低温におけるガラス繊維強化有機
複合材料の破壊じん性に関する研究*関根 英樹^{*1}, 藤田 淳^{*2}The Study of Fracture Toughness of Glass Fiber
Reinforced Plastics at Low Temperature

Hideki SEKINE and Jun FUJITA

The paper is concerned with the fracture toughness of glass fiber reinforced plastics at low temperature. By the use of compact tension specimens of a random chopped-strand SMC composite, fracture toughness tests were performed at temperatures, 298 K, 200 K, 77 K and 4 K. The main results are summarized as follows: (1) At the lower temperatures, the nonlinearity of load-crack mouth displacement curve becomes remarkable and the acoustic emission activity becomes higher. (2) From the microscopic observation, it was found that the zone of damage consisting of fiber debonding, matrix cracking and fiber breakage is formed in the vicinity of the notch tip. (3) The fracture toughness value K_{AE} , obtained as the stress intensity factor which corresponds to the onset of abrupt increase of the accumulated acoustic emission energy, is larger, as the temperature is lower. (4) At a low temperature, the fracture toughness value K_0 obtained by the 5% offset procedure of ASTM E 399 is extremely smaller than the fracture toughness value K_{AE} at the same temperature. Thus, the value K_0 could be inappropriate for the fracture toughness at a low temperature. (5) The equation involving the tensile strength of fibers is derived for the fracture toughness of the random chopped-strand SMC composite at a low temperature.

Key Words: Composite Materials, Fracture, GRP, Fracture Toughness, Low Temperature, Micro-fracture, Acoustic Emission

1. 緒 言

種々の特性をもつ素材を組合せ、所望の特性を賦与することのできる複合材料は次世代材料と考えられ、今日その開発研究が国家的に要請されている⁽¹⁾。ガラス繊維強化有機複合材料 (GRP) は近年その製造技術の進歩により繊維含有率を高くでき、量産が可能で経済性が優れていることなどから、使用範囲が大きく広がっている。その結果、GRPの破壊強度の正確な評価が要求されているが、この種の研究はこれまで多くない。Gaggarら⁽²⁾は片側切欠および両側切欠を有する帯板の引張試験ならびに片側切欠を有する帯板の三点曲げ試験を行い、GRPの破壊じん性値をASTM E 399⁽³⁾にしたがって求め、これらの比較検討を行った。また、切欠先端において繊維と母材との界面はく離が生じる負荷に対応する限界応力拡大係数も設計の観点から重要なパラメータであると主張している。GRPでは最大荷重よりはるかに小さな荷重で繊維と母材との界面はく離、母材の割れおよび繊維の破断の

微視破壊が生じ切欠先端部に損傷域が形成されるが、高負荷になるまで巨視き裂は発生しない。したがって、繊維と母材との界面はく離が生じるときの応力拡大係数を破壊じん性値とすると材料の破壊じん性を過小評価することになる。一方、Yanadaら⁽⁴⁾は最大荷重に対応する応力拡大係数が試験片形状によらず一定値となることを示し、最大荷重に対応する応力拡大係数を破壊じん性値とした。また、Wangら⁽⁵⁾も同様に試験時の最大荷重からGRPのモードI、モードIIおよび混合モードの破壊じん性値を求めている。このように、現状ではGRPの破壊じん性値の評価規準は明確に定まっていない。

アコースティックエミッション (AE) 法は材料の微視破壊を的確に検知する有力な手法としてよく知られている。近年、著者ら⁽⁶⁾⁻⁽⁹⁾は各種のGRPにおいてAE法を併用した破壊じん性試験を実施し、AE法が破壊じん性値の決定に有効であることを示した。

GRPは住宅機器、舟艇などの工業材料としてこれまでも多量に使用されてきたが、GRPの優れた電気絶縁性、電波透過性、耐食性が注目され、近年、核融合炉、磁気浮上車両、MHD発電などの超電導マグネットの電気、熱絶縁材料や支持材、航空機、宇宙機器の一次構造部材および低温压力容器などへの使用も検討

