突合せおよびスカーフ接着継手の繰返し荷重下における 接着層の損傷挙動[†]

石 井 清* 今 中 誠**
中 山 英 明*** 児 玉 斎****

Damage Behavior of Adhesively Bonded Butt and Scarf Joints under Cyclic Loading Conditions

by

Kiyoshi ISHII*, Makoto IMANAKA**, Hideaki NAKAYAMA*** and Hitoshi KODAMA****

Rubber modified epoxy adhesive has been widely used to structure fields due to its high toughness. The importance of fracture mechanism of the rubber-toughened epoxy is the void formation by rubber particles, where damage zone enclosing the voids propagates in the vicinity of the crack tip. Hence, in considering strength of the rubber modified epoxy, the damage behavior should be taken into account. However, there are few studies about the fatigue behavior of the rubber modified epoxy adhesive discussed from the viewpoint of damage mechanics.

In this study, the damage behavior of the adhesively bonded butt and scarf joints under cyclic loading conditions has been studied using a rubber modified epoxy adhesive, where stress triaxiality in the adhesive layer can be varied in a wide range by changing the scarf angle. The strain and crack length of the adhesive layer were monitored by using strain and crack gages pasted on the adhesive layer. A damage parameter is introduced to depict the degree of fatigue damage. Based on these parameters, the effect of stress triaxiality on damage development behavior was discussed.

Key words: Adhesive joint, Fatigue, Damage parameter, Modified epoxy adhesive

1 緒 言

近年、接着接合法の構造部材への適用が航空機分野を中心に進められており、さらに高強度の構造用接着剤の開発が期待されている。種々の接着剤の中でも、静的強度をさほど低下させることがなく高いじん性が得られることからゴム変成されたエポキシ系接着剤が注目されている。これは、エポキシ樹脂に極めて粒径の細かいゴム粒子が分散されたもので、破壊時に、き裂周辺にゴム粒子周辺のボイド化による損傷領域が形成され、破壊じん性値やき裂進展抵抗の大幅な向上をもたらすことが知られている。^{1)~3)} このように、ゴム変成エポキシ系接着剤において損傷挙動は接着層の強じん化に深く関連することから、損傷領域の形成・進展挙動の把握は強度特性を明確にする上で不可欠である。しかし、損傷変数等の損傷力学パラメータを用いた定量化は高分子材料において、最近、一部ポリスチレン等のバルク材で行われているにすぎない。⁴⁾

さらに、接着継手の接着層は被着体の拘束により複雑な多軸応力状態になることが知られており、応力多軸性

は多くの高分子材料の損傷挙動を支配する重要なパラメータであるとされている。⁵⁾ したがって、接着層の損傷挙動は単軸応力状態にあるバルク試験片のそれとは異なることが予想されるが、接着継手の損傷挙動についてはわずかに数値解析に関する研究^{6), 7)}が行われているにすぎず、実験的な検討はほとんど行われていない。さて、突合せならびにスカーフ接着継手の接着層は端部近傍を除いて極めて均一な応力分布が得られ、またスカーフ角を変化させることにより損傷挙動に大きく影響を及ぼす接着層の応力多軸性を変化させることが可能であることから、これらの継手は接着層の損傷挙動を調べるのに適していると考えられる。

そこで、本研究では、接着層の応力多軸性が繰返し荷重下における損傷挙動に及ぼす影響を調べるため、ゴム変成エポキシ系接着剤によって接着された突合せならびにスカーフ角の異なるスカーフ接着継手の接着層にひずみおよびクラックゲージを貼り付けひずみ変化ならびにクラックの進展挙動を測定し、疲労過程における接着層の損傷挙動について検討を行なった。

[†] 原稿受理 平成 12 年 6 月 16 日 Received June 16, 2000

* 正 会 員 大阪産業大学短期大学部自動車工業科 〒574-8530 大東市中垣内, Fac. of Jun. College of Automobile Ind., Osaka Sangyo Univ., Nakagaito, Daito, 574-8530

