AE法による曲げ疲労を与えた チョップドストランド形CFRPの破壊機構の解明*

自 念 榮 一^{*1}, 平 井 幹 也^{*2}

Elucidation of Fracture Mechanisms of Bending Fatigued Chopped-Strand-Type CFRP by Acoustic Emission Method

Eiichi JINEN and Mikiya HIRAI

The fracture mechanisms in the bending process of a chopped-strand-type CFRP with different degrees of bending fatigue damage are examined and compared with those of the virgin specimen. Observation using SAM and SEM has also been conducted. It is confirmed that the fatigue damage has a distinctive influence on AE events before the initiation of macrocracking. As the degree of fatigue damage increases the events with amplitude from 240 μ V to 560 μ V due to debonding between the matrix and fiber increase and the events with amplitude from 600 μ V to 720 μ V mainly due to fibers breaking decrease. The characteristic differences in the three-dimensional diagram of power spectrum-frequency-load between the virgin specimen and the fatigued one are described. Distinctive features before and after the macrocracking in the bending fracture process for both the virgin specimen and the fatigued one are also recognized.

Key Words: Acoustic Emission, Laminated Construction, Bending Fatigue, Fractography, CFRP

1. 緒 言

炭素繊維複合材料はその構造が複雑であるため、AE法による破壊機構の解明が有効であるとされている^{(1)~(4)}。そこで、チョップドストランド形CFRPを取り上げ、材料の信頼性に関しては重要な疲労破壊機構の解明を試みた⁽⁵⁾。本研究では積層材という構造上の特性から曲げ疲労に関するさまざまな問題が予想される⁽⁶⁾ことから、曲げによる疲労損傷を与えた試験片と未疲労試験片の破壊機構を検討するため静的曲げ破壊過程で観測されるAE事象の種々のパラメータにより比較し、また損傷状況をあらかじめSAM映像で観察し、併せてSEMによる破面の微視的観察も行った。

2. 実験試料および実験方法

2.1 試験片 試料はナイロン6を含ませた13×6×0.1 mmのテープを二次元にランダム散布し、275×235×3 mmの寸法に加熱成形した約30プライで、繊維体積含有率40%の二次元的にほぼ等方性と考

えられる積層板である。試験片は117×13×3 mmの短冊形に機械加工し、乾燥状態で使用した。温度20±2°C、相対湿度60±5%の環境下でインストロン形試験機によるクロスヘッド速度0.5 mm/min、標点間距離50 mmの三点曲げ試験による機械的性質は、曲げ弾性率 E_f : 16.2 GPa、曲げ強さ σ_{fB} : 334 MPaであった。なおAE計測時の静的三点曲げ破壊試験もこの条件下で行った。

2.2 疲労試験 試験片の疲労は島津万能疲労試験機UF-15形により、つかみ間距離50 mmの両振り四点曲げ疲労である。負荷方式は、回転偏心重りの遠心力による毎分1000回の繰返しであり、応力振幅60~160 MPaの範囲で行った疲労試験のS-N線図を図1に示す。これより70~80 MPaの応力で 10^7 回以上の繰返し数を示していることから、疲れ限度はこの応力レベル付近と考えられる。本実験では疲労損傷程度の異なる試片の破壊過程を未疲労材のそれと比較するため、繰返し応力振幅を100 MPaで一定とし、繰返し数を 10^4 、 3×10^4 、 10^5 および 1.5×10^5 回の4条件とする疲労損傷を与えた。この応力レベルでの平均寿命は図1から約 10^5 回程度である。これらの試験片をそれぞれB-1~B-4材とし、一方、未疲労材をA材と呼ぶことにする。未疲労材、疲労材ともに一部の試験片

* 平成4年3月22日 関西支部第67期定時総会講演会において講演、原稿受付 平成4年10月19日。

*¹ 正員、京都工芸繊維大学工芸学部(〒606 京都市左京区松ヶ崎御所海道町)。

*² 学生員、京都工芸繊維大学大学院[現:大阪ガス(株)]。

に対してそれぞれ静的曲げ破壊の前に SAM による超音波探傷試験の C スコープ(オリンパス光学工業 UH-Pulse-100)法の 30 MHz により損傷の模様を観察するとともに、破壊後 SEM(日立 S-510 形)による破面観察を行い両者を比較した。