* 昭和62年3月14日 東北支部第22期総会講演会において講演、原稿受付 昭和61年3月27日。

^{*1} 正員、東北大学工学部 (〒980 仙台市荒巻字青葉)。

^{*2} 学生員、東北大学大学院。

されている。このためには低温での GRP の物性および強度に関する研究とデータの蓄積が必要である。Kasen⁽¹⁰⁾や Klich ら⁽¹¹⁾は各種の GRP の低温における機械的、電気的、熱的性質を報告している。さらに、門谷ら⁽¹²⁾は各種の GRP の低温における引張特性を検討し、低温では母材の割れにより応力-ひずみ関係に屈曲点 (Knee point) が現れることを明らかにした。また、Kriz⁽¹³⁾は低温での GRP の機械的性質に及ぼす損傷の影響を調べている。低温での GRP の強度に関して、Beck⁽¹⁴⁾は圧縮破壊特性を明らかにし、Hanら⁽¹⁵⁾はテーパ付二重はり試験片を用いて層間破壊エネルギーを求め、低温の層間破壊エネルギーが室温のその約 3 倍大きくなることを示した。

本研究では、GRP のシートモールディングコンパウンド (SMC) 複合材料を用いて、微視破壊を的確に検知することのできる AE 法を併用した破壊じん性試験を行い、低温における GRP の破壊じん性を検討した。また、破面観察を行い、切欠先端における微視破壊を考察した。さらに、微視破壊に関する知見に基づいて、破壊じん性値算定モデルを作成し、繊維の引張強さを変数として含んでいる一つの破壊じん性値の算定式を提案した。

2. 試験片および実験方法

本実験に用いた GRP の SMC 複合材料(大日本インキ RMC-312-25)は、繊維の直径が約 $13\ \mu\text{m}$ で長さ $25\ \text{mm}$ のアクリルシラン処理を施した E ガラス繊維のチョップドストランドマットに、不飽和ポリエステルを含浸させ 8 層に積層し加熱・加圧成形したものである。添加剤として触媒、増粘剤、内部離型剤を使用し、増量剤として使用される炭酸カルシウムは加えていない。ガラス繊維の重量含有率は約 60 % である。図 1 は破壊じん性試験に用いたコンパクトテンション試験片の形状とチョップドストランドマットの積層方向の様子を模式的に示したものである。図 1 に示すようにガラス繊維はマット面内にランダムに配向しており、切欠前縁は積層方向となるようにした。Gaggar ら⁽²⁾は、チョップドストランド材の破壊じん性値は切欠先端半径が $2.5\ \text{mm}$ 以下の場合、切欠先端半径に依存しないことを報告している。このことに留意して、本実験に用いたコンパクトテンション試験片の切欠先端半径は $0.25\ \text{mm}$ とした。

破壊じん性試験はインストロン万能試験機 Model 1185 を用い、ASTM E 399⁽⁴⁾に準拠して一定のクロスヘッド速度 $1.0\ \text{mm/min}$ で行った。荷重および切欠肩部開口変位を X-Y レコーダを用いて記録し

た。試験片の微視破壊による AE 信号は試験片の上端部に取付けた直径 $4\ \text{mm}$ 長さ $600\ \text{mm}$ のステンレス製ウェーブガイドを通して広帯域型の AE 変換子で検出し、 $14\ \text{kHz}$ のハイパスフィルタで試験片ノイズを除去した後、主増幅器により総合利得 $30\ \text{dB}$ および $50\ \text{dB}$ に増幅した⁽⁹⁾。その増幅した AE 信号のエネルギーを求め、和をとって AE 累積エネルギーを算出した。

低温における破壊じん性試験は、試験片を低温槽内に保持して、試験片温度が所定の温度になったことを確認した後実験を開始した。

3. 実験結果および考察

3.1 荷重-開口変位曲線とアコースティックエミッションの放出特性 298, 200, 77 K および 4 K における荷重 P と切欠肩部開口変位 V_w との関係を図 2~5 に示す。図 2~5 には総合利得 $30\ \text{dB}$ で計測した振幅 $0.2\ \text{V}$ 以上の AE 信号の発生個数も併せて示してある。

図 2 に示した 298 K の場合の荷重-開口変位曲線は、最大荷重付近を除くと比較的線形性を示し、ここでの AE 活性度は低い。最大荷重付近になると、小さな荷重降下が生じ、AE 活性度が高くなり、非線形性を示すようになる。小さな荷重降下に対応して大きなエネルギーをもつ AE 信号が計測された。

