炭素繊維強化ナイロン 46 の疲労信頼性に及ぼす切欠形状の影響*

鈴木 秀 人^{*1}, 中 沢 淳 一^{*2}
中 村 雅 史^{*2}, 原 口 忠 男^{*1}The Influence of Notch Shape on Fatigue Reliability
for Carbon-Fiber-Reinforced PA 46Hideto SUZUKI, Junichi NAKAZAWA,
Masashi NAKAMURA and Tadao HARAGUCHI

The influence of notch shape on the fatigue reliability of carbon-fiber (CF)-reinforced PA 46 was examined and compared with that of glass-fiber (GF)-reinforced PA 46, CF-PA 66 and GF-PA 66. The main results were as follows: (1) In terms of the fatigue strength of U-notched specimens, CF-PA 46 is markedly superior to the other three materials. On the other hand, the fatigue strength of V-notched specimens was divided into two groups of CF materials and GF materials. Then, this is inferior to that. (2) For U-notched specimens, three stages were observed in the diagram showing the relation between notch root heating ΔT and number of cyclic stress N . The temperature of the notch bottom is increased rapidly at the first stage and kept constant during the second stage. Then, crack tip heating is promoted with crack growth at the final stage. On the other hand, for V-notched specimens, the one and only final stage was found in $\Delta T-N$ diagram. From $\Delta T-N$ diagram, it could be suggested that the crack initiating in U-notched specimens required a half fatigue life and that the crack propagating in V-notched specimens had a majority in fatigue life. (3) By micro fractography using SEM, it was recognized that the fracture surface of V-notched specimens was brittle and flat, while that of U-notched specimens was ductile and rough. Therefore, it is assumed that fatigue reliability of U-notched specimens could be improved at the crack initiating through the superior heat resistance of CF-PA 46 and also the higher rigidity and heat conductivity of carbon fiber.

Key Words: Fatigue, Crack, Reliability, Reinforced Plastic, Notch Shape, Crack Tip Heating, Mesoscopic Structure, Carbon Fiber, Fiber Bridging

1. 緒 言

近年, 金属材料の代わりとして強化プラスチックの用途拡大が図られ, それに伴い疲労信頼性に強い関心をもたれている^{(1)~(16)}. その結果, 先進材料の研究にも新しい展開が図られている. 著者らも, ナイロン 46 が汎用エンブラとスーパーエンブラとの間を埋める先進材料として注目し, その疲労き裂進展特性について研究してきた. 特に, マトリックスの結晶粒径や炭素繊維などのメゾ構造因子が発現する疲労信頼性改善効果に注目して, 実証的研究を実施してきた. その際, 繰返し変形による温度上昇の影響を避けるため, 低い周波数での疲労き裂進展試験を実施して, 破壊力学的検討を加えてきた^{(1)~(7)}.

しかしながら, 実際のプラスチック部品にかかる繰返し応力の周波数は高いことも多いため, それに伴う温度上昇の疲労信頼性に及ぼす影響について, 知識の整理が必要である. 本研究では, その手がかりを得る

ために, 高サイクル疲労ではあるがこれまでよりも比較的高い周波数での疲労を扱った.

また, 強化プラスチックが構造材として利用される場合には, 部品として構成される上で必ずなんらかの形で応力集中が発生する. このとき, 応力集中が起きている箇所の疲労設計が, 金属材料と同じようにできるのかどうかは, 工業的利用上重要な問題である.

しかしながら, プラスチック系複合材料について線形破壊力学が適用されるき裂材についての研究は活発であるが, 切欠材についての研究は少なく, その疲労信頼性についての知見は極めて少ない.

以上の状況をかながみて, 本研究では樹脂材において切欠きの形状を変えた場合にどのように疲労特性が変化するかを先進強化ナイロン 46 を用いて明らかにした. また, 現在一般的に利用されているナイロン 66 についても同様の試験を行い, 材料が異なった場合の変化についても考察を加えた. また, ナイロン 46 とナイロン 66 との違いに関しては結晶粒径の相違や繊維の違いなどメゾ構造因子の影響についても言及した.

* 原稿受付 1995 年 4 月 20 日.

^{*1} 正員, 茨城大学工学部 (〒316 日立市中成沢町 4-12-1).^{*2} 学生員, 茨城大学大学院.