2・3 AE 計測 使用したセンサは、2 ch⁽⁷⁾ で 1 MHz の広帯域形(富士セラミックス S-WD)である。検出信号をしきい値 50 μ V に設定した AE 計測装置(島津 SAE-1000 A)に入力し、10 kHz のハイパスフィルタ通過後、総合利得 80 dB まで増幅した後、試験中に加わる荷重信号とともに A-D 変換し、計算機に入力して処理し、AE の諸パラメータと負荷との対応を調べた。同時にアナログ信号を広帯域データレコーダ(ソニーマグネスケール FMR-1219)に記録し、波形解析装置(アナログック社, DATA 6000)に入力し、信号波形の観測と AE 波のパワースペクトルの周波数解析を行った⁽⁸⁾。

3. 実験結果

3・1 破壊過程の巨視的観察 実験で用いた試片は、未疲労材、疲労材ともに荷重を三点曲げ形式で与えると中央荷重点の反対側の引張側において衝撃音とともに巨視的なき裂が試片の幅方向に生じ、数層のチョップドストランド層が破壊され、同時に荷重は低下する。これらの挙動を数回繰返して破壊に至っている。図 2 は未疲労材の試験片の幅方向から観察したき裂の進行状況である。荷重点の反対側の部分で集中的に破壊が生じ、ストランドによる積層構造にもかかわらず、き裂は試片厚さ方向の同一部位で、試片の長さ方向に優先して進展している。

3・2 AE 事象率 図 3(a)~(e)はそれぞれ A 材、B-1~B-4 材の AE 事象率・荷重と変位の関係を示す。これによると各材ともに負荷開始直後には、AE 事象の発生は見られないが、荷重がさらに増加すると発

生するようになる。その後は荷重の増大に伴い事象率は増大する。この傾向は最初の巨視き裂の発生による荷重の降下(Y 点)まで続き、その際事象率は極大値を示すが直後に低下する。また、A 材では最初の巨視き裂の発生までは、事象率にこの極大値はみられないが、B-1~B-4 材ではいくつかの小規模な極値をもつことが注目される。これは疲労材で共通して見られる現象であり、あらかじめ施した疲労による局所的な損傷が、静的曲げの初期段階から間欠的に拡大進行して行くことを示している。さらに巨視き裂発生までの AE 事象率を比較すると、A 材で最も低く、疲労材では疲労繰返し数の増大に伴い増加しているが、B-4 材では若干低下している。一方、巨視き裂発生以降は事象率のピークで A 材、疲労材とも特徴的な差異はみられないが事象率の平均的なレベルは B-4 材で著しく低下している。

3・3 AE 振幅分布 巨視き裂の発生は図 3 に示すように、荷重・変位関係ではほぼ直線的な領域の上限で認められる破壊現象であり、この事象を境として破壊過程の様相と性格が著しく変化することは巨視的破壊の模様を示す図 2 から容易に理解される。そこで、巨視き裂の発生前後で観測された AE 振幅分布について比較検討する。図 4(a)~(e)は負荷開始から巨視き裂発生までの振幅分布を A 材、B-1~B-4 材についてそれぞれ示す。これによると未疲労材では、600~720 μ V の範囲でピークが存在し、他の振幅領域ではほぼ平坦な低レベルの分布を示している。一方、疲労材で事象数は全体として未疲労材より増加するが、振幅 240~560 μ V の事象の増加が著しく、その結果振幅 600~720 μ V の領域で見られた未疲労材のピークは逆に相対的に低下する。この傾向は疲労損傷の進行に従ってより顕著となり、400 μ V 付近を中心とする事象が最も顕著にみられることが B-4 材の結果からわかる。このことから、B-2 材の巨視き裂発生までの事象数の増加は主として振幅 240~560 μ V の事象の増加によるものであり、また B-4 材の事象の減少は、振幅 600~720 μ V の事象の減少によるものであることがわかった。