図 3 に示した 200 K の場合は、298 K の場合に比べ最大荷重が約 1.5 倍高くなる。荷重-開口変位曲線の線形性について調べると、298 K の場合より若干高い荷重レベルまで線形性を示す。その後、非線形性を示しながら荷重が増加し、最大荷重到達直前になると 298 K の場合と同様の小さな荷重降下が生じる。AE 信号の放出特性は 298 K の場合と同様であるが、AE 活性

図 1 試験片形状

度は全般的に高くなっている。

図4に示した77 Kの場合は、298 Kの場合に比べ最大荷重は約2.2倍高くなっているが、298 Kの場合に比べて低荷重のときから非線形性を示す。また、最大荷重に比べてかなり低荷重のときから小さな荷重降下が観察された。AE活性度は298 Kの場合のそれに比べ全般的に高く、負荷初期段階から急増する。その後、AE信号の発生個数はほぼ一定となる。

なお、試験片を液体窒素中で予冷しているときのAE信号の発生個数は、破壊じん性試験時のAE信号の発生個数の3.5%と非常に少なく、予冷時に試験片に生じた繊維と母材との界面はく離などの微視破壊の蓄積は極めて少ないことがわかった。

図5に示した4 Kの場合は、298 Kの場合に比べ最大荷重が約2.5倍と高くなる。77 Kの場合と同様に、低荷重のときから非線形性が顕著となり、小さな荷重降下が観察される。77 Kの場合よりもさらにAE活性

度が全般的に高く、負荷初期段階での発生個数の増加の仕方も早くなる。最大荷重到達後は荷重降下が顕著となり、AE信号の発生個数は減少する。

試験温度が低温になるとともに最大荷重が高くなったが、このことに関する説明は以下のとおりである。ガラス繊維と母材との界面はく離に伴うAE信号のエネルギーを検討すると、低温の場合は298 Kの場合に比べて若干高い。したがって、低温になると界面はく離強度は若干増すものと思われる。さらに、低温になるとともにガラス繊維の引張強さが増し⁽¹⁶⁾、3・2節で述べるように損傷域が大きくなる。結局、低温になるとともに損傷域において全体としてより高い荷重を支えることになり、最大荷重は低温になるとともに高くなると考えられる。

試験片を急冷すると、試験片は損傷を受けると考えられるが、このことを調べるために、液体窒素で急冷した試験片を用いて、室温(299 K)において破壊じん

図2 298 Kにおける荷重-開口変位線図

図4 77 Kにおける荷重-開口変位線図

図3 200 Kにおける荷重-開口変位線図

図5 4 Kにおける荷重-開口変位線図

性試験を行った。その時の荷重-開口変位曲線と AE の放出特性を図 6 に示す。図 2 に示した 298 K の場合の最大荷重は 3.95 kN であり、急冷した試験片を用いた場合のそれは 3.18 kN と若干低くなったが、ばらつきの範囲に入っており、最大荷重に関しては有意の差はないと考えられる。図 2 および図 6 より、急冷した試験片のコンプライアンスは 298 K の場合のそれより大きいことがわかる。また、AE の放出特性に関しては、急冷した試験片の場合の AE 活性度は 298 K の場合のそれに比べ全般的に低く、最大荷重に達するまで AE 信号は計測されなかった。試験片を液体窒素で徐冷したときでも微視破壊が生じることは既に述べた。このことを考えに入れると、最大荷重に達するまで AE 信号が計測されなかったのは、Kaiser 効果と同種の効果のためと理解できる。

以上より、液体窒素で試験片を急冷すると、試験片内に、主に繊維と母材の界面はく離や母材の割れの微視破壊が生じコンプライアンスは変化するが、繊維の破断はほとんど生じず、強度には影響しないものと考えられる。

3・2 切欠先端における微視破壊 切欠先端における微視破壊を明らかにするために、破壊じん性試験中の切欠先端の観察と、走査形電子顕微鏡 (SEM) による試験片の切欠先端部の破面観察を行った。

77 K の場合の破壊じん性試験中に試験片の側面を撮影し観察したところ、荷重の増加に伴い切欠先端が白化し、荷重が増加するとその領域は急速に拡大していることがわかった。白化領域が急速に拡大する直前に除荷し、切欠先端部を染色浸透探傷剤を用いて染色すると、図 7 に示すように、切欠先端を中心としたほ