** 正 会 員 大阪教育大学技術教育講座 〒582-8582 柏原市旭が丘, Dept. of Tech. Education, Osaka Univ. of Education, Asahigaoka, Kashiwara, 582-8582

*** 正 会 員 大阪産業大学法人本部 〒574-8530 大東市中垣内, Executive office, Osaka Sangyo Univ., Nakagaito, Daito, 574-8530

**** 三菱レイヨン(株)複合材料生産技術部 〒108-0075 東京都港区港南, AMC Tech. Dert., Mitsubishi Rayon Co.Ltd., Minato-ku, Tokyo, 108-0075

2 接着継手試験片および実験方法

Fig. 1 に本実験で使ったスカーフ角 $\theta = 45^\circ$ と 60° のスカーフ継手と突合せ継手の形状・寸法を示す。

被着体にはアルミニウム合金 (JIS. 2017-T4) を用い、接着剤にはフィルム状エポキシ系接着剤 (三菱レイオン (株) 製, BF-9137) を用いた。なお、この接着剤には粒径約 $1\mu\text{m}$ のゴム粒子が 4 ~ 5wt% 程度含まれている。また、試験片の寸法はすべての継手の接着面積が同一になるようスカーフ角により板幅 W を変化させている。

接着時の前処理として、被着体の接着面を #120 のエメリーペーパーで研磨した後、アセトン溶剤中で超音波洗浄による脱脂処理を施し、さらにプライマー (信越化学 (株) 製, プライマー C) を塗布し、室温中で乾燥させた後、接着した。なお、接着層厚さはフィルム状接着層内のスペーサにより調整される。接着剤の硬化条件は、403K, 1 時間とした。

接着層のひずみは、Fig. 1 に示すように試験片の裏面の中央部に接着層を挟んで貼り付けられたゲージ長さ 1mm の 2 枚のひずみゲージを用いて測定した。また、疲労き裂の発生ならびに進展挙動は接着層端部に貼り付けられたゲージ長さ 5mm, 最小検出能 0.1mm の 4 枚のクラックゲージにより検出した。なお、4 枚のゲージのいずれかが 0.2mm のき裂を検出した時点なき裂発生寿命 N_i とした。

疲労試験は、荷重容量 15kN の電気油圧サーボ形疲労試験機を用いて、応力比 $R = 0.1$, 荷重繰返し速度 30Hz の片振り引張荷重で行った。また、打ち切り繰返し数を 10^7 回とした。

3 実験結果および考察

3.1 疲労強度

突合せおよびスカーフ継手の S-N 関係を Fig. 2 に示す。図において、縦軸は試験片被着体の軸方向引張応力範囲 $\Delta\sigma$ を、横軸は破断までの応力繰返し数 N_f を示している。また、いくつかの試験片についてはき裂発生寿命 N_i も示している。図より、スカーフ角度の減少に伴い、軸方向引張応力範囲により整理された疲労強度が増加していることが認められる。このような疲労強度特性は、接着部の疲労強度が主に最大主応力により支配される際に見られる傾向で、異なる種類の接着剤により接着されたスカーフ継手においても確認されている^{8), 9)}。さらに同図より、突合せ継手ではき裂発生と破断寿命の差はわずかであるが、スカーフ角 $\theta = 45^\circ$ の場合には疲労寿

Fig. 1. Shape and sizes of the adhesively bonded butt and scarf joints.

Fig. 2. Relationship between axial stress range and number of stress cycles to failure N_f or crack initiation N_i .

