if the fiber content or the ratio of crack length to specimen width varies.

Key words: CFRP, AE, Cumulative AE energy, J integral, COD, Fracture mechanism

1 緒 言

AE 法は繊維強化複合材料の損傷過程の評価、破壊メカニズムの解明に有力な一つの手法となりつつある。材料は変形を受けた場合、材料内部に蓄積されたひずみエネルギーが解放され、AE 波として検知されることはよく知られている。したがって、AE 波は材料内部の微視的構造の変化に依存すると考えられる。そこで、AE 法を用いて複合材料における損傷のモニタリング^{1),2)}、材料破壊メカニズムの解明など多くの研究が行われた^{3)~5)}。

一方、切欠き材において切欠き先端での損傷はその応力状態により決定され、応力拡大係数、 J 積分またはき裂開口変位 COD のいずれかの破壊力学パラメータで評価することができる。そこで、AE パラメータと破壊力学のパラメータとの間の対応関係が注目される。最近、関根らは SMC 材について、AE エネルギーと弾性ひずみエネルギー解放率との間にほぼ比例関係があると報告した。著者らもチョップドストランド型の切欠き材を用いて、両者間により対応関係があることを報告し、また、小規模降伏の条件下で AE エネルギーと応力拡大係数との定量的関係についても検討した^{7),8)}。しかし、繊維含有率の低い材料の場合、荷重変位曲線における非線形部分が大きく、切欠き先端での

損傷域も大きいと考えられる。そこで、本報では弾塑性破壊力学パラメータとして、 J 積分、切欠き先端の開口変位 COD を用いて、破壊過程を考察する。さらにこれらパラメータと AE との関係を検討する。

2 試料および実験方法

試料は炭素繊維(トレカ T300)分散形強化ナイロン 66 の射出成形板であり、繊維の重量含有率(F.C. と記す)を 15%, 10%, 5% の 3 種類の CFRP 材を使用した。それぞれを A, B, C 材と呼ぶことにする。材料の機械的性質は Table I に示す。試験片の形状は Fig. 1 に示すとおりである。中央切欠き長さとして

Table I. Mechanical properties of materials.

Materials	Fiber content by weight (%)	Elastic modulus E (GPa)	Tensile strength σ (MPa)	Proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)
A	15	7.94	102	73.0
B	10	2.75	80.2	59.6
C	5	2.37	60.3	23.9

Fig. 1. The geometry of a specimen.

[†] 原稿受理 平成 4 年 6 月 10 日 Received June 10, 1992

* 京都工芸繊維大学大学院 〒606 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Graduate Student, Kyoto Inst. of Tech., Sakyo-ku, Kyoto, 606

** 正会員 京都工芸繊維大学工学部機械システム工学科 〒606 京都市左京区松ヶ崎御所海道町, Dept. of Mech. & System Eng., Kyoto Inst. of Tech., Sakyo-ku, Kyoto, 606

験片の幅との比(切欠き比, ξ と記す)をそれぞれ 0.2, 0.35, 0.5 の 3 種類とした。静的引張試験はインストロン型試験機を用い, クロスヘッド速度 0.5 mm/min で行った。AE 計測は島津 SAE-1000 を用いた。AE 検出センサーには 1 MHz の広帯域型を 2 チャンネルで使い, センサーからの AE 信号を総利得 80 dB で増幅した。しきい値電圧は 0.1 mV (40 dB) に設定した。

3 実験結果および考察

3.1 損傷域の形成

切欠き材の場合, 切欠き先端はき裂の伝ばに先立ち, 損傷域が生じることはいうまでもない。特に, 本材料のような低含有率の CFRP 材において, 切欠き先端での損傷域が割合に大きいと予測される。しかし, 本材料のようなものに対し, 損傷域を検出する適切な方法は確立されていない。一方, 本材料を負荷させていくと切欠き先端でくぼむ部分が生じる。負荷が増加につれこの部分は拡大する。その後, 安定き裂が発生, 伝ばし, 材料が破断にいたる。このくぼむ部分は切欠き先端の応力状態によって形成されると考えられる。板の表面は板厚方向の応力成分が零であるため, 平面応力状態となる。板の内部は板厚の薄い本試料でもその周辺の拘束で板厚方向の応力成分が存在し, 平面ひずみ応力状態の寄与があると考えられる。この板厚方向の応力成分は板表面部分の変形を引き起こす。した

(a) Just before the initial stable crack.
(b) Just after the initial stable crack.

Fig. 2. Damage zone in the vicinity of the crack tip.