ぼ円形の損傷域が観察された。損傷域の微視破壊を明らかにするために、298 K の場合と 77 K の場合の試験片を切欠面に平行に切欠先端から切断し、その面を SEM により観察した。図 8 (a), (b) はその典型例である。両試験温度の場合に繊維と母材との界面はく離 [図 8 (a)] と母材の割れ [図 8 (b)] が観察され、その密度は 77 K の場合のほうが高い。

298 K および 77 K の場合の試験片の破面の写真を図 9 (a), (b) に示す。298 K の場合には、ガラス繊維はほとんど引き抜けておらず、一方、77 K においてはガラス繊維はストランドの状態を保って長く引き抜けていることがわかる。引き抜けて破面に露出したガラス繊維のストランドを SEM によって観察した。図 10 (a), (b) はその結果である。図 10 (a) は繊維が破断した場合であり、端面に母材の付着は見られない。298 K の場合の試験片の破面に露出したガラス繊維の端面はほとんどこの種のものであった。一方、図 10 (b) はガラス繊維の端面を母材が完全に覆っており、繊維が破断していない場合である。298 K の場合にはこの種のはほとんど観察されず、低温になっ

図 7 77 K の場合の試験片の切欠先端における損傷域

図 6 液体窒素で急冷した試験片に対する室温における荷重-開口変位線図

(a) 繊維と母材との界面はく離

(b) 母材の割れ

図 8 損傷域内の微視破壊の SEM による観察

で始めて観察された。このことを考慮すると、77 K の場合にガラス繊維が長く引き抜けることは、77 K の場合のガラス繊維の引張強さは 298 K の場合のそれより高く、77 K の場合には 298 K でガラス繊維が破断した負荷レベルでは破断せず、さらに界面はく離が進展するからである。3・1 節において、低温になるにしたがって AE 活性度が高くなり、また荷重-開口変位曲線の非線形性が顕著になるという結果を得たが、これらも上述のことから理解できる。

以上より、荷重の増加に伴い切欠先端に繊維と母材との界面はく離や母材の割れおよび繊維の破断が生じ、それらが累積して損傷域が形成されることがわかる。

3・3 破壊じん性値 緒言でも述べたように、SMC 複合材料の破壊じん性値の評価規準として次の三つが挙げられる。

(1) ASTM E 399 に基づいて荷重-開口変位曲線上の 5 % オフセット荷重から算出される破壊じん性値⁽²⁾

(2) 試験時の最大荷重から算出される破壊じん性値⁽⁴⁾⁽⁵⁾

(3) AE 累積エネルギーの急増開始荷重から算出される破壊じん性値^{(6)~(9)}

SMC 複合材料の場合は、一般に 5 % オフセット荷重では切欠先端部に損傷域が形成されるが、巨視き裂は発生しない。しかし、規準(1)は試験片のコンプライアンスの変化から 5 % オフセット荷重を求め、これ

から破壊じん性値を算出するものである。規準(2)は最大荷重を用いて巨視的な不安定破壊に対する破壊じん性値を決定するものである。規準(3)は巨視的な破壊を直接的に意味しない微視破壊に着目したものである。SMC 複合材料では微視破壊が負荷初期段階でも存在するが、規準(3)は微視破壊の累積した損傷域が急速に拡大し始める荷重に対する応力拡大係数を破壊じん性値とするものである。

本研究では、規準(3)により破壊じん性値を求め、さらに、規準(1)により求めた破壊じん性値との比較検討も行った。

図 11 は 77 K の場合に総合利得 30 dB で計測した AE 信号の AE 累積エネルギー $\sum E_{AE}$ と応力拡大係数 K との関係を両対数表示したものである。 $\log \sum E_{AE}$ と $\log K$ の関係は 2 直線の折れ線で近似が可能であり、AE 累積エネルギーの急増開始点が存在することがわかる(矢印)。AE 信号は微視破壊に伴い放出されるので、 $\sum E_{AE}-K$ 線図に現れる AE 累積エネルギーの急増は微視破壊の累積した損傷域の急速な拡大に対応していると考えられる。