次に巨視き裂発生以降の振幅分布を示す図 5 による

図 1 S-N 線図

図 2 側面より見た曲げ破壊状況(A 材)

(a) A 試片

(b) B-1 試片

(c) B-2 試片

(d) B-3 試片

(e) B-4 試片

図 3 曲げ破壊における AE 事象率, 荷重-変位関係

(a) A 試片

(b) B-1 試片

(c) B-2 試片

(d) B-3 試片

(e) B-4 試片

図 4 巨視き裂の発生までの AE 振幅分布

と、事象数は未疲労材と比較して B-3 材まで全体として大きい変化はみられないが、A 材でみられる 600~720 μV の卓越したピークは疲労損傷の進行によ

(a) A 試片

(b) B-1 試片

(c) B-2 試片

(d) B-3 試片

(e) B-4 試片

図 5 巨視き裂発生以降の AE 振幅分布

り減少し、B-4 材では A 材の 1/4 程度となることがわかる。同時に 240~560 μV の事象も損傷の進行に伴い著しく減少している。これらを総合すると巨視き裂発生以降の振幅分布の状況は、未疲労材・疲労材とも巨視き裂発生までの振幅分布の状況とほぼ一致している。このことから曲げ疲労による損傷の影響は、最初の巨視き裂で破壊する試片近傍のチョップドストランド数層に限られており、その後に破壊する表面から離れた内層は、未疲労材の表面層とほとんど差異のないことを示唆している。

3.4 パワースペクトル

3.4.1 巨視き裂発生以前まで 図 6 に A 材、B-1~B-4 材の負荷開始から巨視き裂発生までの破壊過程で計測された事象のパワースペクトルを時間経過順に配列した結果を示す。A 材では変形の初期段階から 390 kHz 付近にピークをもち、繊維の破断に起因する事象が一貫して見られる⁽⁶⁾。比較的高レベルの事象が全過程で継続してみられる。一方、周波数 240 kHz 付近にピークをもち、繊維・母材界面に関する事象も高周波数の事象より少ない発生数であるが断続的に認められる。このスペクトルの波高は、高周波数事象のものよりやや低く、また 100 kHz 前後で樹脂のクラッキングによるものと考えられる低レベルの事象は散発的に観測されるのみである。これらの結果から、図 4(a) の AE 事象の振幅分布で 600~700 μV の領域でみられたピークは繊維の破断に関する事象が対応し、最も低い振幅の事象はほぼ樹脂のクラッキングに関係するものであることがわかった。これらのことより、未疲労材における巨視き裂の発生までの過程では、繊維の切断をおもな事象とする局所的な破壊現象が継続して進行し、付随して繊維切断で生じた空げき部分で繊維・母材界面で損傷が進行し、同時に小規模な樹脂のクラッキングも散発的に生じるものと考えられる。

これに対して疲労材のスペクトルの特性では、390 kHz 付近の事象が疲労損傷により未疲労材の場合より活発となる。この傾向は巨視き裂の発生までの全過程を通じて継続して認められる。一方、界面特性に関係する 240 kHz 付近の事象は、未疲労材のそれより大きく変化し、未疲労材の場合よりエネルギーの大きい事象が負荷直後の変形の初期段階から数多くみられるようになる。この傾向は、B-2 材より B-4 材でより顕著となり、疲労損傷の程度に依存することが明らかに認められる。すなわち、疲労損傷の結果繊維の切断による事象の変化より繊維・母材界面のはく離や界面の破壊に伴う事象の変化がより著しく現れ、エネルギーの大きい事象が負荷直後から優勢となり、さらに低

図 6 AE 波のパワースペクトル三次元図

図 7 AE 波のパワースペクトル三次元図
(巨視き裂の発生後)