Fig. 3. Dimensionless size of damage zone.

(a) F.C. 15%.

(b) F.C. 10%.

Fig. 4. Crack propagation.

がって, このくぼむ部分は損傷域であると考えられる。そこで, この部分に斜めにライトを当てると表面の凹凸により光度の差異が生じる。この部分を撮影すると Fig. 2 に示すような像が得られる。これより切欠き先端の損傷域の輪郭がわかる。Fig. 3 に損傷域のサイズの測定結果とよく使われている予測曲線とを示す。ここに, w は損傷域の寸法, a は切欠き長さ, σ は応力, σ_f は降伏応力である。

3.2 き裂の伝ば

Fig. 4 は繊維含有率 15% の A 材と 10% の B 材におけるき裂伝ばの様子を示す。図中における P_1 から P_8 点の諸記号は次の荷重変位曲線に示す各点と一致している。Fig. 5 に材料 A と B の荷重変位曲線と AE 事象の発生パターンを示す。両者を対応して考察すると, 次のことがわかる。

(1) 巨視的安定き裂の発生点 (A 材には P_3 点付近, B 材には P_4 点付近, 最大荷重の 80% ぐらい) と対応し, 荷重変位における傾きが減少している。同時に, AE 事象が急増する。繊維含有率が高いほど, 荷重変位曲線における変形に対する抵抗の低下が少ないが, AE 事象の増加がより明確である。

(2) 破壊過程は 3 段階をたどる。a) 切欠き先端で

Fig. 5. Relationship between load and displacement, acoustic event count rate and time.

の損傷域の形成, b) 安定き裂の進展, c) 不安定破壊, これらの3段階に対し, 不安定破壊ではき裂の進展速度が速いため, 不安定破壊の期間が短く, 検出される AE 事象が少ない. AE 事象を安定き裂の発生点を境として損傷域の形成領域と安定き裂の進展領域と区分してみると, 安定き裂の進展領域における AE 活性度は損傷域におけるそれよりずっと大きい. また, AE 活性度は繊維含有率に依存している. 15% の A 材の AE 活性度は 10% の B 材のそれより約 2 倍大きい. また, AE 活性度は荷重レベルにも依存する. 負荷の増加につれ, AE 活性度が增加する. これは負荷の増加につれ, すでに発生した損傷源のほかに新たな損傷源が生じ, 両者とも AE の発生源となるためである.

(3) 以上のほかに, 材料の構成によって負荷の初期において切欠き先端の鈍化などにより散発的に発生する AE 事象もある. これも考慮すると AE 事象の発生パターンは破壊のプロセスと対応して Fig. 6 に示すように次の三つの分布により構成されていると考えられる. 分布 I_0 は負荷の初期に発生するもので, 材料の構成による変形しやすい箇所, 例えば, 繊維端の樹脂の微視的割れ, 切欠きその鈍化などにより散発的な事象である. この部分の AE 活性度はその他の部分のそれと比べ, 非常に小さい. 分布 I は切欠き底で

Fig. 6. A model for AE activity.

の損傷域の形成, 拡大による AE 事象である. 分布 II は安定き裂の進展領域と対応し, 安定き裂の伝ば, 一時停止の繰返しによりき裂面の形成および裂前方に新たに生じる損傷によるものと考えられる. 分布 I と分布 II の破壊プロセスが異なる (分布 I は切欠き底の損傷域の形成, 分布 II は主に安定き裂の進展) ため, この両分布の境に安定き裂の発生点が存在しているはずである. これは今まで, 多くの材料において AE 法は安定き裂の発生点の検出に有力の方法であることの背景と考えられる. 分布 I と分布 II との境を越えると AE 事象はほとんど分布 II のものであるが, すでに発生した切欠き底の損傷域内での損傷の度合いが大きくなることによって AE の増加はまだ多少あると考えられる. Fig. 6 における分布 I の破線部分はそれを表わしている. また, 一般的にき裂進展領域の AE 事象は高振幅のものが多く, AE エネルギー (AE 事象のピーク振幅の二乗と定義している) を用いると安定き裂の発生点はもっと検出しやすくなる.

3・3 破壊形態

破壊過程の各領域における AE 活性度の特徴を検討してきたが, ここでは, AE 振幅, AE パワースペクトルと SEM 観察を併用し, 各領域における破壊形態と AE パラメータとの関係をさらに検討する.