規準(3)により求められた破壊じん性値 K_{AE} に対応する荷重を図 2~6 に矢印で示した。

298, 200, 77, 4 K の各試験温度の場合に得られた K_{AE} 値と ASTM E 399⁽³⁾の 5 % オフセット法から得られる破壊じん性値 K_Q を表 1 に示す。298 K の場合に

(a) 298 K の場合

(b) 77 K の場合

図 9 試験片の破面の写真

(a) 繊維が破断した場合

(b) 繊維が破断しない場合

図 10 引き抜けたガラス繊維の SEM 写真

は K_Q 値は K_{AE} 値によく一致するが^{(6)~(9)}, 200, 77 K および 4 K の場合には K_Q 値は K_{AE} 値より小さく, 一致しない。

図 7 に示したように, 切欠先端に形成される損傷域は切欠先端を中心としたほぼ円形の形状をしている。 K_{AE} 値に対応する荷重での損傷域の直径を 298 K および 77 K の場合について測定した結果, 298 K の場合は 1.5 mm, 77 K の場合は 16.2 mm と得られた。損傷域の大きさに大きな違いが見られ, このことが低温になると K_Q 値と K_{AE} 値が一致しない原因と考えられる。

表 1 からわかるように, K_{AE} 値は低温になるにしたがい高くなり, 77 K と 4 K の場合の K_{AE} 値は 298 K の場合の K_{AE} 値の約 2 倍となった。室温および低温におけるガラス繊維の引張強さを表 2 に示す⁽¹⁶⁾。ガラス繊維の引張強さは低温になると増加する。母材の引張強さも低温になると室温の場合の数倍高くなるが⁽¹⁴⁾, 母材の引張強さはガラス繊維の引張強さに比べて非常に小さいから, 低温で K_{AE} 値が増加する主要因子はガラス繊維の引張強さの増加であると考えられる。

表 1 破壊じん性値

Temperature K		298	200	77	4
Fracture toughness values MPa·m ^{1/2}	K_{AE}	18.5	28.3	36.8	37.0
	K_Q	16.2	19.8	9.8	8.3

表 2 低温におけるガラス繊維の引張強さ⁽¹⁶⁾

Temperature K		298	200	77
Tensile strength GPa		3.79	5.36	5.56

図 11 77 K の場合の ΣE_{AE} - K 線図

試験片を液体窒素で急冷すると試験片は損傷を受けるが, 最大荷重に関しては影響がないことはすでに 3・1 節で述べた。ここでは破壊じん性値 K_{AE} に対する試験片の冷却速度の影響について述べる。試験片を液体窒素で急冷し, 引続いてその温度において破壊じん性試験を行った結果, K_{AE} 値は $36.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となった。77 K に徐冷した場合には表 1 に示したように K_{AE} 値は $36.8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり, K_{AE} 値に及ぼす冷却速度の影響はないことがわかった。さらに, 液体窒素で急冷した試験片を用いて, 室温 (299 K) において破壊じん性試験を行った結果, K_{AE} 値として $18.1 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ を得た。冷却していない試験片の 298 K における K_{AE} 値は表 1 に示したように $18.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であり, ほとんど差はない。すなわち, K_{AE} 値に及ぼす急冷により生じた微視破壊の影響はないと考えられる。

4. SMC 複合材料の破壊じん性値算定理論

3・2 節において, 切欠先端に繊維と母材との界面はく離や母材の割れおよび繊維の破断の微視破壊が累積した損傷域が形成されること, さらに, 3・3 節において, K_{AE} 値に対応する荷重に達すると損傷域が急速に拡大することを明らかにした。この結果を考慮して, ここでは SMC 複合材料の破壊じん性値算定モデルを作成し, 繊維の引張強さを変数として含んでいる破壊じん性値の算定式を誘導する。

K_{AE} 値に対応する荷重に達すると損傷域が急速に拡大することから, このとき切欠延長線上で切欠先端から微小区間 l で橋渡しの状態では荷重を受け持っている繊維の破断が生じるとする (図 12)。繊維の破断の生じる区間が小さければ, 第 1 近似的に, 繊維の破断が生じるときのその区間 l に働く応力 σ_0 は一定値をとると考えてよい。き裂長さが $a+l$ であるコンパクトテンション試験片の微小区間 l に引張応力 σ_0 が作用するときのき裂先端の開口形応力拡大係数 K_I は, 区間 l が微小であることを考慮すれば, 半無限き裂の場合の応力拡大係数と等しくなり, 次式で与えられる⁽¹⁷⁾。