命に占めるき裂の伝ば寿命の割合が増加する傾向が認められ、 $\theta = 60^\circ$ の場合にはこれら双方の場合が混在している。また、スカーフ角の増加に伴い、S-N 関係のこう配がなだらかになる傾向が観察される。

3.2 疲労過程における接着部の損傷挙動

突合せ接着継手接着層における応力繰返し数の増加に伴う応力-ひずみ履歴曲線の変化の様子を Fig. 3 に示す。図より繰返し数の増加に伴い平均ひずみが増加するとともに、応力-ひずみ関係の傾きの低下すなわち接着層のみかけの弾性率の低下が認められる。このようなみかけの弾性率低下の要因としては接着層内部にボイドもしくはマイクロクラックが形成されること、あるいはマクロき裂の進展によるコンプライアンスの上昇が考えられる。本実験では前述したようにクラックゲージを用いてき裂の成長も測定しており、突合せ継手では Fig. 2 に示したように疲労き裂は破断直前に発生しているのみかけの弾性率の低下はボイドもしくはマイクロクラックによる接着層自体の損傷によるものと考えられる。ここでは、疲労過程における接着部の損傷評価を行なうため、次式で定義される損傷変数 $D^{(5)}$ の変化を調べた。

$$D = 1 - \frac{E}{E_0} \quad (1)$$

ただし、 E_0 は初期の弾性率、 E は疲労過程での接着層

Fig. 3. An example of cyclic stress-strain response for butt joint ($\theta = 90^\circ$).

の弾性率である。

Fig. 4 は突合せ継手について、損傷変数 D および端部のき裂長さの疲労過程における変化挙動の一例を示している。突合せ継手では、疲労き裂は図に示すように破断直前に発生するが損傷変数は疲労初期から増加していることが認められる。なお、図中の $\times$ 印はひずみゲージの断線時期を示している。

Fig. 5 は突合せ継手の疲労過程における損傷変数の変化挙動を寿命比 N/N_f に対してまとめて示したものであり、4本の試験片については疲労き裂の発生寿命 N_i を◎印で示している。同図より、損傷変数は初期にやや大きく増加するが、その後、増加率が低下し、 $\Delta\sigma = 21.2$ MPa の場合は破断直前で急激な増加傾向を示すものの、

Fig. 4. Typical variation pattern of damage parameter and crack length for a butt joint.

Fig. 5. Variation of damage parameter against life fraction for butt joints.

他の試験片はそのまま破断に至っている。なお、上述のように、突合せ継手の場合の損傷変数の増加はボイドもしくはマイクロき裂に対応したものであり、また、損傷変数の増加過程における値は負荷応力の大きさには必ずしも依存せずに比較的大きな変動を示している。

次に、 $\theta = 60^\circ$ のスカーフ継手について、損傷変数および端部のき裂長さの変化挙動の典型的な二例を Fig. 6(a), (b) に示す。図(a) は疲労過程の比較的初期に疲労き裂が発生する場合を示し、図(b) は突合せ継手と同様に破断直前まで疲労き裂の発生が認められない場合を示している。同図より、き裂発生時期が異なっても、両者とも疲労過程の比較的初期から損傷変数の増加が認められる。 $\theta = 60^\circ$ のスカーフ継手の損傷変数の変化挙動を Fig. 5 と同様に Fig. 7 にまとめて示す。なお、3本の試験片についてはき裂発生時期も併せて示している。同図より、損傷変数の急激な増加開始時期は負荷応力に依存せず試験片毎に異なる傾向を示すが、ひずみゲージが破

(a) $\Delta\sigma = 25.7$ MPa, $N_f = 1.15 \times 10^6$

(b) $\Delta\sigma = 26.7$ MPa, $N_f = 3.31 \times 10^5$

Fig. 6. Typical variation patterns of damage parameter and crack length for a scarf joint ($\theta = 60^\circ$).

Fig. 7. Variation of damage parameter against life fraction for scarf joints ($\theta = 60^\circ$).