2. 実験方法

2・1 供試材料 供試材料として、ナイロン46とナイロン66を、15 wt.%のカーボン短繊維によって強化した材料と30 wt.%のガラス繊維によって強化した材料とを用意した。以降、それぞれCF15/PA46、GF30/PA46、CF15/PA66、GF30/PA66と称す。カーボン短繊維は直径7 μm 、初期長さ10 mmである。また、ガラス繊維は直径10 μm 、初期長さ3 mmである。表1に供試材のマトリックスの熱的特性、表2に繊維の熱伝導率、表3にPA46材の曲げ弾性率を示す。これらの素材を射出成形により図2に示すような形状に仕上げた。繊維方向は荷重方向に平行である。切欠きの形状は浅いノッチとして応力集中係数1.66

Table 1 Thermal characteristic of matrix

Matrix	PA46	PA66
Glass transition temperature(K)	78	66
Thermal deformation temperature(K)	220	80
Melting point(K)	295	260

Table 2 Thermal conductivity of fiber

Fiber	Carbon	Glass
Thermal conductivity ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)	1.55	0.77

Table 3 Flexural modulus of test piece

	Flexural modulus (MPa)
CF15/PA46	10.650
GF30/PA46	8.700

V notch test piece

U notch test piece

Fig. 1 Test piece shape

のUノッチを、深いノッチとして応力集中係数が約10のVノッチの2種類を用意した。

2・2 疲労試験および温度測定方法 疲労試験は、電気油圧式サーボ材料試験機を用いて、応力比0.1、試験周波数20 Hzの正弦波荷重を負荷することによって行った。さらに、疲労試験中のき裂進展状況を観測するために、赤外線放射温度計を用い、試験片表面の温度上昇を測定した。図2に赤外線放射温度計による試験片温度計測の概要を示す。本測定の特徴は非接触で物体の表面温度を測定することができることで、その原理は測定物体表面の赤外線の放射率を測定するものである。また、破面解析のためにSEMによる破面観察を行った。

3. 結果

疲労試験の結果をS-N線図に整理して図3に示す。本図より、切欠形状の相異によってそれぞれの供試材の疲労強度に明瞭な相異があることがわかる。その特徴は下記の三点に整理される。すなわち、
① Uノッチ材の疲労強度は、Vノッチ材のそれの倍となる。両材での応力集中係数 α の相異と比べて、疲労強度に及ぼす切欠形状は鈍感である。

Fig. 2 Temperature measurement system

Fig. 3 S-N curve

② Uノッチ材では、炭素繊維強化ナイロン46(C46材)が他の3種類の供試材に比べて顕著に優れている。さらに、 10^6 を越える長寿命領域に注目すると、炭素繊維強化ナイロン66(C66材)がガラス繊維強化材(G46材, G66材)から逸脱して、C46材に近くなることがわかる。

③ Vノッチ材では、炭素繊維強化材とガラス繊維強化材の二つのグループに分離され、前者のほうが後者より優れている。このように疲労強度に及ぼす強化材の効果は明りょうに現れているが、一方マトリックスの相異の影響は認められない。

4. 考 察

4.1 き裂先端の温度測定 まず、繰返し変形による各材のき裂先端部の温度測定を行った。この結果を $\Delta T = T_m - T_r$ と応力繰返し回数 N との関係に整理し、Uノッチ材、Vノッチ材についてそれぞれ図4, 5に示す。ここで、 T_m はサンプルの温度、 T_r は室温である。いずれの材料においても、応力の繰返し回数の増大に伴って温度上昇が顕著に現れた^{(17)~(21)}。

両図より疲労寿命 N_F の長短と温度上昇速度 $\Delta T/N$ とに相関性があり、さらにUノッチとVノッチの切欠形状も相異によって温度上昇の状況が顕著に異なることに注目される。以下この点に焦点を合わせて考察を加える。まず、図4にUノッチについての $S=80$ MPaでの結果であるが、応力の繰返し回数の増加に伴う温度上昇に三領域の遷移が認められる。すなわち、まず最初の(I段階)は極く初期段階で急激に温度が上昇し、繰返し変形に伴う発熱で温度が上昇する。試験片の目視による表面観察より、切欠部が白濁してくる。次の(II段階)では温度上昇がなく、いわば平衡状