図 12 繊維の破断が生じる微小区間 l

$$K_I = -4\sigma_0 \sqrt{\frac{l}{2\pi}} \quad (1)$$

繊維の破断は微小区間 l でのみ生じる。したがって、微小区間 l の先端で応力の特異性は存在せず次式が得られる。

$$K_{AE} + K_I = 0 \quad (2)$$

式(1)を式(2)に代入すると

$$K_{AE} = 4\sigma_0 \sqrt{\frac{l}{2\pi}} \quad (3)$$

図13に示すような、繊維長さが L 、半径が r_f の短繊維が面内にランダムに配向している直方体の SMC 複合材料を y 軸に垂直な面が切る繊維の本数 N_y を求めよう。短繊維が面内にランダムに配向している場合、繊維と y 軸とのなす角を θ とすると、繊維と y 軸とのなす角が θ である繊維が存在する確率密度関数 $g(\theta)$ は

$$g(\theta) = \frac{1}{\pi} \quad (4)$$

短繊維の y 軸への投影長さ L_y は $L \cos \theta$ であるから、式(4)を考慮すると、全繊維の y 軸への投影長さの平均値 $\bar{L}_y$ は次式で表される。

$$\bar{L}_y = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} L_y g(\theta) d\theta = \frac{2L}{\pi} \quad (5)$$

図13に示した SMC 複合材料の直方体の各辺の長さ a, b, c は繊維長さ L に比べて十分に大きいとし、直方体内の繊維の本数を N とすると、 y 軸方向への全繊維の投影長さは $N\bar{L}_y$ で与えられる。したがって、 y 軸に垂直な面が切る繊維の本数 N_y は次式で与えられる⁽¹⁸⁾。

$$N_y = \frac{N\bar{L}_y}{b} \quad (6)$$

直方体内の繊維の本数 N は繊維の体積含有率 V_f を用いると、

図13 短繊維が面内にランダムに配向した SMC 複合材料の模式図と座標系

$$N = \frac{abc}{A_f L} V_f \quad (7)$$

ただし、 $A_f = \pi r_f^2$ である。式(5)および式(7)を式(6)に代入すると、

$$N_y = \frac{2acV_f}{\pi^2 r_f^2} \quad (8)$$

板厚 B のコンパクトテンション試験片において、切欠先端の微小区間 l に存在する繊維の本数 n は式(8)から次式のようにになる。

$$n = \frac{2BlV_f}{\pi^2 r_f^2} \quad (9)$$

橋渡しの状態の繊維が破断するときの微小区間 l 内に働く応力 σ_0 は

$$\sigma_0 = \frac{n\pi r_f^2}{Bl} \sigma_{fb} \quad (10)$$

ここに、 σ_{fb} は繊維の引張強さである。式(9)を式(10)に代入すると、

$$\sigma_0 = \frac{2V_f \sigma_{fb}}{\pi} \quad (11)$$

式(11)を式(3)に代入すると、破壊じん性値 K_{AE} は次のように表される。

$$K_{AE} = \frac{8V_f \sigma_{fb}}{\pi} \sqrt{\frac{l}{2\pi}} \quad (12)$$

繊維の体積含有率 V_f の代わりに繊維の重量含有率 W_f を用いて上式を表すと、

$$K_{AE} = \frac{8\rho_m W_f \sigma_{fb}}{\pi\{\rho_f(1-W_f) + \rho_m W_f\}} \sqrt{\frac{l}{2\pi}} \quad (13)$$

ここに、 ρ_f および ρ_m はそれぞれ繊維と母材の密度である。

表1に示した破壊じん性値 K_{AE} と表2に示したガラス繊維の引張強さ σ_{fb} を用い、 $\rho_f = 2.54 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ 、 $\rho_m = 1.2 \times 10^3 \text{ kg/m}^3$ 、 $W_f = 0.6$ とし、式(13)から 298, 200 K および 77 K の場合の $\sqrt{l}$ を計算した。その結果を表3に示す。温度によらず $\sqrt{l}$ の値はほぼ一定となっている^{**1}。