損に至る寸前の損傷変数の急激な増加までの損傷曲線はき裂の発生時期にかかわらずほぼ一致しており、疲労過程前半における損傷変数 D のばらつきは突合せ継手の場合に比べて少ない。

Fig. 8(a),(b) は $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手のき裂長さと損傷変数を示している。Fig. 2 に示したように、 $\theta = 60^\circ$ の場合とは異なりすべての継手において疲労き裂は疲労過程の初期において発生するが、 $\theta = 45^\circ$ の場合には図(a) に示すように、クラックの進展に対応して損傷変数が急増する場合と、図(b) に示すように、クラック進展が、損傷変数の急激な増加をもたらさない場合が認められた。

$\theta = 45^\circ$ の場合には疲労き裂が疲労過程の初期に発生するにもかかわらず、損傷変数との対応が試験片毎に異なるのは発生した疲労き裂の進展挙動に関連していると考えられる。そこで、き裂の進展挙動を調べるため、 $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手に $\Delta\sigma = 29.9\text{MPa}$ の軸方向応力を 6.4×10^4 回負荷し、損傷変数 $D = 0.1$ に達した試験片を取り外し、浸透液をき裂に浸透させた後、静的に破断し、き裂の進展状況を調べた。Fig. 9 は浸透液によりき裂部分が染色された破面を示している。図より、き裂は自由表面より内部にはほとんど進行せず、表面より浅い位置で、周辺を進展していることが認められる。このことから、疲労初期においてもひずみゲージの下をき裂が進展した場合にはゲージの断線によりひずみ測定が不可能となったものと推察され、疲労後期までき裂がゲージの下を通過しない場合には、ひずみ出力が破断直前まで測定できたものと考えられる。

次に、疲労過程における損傷変数の変化挙動を Fig. 5,

Fig. 8. Typical variation patterns of damage parameter and crack length for a scarf joint ($\theta = 45^\circ$).

Fig. 9. Fatigue crack growth area for the scarf joint ($\theta = 45^\circ$) at the damage parameter $D = 0.1$.

7 と同様に、Fig. 10 にまとめて示す。同図より、 $\theta = 60^\circ$ の場合とはやや傾向が異なり、急激な増加過程に入る以前での損傷変数がやや高く推移する場合と低く推移する場合の2通りの傾向が認められるが、 $\theta = 60^\circ$ 場合と同様に急激なひずみの増加が生じるまでの損傷係数の変化挙動は疲労過程の終盤まで測定できた試験片の値とほぼ一致した。これらのことから、 $\theta = 60^\circ$ および $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手ともに、ひずみゲージの断線によりひずみ

Fig. 10. Variation of damage parameter against life fraction for scarf joints ($\theta = 45^\circ$).

測定が途絶えた継手においても疲労過程後期の損傷変数は破断直前まで測定された継手のそれとほぼ同じ変化を辿るものと推察される。

さて、先に述べたようにき裂発生後の損傷変数は接着層自体の損傷だけではなくき裂進展に伴うコンプライアンスの増加を含んでいる。したがって、き裂進展後の接着層自体の損傷を明確化するためには、接着層をまたいで貼り付けたひずみゲージより検出される平均ひずみに及ぼすき裂の影響を把握する必要がある。ここでは、Fig. 9 に示したき裂が損傷変数に及ぼす影響を調べるため、Fig. 11 に示す解析モデルに従い有限要素法により継手の変位を解析した。解析に使用した材料常数は、被着体のアルミニウム合金のヤング率およびポアソン比をそれぞれ $E = 75.4\text{GPa}$, $\nu_a = 0.34$ とした。また、使用した接着剤はフィルム状であるため通常のダンベル試験片の作成が困難であった。そこで、粘弾性測定装置を用いてヤ

Fig. 11. Analytical model for the scarf joint ($\theta = 45^\circ$) with crack.

ング率とせん断弾性率を求め、等方弾性体と仮定してヤング率 $E = 3.88\text{GPa}$ およびポアソン比 $\nu_a = 0.29$ を算出した。負荷応力は $\Delta\sigma = 29.9\text{MPa}$ に対応する最大応力 $\sigma = 33.2\text{MPa}$ を、試験片上部に等分布引張荷重として与えて、弾性解析を行った。同図の黒塗りした部分は Fig. 9 に対応するように設定されたき裂の存在する領域を示している。ひずみゲージより測定されるひずみは接着層をまたいでゲージ長さ 1mm に対応する距離にある AB および CD 間の平均ひずみであることから、ここでは、実験荷重を負荷した際の AB および CD 間の平均変位 ΔZ を求め、き裂がない場合の平均変位 ΔZ_0 と比較した。その結果、 $\Delta Z / \Delta Z_0 = 1.01$ となり、き裂進展の損傷変数 D に及ぼす影響は 1% 程度と無視し得る。他のスカーフ継手においてもき裂が周辺を浅く進展することが確認されており、損傷変数は、ほぼボイドもしくはマイクロクラック等の接着層内部の損傷を反映したものと考えられる。