態に達している。この段階までには、少なくともマクロスコピックなき裂は観察されていない。最後の(III段階)は、急激に温度が上昇を始める時期であり、マクロスコピックなき裂が発生・進展する段階に一致している。

さらに、図4と図3のS-N線図との比較より、疲労寿命が長い材料ほど最初の(I段階)および次の(II段階)での温度上昇が小さく、最後の急激な温度上昇に至る(III段階)への遷移が遅れることがわかる。すなわち、炭素繊維強化ナイロン46(C46材)が他の3種類の供試材に比べて(III段階)への遷移が大変遅くなっている。さらに長寿命域に優れている炭素繊維強化ナイロン66(C66材)は最後の(III段階)がガラス繊維強化材(G46材, G66材)から逸脱することがわかる。なお、マトリックスも耐熱性に劣るN66で強化繊維もガラスのG66材は、最初の(I段階)から次の(II段階)を走り抜けて、最後の(III段階)に急激に至ってしまうのが注目される。

一方、Vノッチの温度上昇の典型的な例を図5に示す。本図はC46材とG46材の $S=20$ MPaでの結果であるが、応力の繰返し回数の増加に伴う温度上昇の状況には、Uノッチでの三領域の遷移が認められない。すなわち、Uノッチと比較するとVノッチでは最初の(I段階)と次の(II段階)がたいへん短く、最後の(III段階)が大部分を占める。この(III段階)では、マクロスコピックなき裂が発生・進展する段階であるから、Vノッチではき裂の進展過程が疲労寿命の大きな部分を占めていることがわかる。

さらに、図5と図3のS-N線図との比較より、疲労寿命が長い材料ほど最後の急激な温度上昇が遅れることがわかる。すなわち、炭素繊維強化ナイロン46は、最後の急激な温度上昇がガラス強化繊維ナイロン46

Fig. 4 Crack tip heating of U-notch

Fig. 5 Crack tip heating of V-notch

より遅れることがわかる。したがって、き裂進展に対する抵抗性について、炭素繊維のほうがガラス繊維より優れていることが示唆される。

また、炭素繊維強化ナイロン46は、同じUノッチの他の材料よりも温度上昇が少ないが、炭素繊維がガラス繊維よりも熱伝導性に優れているため、発生した熱をまわりに拡散させ、放熱を促していることも温度上昇が少ない理由のひとつに考えられる。

4・2 疲労過程に及ぼす切欠きの影響 4・1節のサーモビューによる疲労過程の追跡より、下記のことが示唆された。

(1) Uノッチの疲労寿命は、き裂発生までの損傷の累積に相当長い寿命を経てき裂進展過程に至る。

(2) Vノッチの疲労寿命は、き裂進展過程が大半を占める。

そこで本報では、これらの本性を把握するためにSEMによるフラクトグラフィに基づいて、破壊機構の解明まで掘り下げて検討を加えた。特に、強化繊維とマトリックスのメゾスコピックな効果の発現について焦点を合わせた。まず、Uノッチ材の切欠底の破面のSEM写真を図6、7に示す。図6は疲労強度が高く、温度上昇の小さい炭素繊維強化ナイロン46の破面写真である。一方図7には、比較のために、疲労強度が最

も低く温度上昇の大きいガラス繊維強化ナイロン66の破面写真を示す。いずれもマトリックスがささくれだった延性的な破面を呈しており、さらに多くの強化繊維が抜けているのがわかる。この状況は図7のガラス繊維強化ナイロン66の破面のほうが、炭素繊維強化ナイロン46よりもめだっている。

この破面形態と、4・1節の図4に示した温度上昇の結果を合わせると、Uノッチの疲労過程は次のように解釈される。Uノッチでは応力集中が弱いため、Vノッチと比べるとき裂発生に大きな負荷を与える必要があり、大きな繰返し変形が切欠付近の広い部分に発生する。このため、マトリックスと強化繊維の界面やマトリックス内部で微少き裂が発生し、それらがつながりき裂発生に至る。両図に認められるマトリックスの細かいささくれは、微少き裂がつながったために引きちぎられた結果であると考えられる。このため、Uノッチの疲労寿命はき裂発生までの損傷の累積に相当長い寿命を経てき裂進展過程に至るものと理解される。したがって、Uノッチではき裂発生過程における疲労損傷が多様性を帯びており、その過程でマトリックス樹脂と強化繊維の特性が影響を及ぼしている。そのため、Uノッチの疲労特性に材料間で差が生じるものと考えられる。