周波数領域の事象が未疲労材より数多く認められ、単調増加負荷による破壊試験より事前に受けた繰返し曲げ損傷の影響が明確に認められる。

これらのことからいずれの試験片も未疲労試験片と同様に周波数 390 kHz 付近にピークをもつ繊維の破断を示す事象がみられることから、曲げ破壊では疲労損傷の有無にかかわらず、破壊過程の初期から繊維の破断が生じることがわかった。この事象は、疲労繰返し数の増大に伴い観測事象数は増加し、スペクトルの波高値が大きくなる。これは繊維の破断による事象は、疲労過程で受けた界面状態の損傷の進行により、未疲労材と比較して個々の破壊事象に関係する繊維がより大きい規模で一度に破断することを示唆している。この結果、さらに大きい界面の破壊の進行が可能となり、高エネルギーの事象が多発し、240 kHz 付近の周波数を示すパワースペクトルがより高いピークを示すものと考えられる。しかしながら、さらに疲労損傷が進行した B-4 材では、最も優勢であった繊維の破断に関する事象より界面のはく離による事象がより活発となることがパワースペクトル図からわかる。このことから、図4および図5の B-4 の結果を示す図で 240~560 μV の範囲で認められる分布の事象は、繊維・母材界面の破壊現象に基づく事象であることがわかった。

3・4・2 巨視き裂発生以降 図 7 に A 材、B-1~B-4 材のスペクトル群を示す。A 材では巨視き裂の発生以前のスペクトルの様相は、240 kHz 前後および 390 kHz 付近を中心とするそれぞれ繊維・母材界面

の破壊および繊維の切断に対応する 2 種類の事象がスペクトル群のおもな構成要素であり、樹脂のクラッキングに対応する事象は散見される程度であった。しかしながら、巨視き裂の発生後では樹脂の破壊に対応する低周波領域で大振幅の事象が数多くみられる。同時に繊維・母材界面および繊維の破断による事象も相当エネルギーが大きく、事象数も多い。またスペクトルは特定の周波数帯にのみ分布せず、広範囲の帯域で突出したスペクトルが出現している。したがってこの段階の破壊過程は、非常に活発であり、その内容は多様な形式の複合的な現象であることを示している。

巨視き裂発生以降の破壊過程の様相は図 2 からうかがえる。未疲労材の場合、通常三点曲げ試験で用いた押圧金具の接触面の反対側で試片が伸長状態にある面で巨視き裂が発生し、同時にストランドテープ層間のはく離が板厚方向の複数箇所でも相次いで発生する。それらは試片の長手方向に進展し、き裂は平面的に拡大していく。その結果、曲げ荷重に対する剛性が急激に低下し、局所的な破壊が一気に進行する。A 材のスペクトル特性は、このような巨視き裂の発生後に急展開する破壊過程を反映するものである。

一方、疲労材について巨視き裂発生以前のスペクトルと比較すると未疲労材の結果とちょうど逆の様相を示しており、B-1~B-4 材ともスペクトルは特定の周波数領域に整然と分布し、しかも突出した高エネルギーの事象は少なく、全体として平坦なパターンとなっている。また B-4 材では繊維の切断に対応する 390 kHz 付近の事象の出現は明らかに少なくなり、疲労損傷により残存する曲げ剛性に対する繊維の寄与は低下していることがうかがえる。さらに繊維・母材界面の破壊に対応する 240 kHz 付近のスペクトルも著しく減少していることも注目され、疲労損傷によりストランド層間のはく離に対抗する強度の低下を示している。

3・5 SAM および SEM 観察 疲労過程における材料損傷に対する検討を AE 法による検討結果と比較するため、疲労後の試験片の損傷状況をあらかじめ SAM で観察し、その試片の曲げ試験による破壊の様相を SEM により観察し、疲労損傷を検討する。図 8(a), (b) は、それぞれ A 材および B-4 材の曲げ破壊試験前の反射波による超音波映像である。明らかに疲労材で超音波伝ばで異常を示す白色部分の斑点が大きく、かつ映像は鮮明である。尺度の比較から、その大きさはストランドの寸法より大きく、曲げ疲労による損傷の進行が 1 枚のストランドの規模より広範囲となっていることが明らかである。この結果は、AE 事象のパワースペクトルによる検討で、疲労材は A 材と比