そこで、Fig. 5, 7, 10 に示したスカーフ角の異なる 3 種類の継手の疲労過程における接着層の損傷変数の挙動を比較するため、寿命終期の寿命比 $N/N_f = 0.9$ における損傷変数とスカーフ角の関係を Fig. 12 に示した。図より、スカーフ角の減少に伴い損傷変数の低下傾向が認められる。ここでは、このような損傷変数の変化挙動に及ぼすスカーフ角の影響について接着層の応力多軸性の観点から検討を行う。

一般に、応力多軸性は損傷挙動を支配する重要な因子であることが知られており、損傷力学では次式で与えられる多軸性パラメータ H が広く用いられている。⁵⁾

$$H = \frac{\sigma_H}{\sigma_{eq}} \quad (2)$$

ただし、 σ_H は平均静水圧、 σ_{eq} はミーゼスの相当応力である。

さて、スカーフ継手では接着層を弾性体と仮定すると、端部近傍を除いて、接着層の均一応力域における主応力はスカーフ角を θ 、軸方向引張応力を σ_a とすると次式で与えられる。¹⁰⁾

$$\sigma_1 = \frac{\{\sigma_s + \sigma_n + \sqrt{(\sigma_s - \sigma_n)^2 + 4\tau_{sn}}\}}{2} \quad (3)$$

$$\sigma_2 = \sigma_s \quad (4)$$

Fig. 12. Dependence of damage parameter at $N/N_f = 0.9$ on scarf angle.

$$\sigma_3 = \frac{\left\{ \sigma_s + \sigma_n - \sqrt{(\sigma_s - \sigma_n)^2 + 4\tau_{sn}} \right\}}{2} \quad (5)$$

ただし, $\sigma_s \sigma_n \tau_{sn}$ はそれぞれ接着層の長手方向, 垂直ならびにせん断応力を示しており, それぞれ式 (6), (7), (8) で与えられる. なお, ν_a は接着層のポアソン比である.

$$\sigma_s = \frac{\nu_a \sigma_n}{1 - \nu_a} \quad (6)$$

$$\sigma_n = \sigma_a \sin^2 \theta \quad (7)$$

$$\tau_{sn} = \sigma_a \sin \theta \cos \theta \quad (8)$$

これより, 多軸性パラメータ H はスカーフ角が決まるとポアソン比だけの関数になる. 接着層のポアソン比 $\nu_a = 0.29$ を用いて, 多軸性パラメータとスカーフ角の関係を求めると Fig. 13 に示す関係が得られる. 図よりスカーフ角の減少に伴い 3 軸性の低下, すなわちボイド生成の要因である膨張応力 (負の静水圧) の減少が認められ, このことが, スカーフ角の減少に伴い疲労過程における損傷が減少する要因の一つと推察される.

Fig. 14(a), (b) は走査電子顕微鏡による突合せ継手ならびに $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手の破面を示している. 図(a) に示すように突合せ継手では, 粒径 $1\mu\text{m}$ 程度のゴム粒子のボイド化した痕跡が多数認められ, 膨張応力の影響を受けてゴム粒子がボイド化しているものと予想される. しかし, $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手では, ボイドの痕跡はほとんど見られず, 接着層がせん断ディンプル状の破面を呈し, すべりによる塑性変形を起こしていることがうかがえる. このような傾向は類似のゴム変成エポキシ樹脂の静的破壊破面においても観察されている.¹²⁾ このようにスカーフ角の減少により, ボイド化が抑制されることならびにせん断変形が生じ易くなることは, 先に示したスカーフ角と損傷変数の変化挙動と一致する.