表3に示した $\sqrt{l}$ の平均値 0.407 と表2に示したガラス繊維の引張強さ σ_{fb} を用いて、式(13)より算定した破壊じん性値を表4に示す。表4より、式(13)を用いて算定した破壊じん性値は実験値とよく一致している。すなわち、対象とする SMC 複合材料についてあらかじめ l を定め、次に繊維の低温における引張強さを求めれば低温における SMC 複合材料の破壊じん

^{**1} $\sqrt{l}$ が平均値 0.407 $\text{mm}^{1/2}$ の場合、 l の値は 0.166 mm である。この値は本実験に用いた SMC 複合材料中のガラス繊維のストランドの直径約 0.19 mm とほぼ一致している。 l の値はほぼ一定であることが示唆されたが、温度による小さな変化や、 l の値に対する繊維の含有率やストランドの本数などの影響についての詳細な検討は今後の課題と考えている。

表 3 微小区間 I

Temperature K	298	200	77	mean value
$\sqrt{I}$ mm ^{1/2}	0.336	0.396	0.489	0.407

表 4 式(13)より推定される破壊じん性値
($\sqrt{I}=0.407$ mm^{1/2})

Temperature K		298	200	77	4
K_{AE}	Experimental result	18.5	28.3	36.8	37.0
MPa.m ^{1/2}	Theoretical result	20.6	29.1	30.7	—

性値が推定できるわけで、式(12)および式(13)は低温における SMC 複合材料の破壊じん性値の算定式としてきわめて有効であることがわかる。

5. 結 言

本研究では、GRP の SMC 複合材料の試験片を用いて、AE 法を併用した破壊じん性試験を行い、GRP の破壊じん性に及ぼす低温の影響を明らかにした。また、破面観察を行い、切欠先端における微視破壊を明らかにし、さらに、その結果を考慮して、破壊じん性値算定モデルを作成し、繊維の引張強さを変数として含む一つの有効な算定式を提案した。得られた主要な知見は次のとおりである。

(1) 荷重-開口変位曲線は低温になるとともに全体的に非線形性が顕著となり、AE 活性度は低温になるとともに高くなった。また、最大荷重も低温になるとともに高くなった。

(2) 試験片の切欠先端部や破面の観察より、GRP の SMC 複合材料の試験片の切欠先端部には、繊維と母材との界面はく離、母材の割れおよび繊維の破断の微視破壊が累積し損傷域が形成されることを明らかにした。

(3) 切欠先端における微視破壊の累積した損傷域の急速な拡大開始を意味する AE 累積エネルギーの急増開始点から求められる破壊じん性値 K_{AE} は低温に

なるとともに高くなった。

(4) 298 K の場合は ASTM E 399 の 5% オフセット法から得られる K_Q 値は K_{AE} 値とよく一致するが、低温では K_Q 値は K_{AE} 値より小さく一致しない。

(5) SMC 複合材料の破壊じん性値算定モデルを作成し、繊維の引張強さを変数として含む破壊じん性値の算定式を提案した。

本研究の遂行にあたり多大なご支援をいただいた東北大学工学部 高橋秀明教授に謝意を表す。なお、液体ヘリウムおよび液体窒素は東北大学低温センターならびに東北大学工学部低温センターから供給されたことを付記し謝意を表す。

文 献

- (1) 次世代金属・複合材料研究開発協会, 複合材料次世代技術動向調査研究, (昭 57), (昭 59).
- (2) Gaggar, S. K. and Broutman, L. J., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 631 (1977), 310.
- (3) ASTM Standards E 399-81, *Annual Book of ASTM Standards*, Part 10, (1982), 592, American Society for Testing and Materials.
- (4) Yanada, H. and Honma, H., *J. Mater. Sci.*, 18-1 (1983), 133.
- (5) Wang, S. S., ほか 3 名, *J. Comp. Mater.*, 17-4 (1983), 299.
- (6) Sekine, H., ほか 3 名, *First International Symposium on Acoustic Emission from Reinforced Composites*, S3 (1983), 1, Soc. Plastics Industry.
- (7) 下村・ほか 5 名, 非破壊検査, 33-7 (昭 59), 520.
- (8) Sekine, H. and Ozawa, Y., *Progress in AE II* (1984), 488, Jpn. Soc. NDI.
- (9) 関根・ほか 2 名, 低温工学, 20-2 (昭 60), 95.
- (10) Kasen, M. B., *Cryogenics*, 15-6 (1975), 327.
- (11) Klich, P. J. and Cockrell, C. E., *AIAA J.*, 21-12 (1983), 1722.
- (12) 門谷・ほか 2 名, 低温工学, 10-1 (昭 50), 13.
- (13) Kriz, R. D., *J. Comp. Tech. Res.*, 7-2 (1985), 55.
- (14) Beck, B. A., *Tech. Rep.*, NBSIR, 81-1645 (1981), 507.
- (15) Han, K. S. and Koutsky, J., *J. Comp. Mater.*, 15-4 (1981), 371.
- (16) Cameron, N. M., *Glass Technol.*, 9-1 (1968), 14.
- (17) Sih, G. C., *Handbook of Stress-Intensity Factors*, (1973), 1.2.9-2, Lehigh Univ..
- (18) Fukuda, H. and Chou, T.-W., *J. Mater. Sci.*, 17-4 (1982), 1003.