($\sigma = 70 \text{ MPa}$, 破断繰返し数 $N = 8.4 \times 10^6$)

Fig. 6 Fracture surface of U-notch CF・PA46

($\sigma = 30 \text{ MPa}$, 破断繰返し数 $N = 4.1 \times 10^6$)

Fig. 8 Fracture surface of U-notch GF・PA66

($\sigma = 80 \text{ MPa}$, 破断繰返し数 $N = 8.2 \times 10^4$)

Fig. 7 Fracture surface of V-notch CF・PA46

($\sigma = 30 \text{ MPa}$, 破断繰返し数 $N = 1.8 \times 10^6$)

Fig. 9 Fracture surface of V-notch GF・PA66

一方、Vノッチの切欠底の破面のSEM写真を図8、9に示す。図8は、疲労強度が高く温度上昇の第三段階の出現が送れる炭素繊維強化ナイロン46の破面写真である。一方、図9には、比較のために疲労強度が低く温度上昇の第三段階の出現が早いガラス繊維強化ナイロン66の破面写真を示した。両図より、Vノッチ材の切欠部の破面形態はUノッチでのような延性的なマトリックスのささくれが認められず、脆性的な平坦な様相を呈している。これは、Vノッチ底では応力集中が激しいため、試験片全体にあまり大きな負荷が加わってなくても切欠底に大きな応力が発生し、疲労き裂が容易に促進されるためと考えられる。

このような切欠形状による破面形態の違いは、き裂の生成および進展の違いに起因するものと考えられ、この点に着目しながら考察を加える。図8と図9を比較すると、ガラス繊維は引き抜かれずに破断しているものが多く、炭素繊維はマトリックスから多く抜け出ているのが認められる。これは、繊維の引張弾性率と引張強度の影響が大きいものと考えられる。そこで、表4にガラス繊維と炭素繊維の引張弾性率と引張強度の値を示す。ガラス繊維は弾性率と強度がともに小さ

Table 4 Elastic modulus and Tensile strength

	Elasticity Modulus (MPa)	Tensile Strength (MPa)
GF	67230	2110
CF	225700	3460

Fig. 10 Schematic illustration of crack tip heating of U-notch

Fig. 11 Schematic illustration of crack tip heating of V-notch

いため、マトリックスからの繊維の引き抜きが少なく、疲労き裂はガラス繊維を破断しながら進展していく。そのため、き裂進展に対するガラス繊維の抵抗は比較的小さい。一方、弾性率と強度の大きい炭素繊維はブリッジング効果を発現させ、き裂進展に抵抗する。これがVノッチの疲労強度にガラス繊維材と炭素繊維材との間に現れた差の原因である。

4.3 疲労信頼性に及ぼすマクロ・メゾ構造因子の影響 以上の知見に基づいて、疲労寿命に及ぼす影響因子について解釈を加える。

(1) ΔT - N 線図

き裂先端温度上昇線図から、温度が上昇し始める時期、すなわち(III段階)が始まるときの繰返し回数を調べると次のようなことがわかる。

破断までの繰返し回数を N_f 、き裂進展が始まるときの回数を N_i とする。なお、 N_i は疲労試験過程で実測した値である。Uノッチではこれらの比が

$$N_i/N_f(\text{Uノッチ})=1/2$$

程度であるがVノッチではこれが

$$N_i/N_f(\text{Vノッチ})=1/10$$

程度になる。この状況を模式的に表した図を図10、11に示す。各段階に至るまでの繰返し回数差がわかりやすいように、回数の軸をlinearにした。すなわち、同じ回数で破断したとしても、Vノッチは

Fig. 12 Schematic illustration of S - N_f curve and S - N_i curve

Fig. 13 Mechanism of crack propagation

U ノッチの 1/5 の回数でき裂が進展を始めていたことがわかる。

(2) S-N 線図

上記の内容を S-N 線図で考えてみると次のようなことが言える。結果の欄で述べたように、U ノッチと V ノッチとの疲労強度を破断によって判断すると、その差は倍程度となり、応力集中係数の差ほどはちがわないことになる。しかし、き裂進展が始まる時期によって判断すると、S-N_i 線図では U ノッチと V ノッチとの違いは広がり、応力集中係数の差に近づくと考えられる。この状況を模式的に表した図を図 12 に示す。