3・3・1 AE 振幅分布 Fig. 7 は損傷域の形成および安定き裂進展領域における AE ピーク振幅分布を示す. これより, 繊維含有率 15% の A 材では損傷域 (Fig. 7 a I) において AE ピーク振幅は 0.48 mV (約 54 dB) 付近のものが多く, 安定き裂進展領域 (Fig. 7 a II) では 0.6 mV (約 56 dB) 付近に AE 事象が集中している. 繊維含有率 10% の B 材 (Fig. 7 b) においては, 損傷域と安定き裂進展域における AE 振幅が類似しているが, 後者の振幅ピークは損傷域のそれより約 0.08 mV 高振幅側にあることがわかる. また, 5% の C 材には損傷域と安定き裂進展域における振幅の差 (図は省略する) がほとんどない.

Fig. 7. AE peak amplitude distributions.

3・3・2 AEパワースペクトル解析 Fig. 8とFig. 9はそれぞれ15%のA材と10%のB材のAEパワースペクトルの時間流れ図を示す。図中の領域I, IIは前述の損傷域の形成および安定き裂の進展領域を示す。Fig. 8には390 kHz付近に周波数成分のピークは領域I, IIともに現れているが、低周波数成分が領域IIにほとんど見られない。これに対し、Fig. 9に示すように繊維含有率10%の場合、領域I, IIにおいて低周波数成分および390 kHz付近の周波数成分のピークが認められる。ただし、損傷域の形成領域において低周波数成分がもっと顕著に現れていることがわかる。5%のC材では、390 kHz付近のピークのほかに低周波数成分のピークも領域IとIIに現れ、その変化はほとんど認められない。ちなみに、本報告には扱っていないが、繊維含有率30%の場合、15%より低周波数のピークがもっと少なく、繊維含有率の影響がうかがえる。

3・3・3 SEMによる考察 以上のAE特性と破壊の様相を明らかにするためSEM観察を行う。Fig. 10は切欠き付近の破壊模様を示す。繊維の引抜きまたは繊維破断後の空洞および繊維を核とするディンプル模様で特徴づけられる。これは母材ナイロン66の塑性変形に伴い、材料中の繊維が核となって母材との

Fig. 8. A three dimensional distribution of power spectrum for F.C. 15%.

Fig. 9. A three dimensional distribution of power spectrum for F.C. 10%.

はく離を起こし、これらのはく離箇所が局部的に3軸応力引張応力の下で拡大して形成され则认为される。繊維を中心とするディンプル模様は本材料の破壊の基本パターンである。繊維含有率が低くなるにつれ、ディンプル模様のサイズが大きくなり、材料はもっと延性的になる。Fig. 11にディンプル模様の一例を示す。これより、本材料の主な破壊形態は次のとおりと考えられる。

- (1) 繊維を核とする母材を引きちぎるような延性変形および割れ
- (2) 繊維の引抜き、破断

これらの破壊形態はAEの発生源でもある。ここでは、き裂の進展に沿い、破壊形態の変化と前述の

Fig. 10. Fractographs in the vicinity of the crack tip.

Fig. 11. A dimple pattern.

AE 振幅, パワースペクトルの特徴と対応させて検討する。

Fig. 12 は繊維含有率 15% の A 材の破面である。切欠き先端の損傷域における母材の延性変形を伴うディンプル模様 (Fig. 12a) はき裂の進展につれ, ぜい性的な破面 (Fig. 12b) となり, 不安定破壊になると繊維の引抜き, ディンプル状の破壊形態は見られなくなる。一方, 繊維含有率 10% の B 材において損傷域におけるディンプル模様 (Fig. 10b) はき裂の進展につれ, 母材の変形は多少なめらかになるが, その変化は著しくない。5% の C 材の場合, 材料は破断までディンプル模様がほとんど変わらない。これらにより各破壊過程における破面様相はき裂の伝ば速度と繊維含有率に依存すると考えられる。

以上の各段階の破面様相と振幅分析およびパワースペクトル解析の結果と対応させて考察すると, 繊維含有率 15% の A 材について, 次の結果が推定される。

(1) き裂の進展領域において, 破面より繊維の引抜き, 破断が主な破壊形態であり, これと対応し, 数多くの 0.6 mV 付近をもつ高振幅の AE 事象が現れる。また, パワースペクトル解析においては炭素繊維の切断に基づく周波数成分約 390 kHz をもつピークの AE 波形がほとんどである。この三者がよく対応していると考えられる。