討 論

〔質問〕 中曽根 祐 司〔金属材料技術研究所〕
基本的な質問で恐縮であるが、ご教示願いたい。

(1) 予冷中の繊維-母材間のはく離はどのようにして確認されたのか。また、層間のはく離は観察されなかったのか。

(2) 図 2～図 5 の AE 信号は、低温になると、低応力レベルでも、繊維-母材間または層間のはく離が著しくなる傾向を示すものと思われるが、いかがか。

(3) 貴研究で検討された冷却速度の範囲は、何°C/s だったのか。また、急冷時でも、試験片の内部

は外表面と同程度の時間で冷却されたのか。

(4) 表1の K_0 値と K_{AE} 値の温度依存性は正反対で、低温での K_0 値は K_{AE} 値よりかなり低い。この差は切欠先端の損傷域寸法の相違が原因とされているが、損傷域が大きいと K_0 値は低く、 K_{AE} 値は高くなる理由、および、この損傷域と4章の1との関連をご教示願いたい。また、ASTM E399に準拠した方法は、低温でのFRPの破壊靱性評価法としては不適切とお考えか。

〔回答〕 (1) 急冷した試験片の端面および内部の損傷をSEMを用いて観察した。その結果、繊維と母材との界面はく離と母材の割れが観察されたが層間はく離は観察されなかった。したがって、予冷中に発生する微視破壊も繊維と母材との界面はく離と母材の割れであると考えている。298 Kおよび77 Kにおける破壊靱性試験中に計測されたAE信号について周波数解析結果に基づいてAE信号と微視破壊とを対応づけた研究成果(付1)によると、繊維と母材との界面はく離に起因するAE信号のエネルギーは母材の割れのそれより大きいことがわかっている。予冷中に計測された大多数のAE信号のエネルギーは大きいことから、予冷中の微視破壊は主に繊維と母材との界面はく離であると推測している。

(2) 低温になると、低応力レベルで繊維と母材との界面はく離が著しくなる傾向を示すが、層間はく離については低応力レベルではいかなる場合も観察され

ていない。

(3) 冷却速度を正確に制御していないが、200 Kのとき、平均0.03 K/s程度、77 Kのとき、平均0.06 K/s程度、4 Kのとき、平均0.08 K/s程度である。なお、77 Kに急冷のときは、試験片表面で平均200 K/s程度である。急冷するときは、試験片を液体窒素に一気に漬すので試験片の表面と内部の温度差は大きく、冷却速度も異なると思われる。

(4) 本文で述べたように、 K_{AE} 値に対応する荷重での損傷域の大きさには違いがみられるが、 K_0 値に対応する荷重での損傷域の大きさはそれほど違いはないと考えている。

1はき裂先端で橋渡しの状態で荷重を受け持っている繊維が破断すると考えられる区間の長さであり、 K_{AE} 値に対応する荷重での損傷域の大きさとは無関係である。

低温でのGRPは低荷重時より微視破壊が生じ損傷域が形成されるが、高荷重になるまで損傷域が急速に拡大しないという破壊挙動の特性を有している。この特性を有効に利用することを考えると、ASTM E399に準拠した方法は低温でのGRPの破壊靱性値を過小に評価することになり、破壊靱性値評価法として不適切であると考えている。

(付1) 関根・ほか2名, 材料, 35-396 (昭61), 1016.