図 8 A 材および B-4 材の超音波映像

較して 240 kHz 付近の繊維・母材界面の破壊に対応する事象が減少することが疲労の進行に伴いより顕著となる結果と符合するものである。

これに反して、未疲労材では鮮明な斑点は少なく、しかもストランド 1 枚の大きさを越えるものはほとんど見られない。

図 9(a), (b)は、A 材および B-4 材の曲げ破壊後の破面を示す。これによると両試片の破面に顕著な相違は見られないが、いずれも曲げ金具の接触面の反対側の表面層で繊維と母材のはく離が生じ、表面層より内側の層で繊維の破断も生じていることがわかる。疲労材、未疲労材とも破壊過程の初期から繊維の破断を示す事象が見られることから、曲げ破壊ではまず表面近傍のストランド層において繊維の破断が生じ、その後表面において繊維・母材界面のはく離が発生し、巨視き裂と成長するものと考えられ、これは AE 法による検討と符合するものである。

4. 結 言

炭素繊維チョップドストランド形複合材料の曲げによる疲労破壊機構を検討するため、種々のレベルの平面曲げによる疲労損傷を加えた疲労材および未疲労材の三点曲げ静的破壊試験を行い、この間に観測される AE 事象数と荷重-変位関係、振幅分布を求め、また事象のパワースペクトル周波数解析を行った。破壊様相の巨視き裂発生後の破壊過程は局所的かつ短時間で進行することから、破壊過程を巨視き裂の発生を境として二分し、振幅分布およびパワースペクトルの周波数解析結果の分布を疲労材、未疲労材間で比較し、また両試片の破壊前後の損傷状況を SAM および SEM による観察結果とをそれぞれ対応させ、疲労損傷および破壊機構を検討したところ次の結論を得た。

(1) 疲労繰返し数の増大に伴い、繊維と母材のはく離を示す振幅 240~560 μV の事象が増加する。また、おもに繊維の破断を示す振幅 600~720 μV の事象は、平均寿命に相当する 10^5 回以上の疲労損傷を与えた試片で減少した。

(2) 試験片の疲労による損傷と AE 事象に対する影響は、試片の表面層近傍のチョップドストランド数層で見られ、板厚方向の中心部の層ではあまり影響を受けていない。

(3) 曲げ破壊においては、表面近傍のチョップドストランド層において繊維の破断が生じ、その後表面において繊維と母材のはく離が発生し、巨視き裂となる。

(4) 巨視き裂の発生を境として、未疲労材と疲労材の間に AE 事象のパワースペクトル分布で大きい変

図 9 A 材および B-4 材の微視的破面

化が見られ、巨視き裂の発生以前では未疲労材はレベルの低い平坦なパターンとなるのに対し、疲労材では大振幅の突出した事象がみられ、破壊の素過程である母材のクラッキング、繊維・母材界面、繊維の破断に対応する各周波数帯域でみられる。これに対して巨視き裂の発生以降では疲労材は未疲労材とは逆に平坦なパターンとなり、母材のクラッキングや界面はく離に対応する事象はかなり減少する。これらの傾向は、疲労繰返し数の増大とともにより顕著となる。

本研究を進めるにあたってご鞭撻いただいた鈴木恵名誉教授、試料を提供いただいた東レ(株)、複合材料研究所・京野哲幸氏、木本幸胤氏、SAM 観察でお世話になったオリンパス光学工業(株)・牛丸元春氏、実験に協力された学部生・西川典秀、浦久保晶司両君に深謝する。

文 献

- (1) 下村・関根・高橋・岸本・鈴木・藤, 非破壊検査, 33-7(1984), 520.
- (2) 関根・神谷・佐々木, 日本複合材料学会誌, 17-3(1991), 118.
- (3) 駒井・箕島・渋谷, 機論, 56-525, A(1990), 1021.
- (4) 駒井・箕島・渋谷, 機論, 56-528, A(1990), 1792.
- (5) 自念・平井, 機論, 58-553, A(1992), 1581.
- (6) 福田・達坂・谷口, 文献(2)の 118 ページ.
- (7) 羽田・山本・仲佐・富士, 最新 AE 技法, (1976), 37, 応用技術出版.
- (8) 鈴木・ほか 6 名, 機論, 53-492, A(1987), 1459.