(3) ノッチ形状による比較

U ノッチでは微小き裂がつながり合っつき裂進展が始まるため、材料による違いが現れる。一方、V ノッチでは強化材の種類の相異のみが顕著に現れている。この状況の模式図を図 13 に示す。

5. 結 言

炭素繊維強化ナイロン 46 の疲労信頼性に及ぼす切欠きの影響について、ガラス繊維強化ナイロン 46 や炭素繊維強化ナイロン 66・ガラス繊維強化ナイロン 66 と比較し、検討を加えた。

(1) U ノッチ材の疲労強度は、炭素繊維強化ナイロン 46 が他の 3 種類の材料に比べて著しく優れている。一方、V ノッチ材の疲労強度は炭素繊維強化材とガラス繊維強化材の二つのグループに分離され、前者のほうが後者より優れている。

(2) ノッチ底温度上昇 ΔT と繰返し負荷回数 N との関係を表した ΔT - N 線図より、U ノッチ材では温度上昇に三段階の変化があることがわかる。第一段階では温度はある程度まで上昇し、第二段階で温度平衡状態に至る。第三段階では、き裂先端温度はき裂進展に伴い上昇する。一方 V ノッチ材では、第一段階と第三段階のみが存在する。

また、 ΔT - N 線図より、U ノッチ材ではき裂発生までに全疲労寿命の半分程度の時間が費やされるのに対して、V ノッチではき裂進展が全疲労寿命の大半を占めていることがわかる。

(3) SEM を用いたフラクトグラフィー観察より、V ノッチ材の破面形態は脆性的な平坦な面を呈し、U ノッチ材の破面形態は延性的であった。したがって、U ノッチ材のき裂発生に関する疲労特性は、ナイロン 46 の優れた耐熱性と高剛性および炭素繊維の良好な熱伝導によって改善されていると理解される。

文 献

- (1) 鈴木・国尾, 機論, **53**-490, A(1988), 1012.
- (2) 鈴木, 機論, **57**-534, A(1991), 448.
- (3) 鈴木, 材料試験技術, **36**-3(1991), 188.
- (4) 鈴木・森川・土川, 機論, **58**-552, A(1992).
- (5) 鈴木・中村・清友・幸原・原口, 機論, **60**-580, A(1994), 2695.
- (6) 鈴木・中澤・寺西・原口, 機論, **61**-586, A(1995), 1185.
- (7) 鈴木・中澤・中村・原口, 機論, **61**-590, A(1995), 2140.
- (8) Hertzberg, R. W. and Manson, J. A., *Fatigue of Engineering Plastics*, (1980), 1, Academic Press.
- (9) Biner, S. B. and Yukas, V. S., *Trans. ASME*, **111**(1989), 363.
- (10) Lang, R. W. and Manson, J. A., Crack tip heating in short-fiber composites under fatigue loading conditions, *J. Mater. Sci.*, **22**(1987), 3576-3580.
- (11) 森川・石垣・土川・木村, *JSR TECHNICAL REVIEW*, No. 100/92, (1992).
- (12) Russel, A. J. and Street, K. N., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 972(1988), 259.
- (13) 田中(啓)・田中(拓)・北条, 機論, **58**-555, A(1992), 2073.
- (14) 田中(啓)・田中(拓)・山岸, 機論, **60**-573, A(1994), 1176.
- (15) 東郷・石井・野林, 機論, **59**-557, A(1993), 62.
- (16) 鈴木・岩本・植田, 機論, **41**-352(1975), 3332.
- (17) Stanley, P., *Proc. of 9th Int. Conf. Exp. Mech.*, **2**(1990), 728.
- (18) 影山・菊池・野中, 機講論, No. 900-50(1990), 135.
- (19) 阪上・小倉, 機論, **58**-555, A(1992), 2224.
- (20) 阪上・小倉・山中, 機論, **59**-565, A(1993), 2115.
- (21) 趙・高原・梶山, *Polymer Preprints*, **40**-11(1991), 58, Japan.