(2) 損傷域の形成領域において繊維の引抜き, 破断のほか前記の繊維を核とする母材を引きちぎるよう

な延性変形も生じている。推定結果 (1) をもとにこの破壊形態は AE ピーク振幅 0.48 mV 付近の事象と対応し, かつ, パワースペクトルにおける周波数成分が 250 kHz 以下のピークを持つものと考えられる。

繊維含有率 5% および 10% の材料について, 前述のように切欠き先端の損傷域の形成および安定き裂の進展領域において破面の変化が少なく, ディンプル模様を呈している。また, AE 振幅およびパワースペクトルのピークの周波数成分の変化は著しくないことより, 以上の推定結果を用いて, 三者の対応関係, すなわち, 破面, AE 振幅および周波数解析結果を同様に説明することができる。

3・4 J 積分と CTOD

以上は材料の破壊過程を AE パラメータと破面観察により検討してきたが, 次に弾塑性パラメータとして J 積分, CTOD を用いてさらに検討する。

金属材料において理論上および実験的研究で J 積分と CTOD 両者間が次の比例関係を示している。⁹⁾

$$J = \lambda \sigma_f \phi \quad (1)$$

ここに, σ_f は降伏応力である。また, Levy¹⁰⁾により λ は応力状態に依存する。理論上, 平面応力では $\lambda = 1$, 平面ひずみ状態では $\lambda = 2$ となる。実験的には λ の値はもっと広い範囲に変動し, かつ, 試験片の形状, 板厚, 切欠き比の変化に影響される。複合材料の場合, 繊維含有率はもう一つの影響因子として加えるべきであろう。そこで, 本材料について, J 積分と CTOD との関係を調べてみる。

荷重を P , 板厚を B , 板幅を W , 初期き裂長さ $2a$ としたとき, J 積分の評価式は¹¹⁾

$$J = G + \frac{2}{bB} \left[\int_0^\sigma P d\delta - \frac{1}{2} P \delta \right], \quad G = \frac{K^2}{E} \quad (2)$$

で示される。ここに,

$$K = \frac{P\sqrt{\pi a}}{BW} (1 - 0.025\xi^2 + 0.06\xi^4) \sqrt{\sec(\pi\xi/2)} \quad (3)$$

である。¹²⁾ 上式における G は弾性エネルギー解放率であり, 右第 2 項は荷重変位曲線における非線形部分によるものである。¹¹⁾ この部分の算出はまず荷重変位曲線を

Fig. 12. Fractographs are crack propagating.

Fig. 13. Relationship between J integral and CTOD.

Table II. Values of coefficient λ .

F.C.	5%	10%	15%
$\xi=0.20$	2.13	1.64	1.32
$\xi=0.35$	1.33	1.12	0.83
$\xi=0.50$	1.05	0.92	0.71

最適多項式で近似し、次に多項式曲線を離散化して数値積分で非線形部分の面積を求める。

き裂先端の開口変位 CTOD は Fig. 4 に示した写真を高倍率で拡大して求める。両者の関係は Fig. 13 に示す。これより、 J 積分と CTOD との関係はほぼ比例していることがわかる。すなわち、本実験の材料において、式 (1) は成り立つことがわかる。Table II は最小二乗法により算出した各種の試験片における λ の値である。 λ は 0.7 から 2.1 の範囲内にあり、繊維含有率、切欠き比に依存している。繊維含有率が 5%、10%、15% と大きくなるにつれ、 λ は減少する。また、繊維含有率別に見ると切欠き比が 0.2、0.35、0.5 と大きくなるにつれ、いずれの材料に対しても、 λ が減少する。

3・5 AE エネルギーと破壊力学パラメータとの関係

Fig. 14 に J 積分と累積 AE エネルギー E との関係を両対数表示で示す。これより、A 材において二つ、B、C 材において一つの折れ曲がり点が存在していることがわかる。A 材の場合、折れ線の傾きが急な状態から緩やかなものへ変化する点は Fig. 6 における分布 I₀ と分布 I の境にあり、切欠き先端の鈍化などによる散発的 AE 事象から損傷域の形成への変化を示す。しかし、B、C 材の場合、繊維含有率はもっと低く材料が変形しやすいため分布 I₀ はさらに弱く、分布 I₀ と分布 I との境点は不明確となる。また、折線の傾きは緩やかから急へ変化する点は AE エネルギーが急増することを意味し、分布 I と分布 II との境にある。その発生時刻と AE エネルギーの急激な変化よりこの点

Fig. 14. Relationship between the cumulative AE energy and J integral.