4 結 言

ゴム変成エポキシ系接着剤により接着された突合せおよびスカーフ継手の疲労過程における損傷挙動について検討を行なった. 主な結果は以下の通りである.

- (1) 疲労強度はスカーフ角の減少に伴い増加した.

Fig. 13. Effect of scarf angle on the triaxiality parameter in the adhesive layer.

(a) Butt joint $\Delta\sigma = 22.9\text{MPa}$ $N_f = 8.08 \times 10^5$

(b) Scarf joint ($\theta = 45^\circ$) $\Delta\sigma = 29.3\text{MPa}$ $N_f = 2.82 \times 10^5$

Fig. 14. Fracture surfaces for the butt and scarf joint ($\theta = 45^\circ$).

- (2) 突合せならびにスカーフ継手ともに, 損傷変数は初期にやや大きく増加するが, その後, 増加率が低下し, 破断直前で急激に増加するクリーブ曲線と類似の傾向を示した.

- (3) 突合せ継手では, き裂は破断直前に発生し, $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手では, き裂は初期に発生した. また, $\theta = 60^\circ$ のスカーフ継手ではき裂は初期に発生する場合と後期に発生する 2 通りの場合が認められた.

- (4) 破断に近い損傷変数 $D = 0.1$ に達した $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手の接着層に浸透液を浸透させ, 強制破断させた破面よりき裂は内部へは深くに進行せず, 自由表面に沿って環状に進行することが認められた. また, この場合のひずみゲージを貼付した位置の変位を有限要素法により解析したところ, き裂の損傷変数に及ぼす影響はほぼ無視しうることが認められた. このことから, 損傷変数はほぼ接着層自体のボイドやマイクロき裂の進展に対応しているものと推察される.

- (5) スカーフ角の減少に伴い疲労過程における損傷変数が低下する傾向が認められた. この要因としてスカーフ角の減少に伴いボイド生成の要因である膨張応力が減

少することが考えられる。

(6) 走査電子顕微鏡による突合せ継手ならびに $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手の破面観察結果より、突合せ継手では、粒径 $1\mu\text{m}$ 程度のゴム粒子のボイドした痕跡が多数認められたが、 $\theta = 45^\circ$ のスカーフ継手では、ボイドの痕跡はほとんど見られず、接着層がせん断ディンプル状の破面を呈した。このようなスカーフ角の減少によりボイド化が抑制されせん断変形が生じ易くなるという傾向は、損傷変数の変化傾向と一致する。

参 考 文 献

- 1) A. F. Yee and R. A. Pearson, "Fractography and failure mechanisms of polymers and composites", ed. by A. C. Roulin-Moloney, p.291 (1988) Elsevier Applied Science Publisher.
- 2) R. A. Pearson and A. F. Yee, J. of Mat. Sci., **26**, 3828 (1991).
- 3) A. F. Yee, D. Li and X. Li, J. of Mat. Sci., **28**, 6392 (1993).
- 4) C. Y. Tang and A. Plumtree, Eng. Frac. Mech., **49**, 499 (1994).
- 5) J. Lemaitre, "A course on damage mechanics", p.11 (1992) Springer-Verlag.
- 6) C. L. Chow and T. J. Lu, Int. J. of Damage Mech., **1**, 404 (1992).
- 7) U. Edlund and A. Klarbring, Int. J. of Solid Structure, **30**, 2693 (1993).
- 8) M. Imanaka and T. Iwata, J. of Adhesion, **59**, 111 (1996).
- 9) K. Ishii, M. Imanaka, H. Nakayama and H. Kodama, Composites Part A, **29**, 415 (1998).
- 10) 鈴木靖昭, 松本 淳, 小幡 鍊, 日本接着協会誌, **18**, 7 (1982).
- 11) Y. Suzuki, Bulletin of JSME, **27**, 1836 (1984).
- 12) M. Imanaka, A. Fujinami and Y. Suzuki, J. of Mat. Sci., **35**, 2481 (2000).