は安定き裂の発生点であると考えられる。一方、Fig. 4 に示したき裂の進展様相を高倍率で拡大し、巨視的き裂の発生点を判明することができる。以上の両方法で求めた安定き裂の発生点における J 値を比較すると AE 法で求めた J 値は写真で求めたそれより 15% ぐらい小さいことがわかる。これは AE 法が材料表面の巨視的き裂の発生より早く内部損傷をキャッチするためと考えられる。

また、累積 AE エネルギーと J 積分との関係は Fig. 14 より実験的に指数関数で表わせる。ただし、損傷域の形成およびき裂進展領域において指数関数における係数 C と指数 m が異なり、 C 、 m は破壊プロセスに依存すると考えられる。き裂進展領域において両対数表示では直線の傾きはほぼ繊維含有率に関係なく一定である。そこで、縦軸を累積 AE エネルギーと安定き裂発生点における AE エネルギーとの比 (AE エネルギー

Fig. 15. Relationship between E/E_i and J integral.

Fig. 16. Relationship between E/E_i and Δa .

ギ比と定義する) をとり、無次元化して整理しなおすと、Fig. 15 に示すように切欠き比、繊維含有率にはほぼ関係なく一直線の回りにデータが集まってくる。したがって、安定き裂進展領域において AE エネルギー比と J 積分との関係は次式のように実験的に整理できる。

$$E/E_i \propto J^m \quad (4)$$

ここに、指数 $m \approx 2$ である。

Fig. 16 に AE エネルギー比とき裂進展量との関係を示す。繊維含有率にはほぼ関係なく両対数表示で比例関係があることがわかる。この対応関係より AE 法で安定き裂のモニタリングが可能であると考えられる。

4 結 言

本研究では低繊維含有率の短繊維強化ナイロン 66 CFRP の切欠き試験片を用いて、静的引張による単調増加荷重下における実験を行い、切欠き先端の損傷域の形成および安定き裂の進展過程を観察し、同時に、AE 信号を計測することにより材料の破壊メカニズムの解明、AE パラメータと弾塑性破壊力学パラメータとの関係などを調べ、次の結果を得た。

(1) 破壊過程における AE 信号はおもに損傷域の形成および安定き裂の進展によるものである。安定き裂の進展領域における AE 活性度は損傷域のそれよりずっと大きい。したがって、AE 活性度の急激な変化点は安定き裂の発生点と対応していることがわかる。

(2) AE 振幅、周波数解析および破面観察により本材料の基本破壊模様であるディンプル模様に対し、AE 振幅、周波数成分の特徴を明らかにした。

(3) J 積分と CTOD との間にはほぼ比例関係があり、比例係数は繊維の含有率および切欠き比の増加につれ減少する。

(4) 安定き裂進展領域において AE エネルギー比を用いて J 積分との間には指数関係があり、切欠き比、繊維含有率にはほぼ関係なく指数 m が一定であることがわかった。また、AE エネルギー比とき裂進展量との間にも指数関係がある。

最後に、本研究の遂行に当り試料を提供された東レ K. K. 複合材料研究所の方々および実験に協力された京都工芸繊維大学卒業研究生大道康之君に深謝します。

(平成 4 年 3 月 19 日 日本材料学会第 21 回 FRP シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 福田武人, 逢坂勝彦, 谷口 誠, 日本複合材料学会誌, 17, 58 (1991).
- 2) 上野谷敏之, 日本材料学会第 21 回 FRP シンポジウム, 46 (1992).
- 3) Eiichi Jinen, Engng Fracture Mech. 21, 157 (1985).
- 4) D. Vatin, Composites, 16, 225 (1985).
- 5) M. Suzuki, H. Nakanish, M. Iwamoto, E. Jinen, Z. Maekawa and A. Mori, Proc. Japan-U. S. CCM-III, Tokyo, 631 (1986).
- 6) 関根英樹, 神谷庄司, 佐々木高德, 日本複合材料学会誌, 17, 118 (1991).
- 7) 倪 慶清, 自念榮一, 岩本正治, 材料, 41, 714 (1992).
- 8) 倪 慶清, 自念榮一, 日本材料学会第 21 回 FRP シンポジウム, 198 (1992).
- 9) S. A. Paranjpe and S. Banerjee, Engng. Fracture Mech., 11, 43 (1979).
- 10) U. Levy, P. V. Marcal, W. J. Ostergren and J. R. Rice, Int. J. Fracture, 143 (1971).
- 11) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司朗, 機械の研究, 30, 1269 (1978).
- 12) 例えば, 石田 誠, “き裂の弾性解析と応力拡大係数”, p. 145 (1976) 培風館